

《粮食中镉和铅快速同时检测 阳极溶出伏安法》

编制说明

保障国家粮食安全是一个永恒的课题，任何时候这根弦都不能松。目前我国粮食生产落实于国家安全观和国家粮食安全战略角度，不断深入推进优质粮食工程。党的十九届五中全会推动高质量发展确立为“十四五”经济社会发展的主题，明确要求“推进优质粮食工程”，“推动农村一二三产业融合发展”。与《国家粮食安全中长期规划纲要（2008~2020年）》相比，粮食安全的核心内容将不仅仅关注粮食总量的安全，还将更多地涉及粮食产品质量安全的内容。近期不断涌现的与粮食等食品质量安全有关的事件，也必将促成今后对粮食质量安全问题的全面关注。最新发布的2021年中央一号文件《中共中央国务院关于全面推进乡村振兴加快农业农村现代化的意见》，粮食安全问题被放于突出的位置，引发广泛关注。

近些年来，我国多处地区出现粮食受重金属污染的事件，据报道，国土资源部表示过，在我国每年都会因重金属导致1200万吨粮食遭到不同程度的污染，直接经济损失可高达到200亿元。粮食重金属污染事件连续爆出后，除污染处理、污染土壤修复之外，相关重金属检测是否会加入相关检验指标，是公众持续关注的问题。重金属污染对我国粮食安全构成严重的威胁，因此研发粮食中重金属的快速检测方法对保障粮食安全具有重要意义。

目前食品中重金属检测常规的前处理方法包括湿法消解、微波消解、高压罐消解以及干灰化法。其前处理方法需要高温、高压、强酸环境，同时耗时较长，不利于现场操作。样品前处理已成为食品安全快速检测重金属的主要限速因素之一，目前已引起了广大学者的关注。快速、简便、高效、适合现场检测的样品前处理方法已成为重金属检测研究的重点。高效的样品前处理技术与食品安全快检技术联用，可以有效减少基体干扰对快检过程的影响，提高快检准确度，是发展准确定量食品安全快检技术的关键所在。传统微波消解或湿法消解所用酸浓度高、操作复杂、处理周期较长，不符合快速检测的要求。重金属的检测方法很多，根据检测原理的不同，主要有原子吸收光谱法、原子发射光谱法、电感耦合等离子体原子发射光谱法、原子荧光光谱法、液相色谱法等，其中原子吸收光谱法和ICP-MS法等是较为成熟的检测技术，可以获得准确的结果。但是，由于使用的仪器价格高、仪器不易移动、检测时间长等不适合

室外便携的快速检测。

快速检测技术与传统检测技术相比，虽然只能对重金属污染物进行定性或半定量，灵敏度和准确性也低于传统检测技术，但具有方便、快速、便携、经济等优点，十分适合现场检测，在食品重金属污染方面可起到预警作用。目前常用快检技术有胶体金免疫层析技术、酶联免疫吸附反应法、生物传感器、X射线荧光光谱法、比色法和阳极溶出伏安法等。这些快检技术存在一定的局限性，胶体金检测技术多被用于半定量检测，其检出限高和稳定性较差；酶联免疫吸附反应法的检测范围受到特异性抗体亲和力与灵敏度的制约，实际样品检测时可能出现假阳性，容易引起误判，每次进行定量检测时都需重新做标准曲线；X射线荧光光谱法检出限高，定量不准确，标准曲线模型需求不时更新，在仪器发生变化或标准样品发生变化时，标准曲线模型也要变化。而阳极溶出伏安法由于发展较早，目前技术较为成熟，具有准确性好，成本低廉，灵敏度高，操作简单，响应速度快，检出限低，稳定性好，可多路检测和现场检测等优点而被广泛用于重金属离子的快速检测。

为了适应实际需要，需研究出检测速度快、易于操作的重金属快速检测技术，为食品中重金属快速提取和检测提供新的关键性技术。因此，本标准有助于提高粮食样品检测效率，降低成本，是一种比较有推广前景的重金属快速检测方法，可在基层大力推广，为粮食中镉和铅的检测提供有力的技术手段。

1 工作简况

1.1 任务来源及起草单位

按照 2021 年度国家粮食和物资储备局重点工作任务分解落实方案的相关要求，为促进减少流通加工存储消费环节粮食损耗浪费，引领绿色低温储粮、适度加工技术、综合利用及农户科学储粮等相关标准的研制，推动节粮减损标准体系建设，依据《中国粮油学会团体标准管理办法（试行）》，中国粮油学会 2021 年 3 月 11 日施行第一批团体标准征集工作。阳极溶出伏安法由于发展较早，目前技术较为成熟，具有准确性好，灵敏度高，成本低，操作简单，响应速度快，检出限低，稳定性好等优点，已被广泛应用于粮食中镉和铅的快速检测。目前国家对食品中重金属快检方法极为重视，中储粮已经将电化学检测方法列入可选方案，同时中国检验检疫科学研究院正在发起调查，以期进一步了解重金属快检的标准化需求。2021 年 3 月份，中国储备粮管理集团有限公司在成都公开招标准粮食重金属快检仪器，其中有 6 家电化学快检仪器成功入围。虽然电化学快检方案在粮食中重金属的检测已经应用广泛，但是并未形成粮食中镉和铅快速同时检测的相关标准。江苏省粮

油质量监测中心，联合湖南省粮油产品质量监测中心、南京腾森分析仪器有限公司和南京市产品质量监督检验院进行大量研究，。2021年6月30日江苏省分析测试协会、江苏省粮油质量监测中心和南京腾森分析仪器有限公司联合公布了《T/KJFX 003—2021 谷物和奶粉中镉和铅的快速测定 阳极溶出伏安法》的团体标准。本标准就是在此基础上提出并立项的。

1.2 国内外相关标准

目前粮食中重金属检测标准主要有：

GB 5009.12-2017 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》

GB 5009.15-2014 《食品安全国家标准 食品中镉的测定》

GB/T 35876-2018 《粮油检验 谷物及其制品中钠、镁、钾、钙、铬、锰、铁、铜、锌、砷、硒、镉和铅的测定 电感耦合等离子体质谱法》

LS/T 6125-2017 《粮油检验 稻米中镉的快速检测 固体进样原子荧光法》

LS/T 6134-2018 《粮油检验 粮食中镉的快速测定 稀酸提取-石墨炉原子吸收光谱法》

LS/T 6135-2018 《粮油检验 粮食中铅的快速测定 稀酸提取-石墨炉原子吸收光谱法》

LS/T 6136-2019 《粮油检测 大米中锰、铜、锌、铷、锶、镉、铅的测定 快速提取-电感耦合等离子体质谱法》

LS/T 6135-2018 《粮油检测 粮食中铅的快速测定 稀酸提取-石墨炉原子吸收光谱法》

LS/T 6134-2018 《粮油检测 粮食中镉的快速测定 稀酸提取-石墨炉原子吸收光谱法》。

1.3 标准研制主要过程

(1) 在上报标准制定计划之前，项目组在2017年2月就对粮食中污染物重金属镉和铅的检测方法及电化学技术等进行了深入了解，检索了国内外相关标准和资料，计划制定后，项目组立即成立标准起草工作小组，对《粮食中镉和铅快速同时检测 阳极溶出伏安法》标准制定工作进行了认真研究，在原有实验工作的基础上，主动联系相关单位征求意见，并联合了湖南省粮油产品质量监测中心、南京腾森分析仪器有限公司和南京市产品质量监督检验院参与制定，多方征求了各机构对制定标准的意见和建议。

(2) 标准起草工作小组在广泛调研粮食中镉和铅的分析方法和实验室反复验证的基础上，确定了本标准的基本框架。

(3) 本标准在参考目前国内先进和普遍采用的样品前处理及检测技术的基础上，对前处理技术中的不同的提取时间、试剂用量进行了反复的探索和研究，同时对便携式重金

属检测的仪器条件进行充分优化,通过反复的方法学实验研究,建立了粮食中镉和铅快速同时检测-阳极溶出伏安法测定方法。

(4) 参与本标准起草的单位:江苏省粮油质量监测中心、湖南省粮油产品质量监测中心、南京市产品质量监督检验院、南京腾森分析仪器有限公司。

(5) 本标准主要起草人及其所承担的工作:

本标准主要起草人为:黄熙荣、张祎、黄力、贾继荣、肖有玉、张晓燕、王侃、梅广、洪玲、薛成、李文奇、黎桂斌、司玮等。

起草人员负责标准制定工作的组织、协调,相关资料的查阅、收集,实验室验证,标准文本及编制说明的起草、撰写,组织召开座谈会,通过电子邮件、传真等方式,征集、整理和归纳相关的意见和建议。

2 标准编制原则和标准的主要内容

2.1 标准编制原则

本标准是根据 GB/T1.1-2009 《标准化工作导则第 1 部分:标准的结构与编写规则》、GB/T20001.4-2001 《标准编写规则第 4 部分:化学分析方法》的规定进行编制的。

2.2 确定标准主要内容

2.2.1 标准的适用范围

本标准适用于稻谷、小麦、玉米、大豆等粮食以及加工产品中镉和铅的同时测定。

2.2.2 标准主要内容

本标准规定了用阳极溶出伏安法同时测定粮食中镉和铅含量的方法原理、试剂与材料、仪器与设备、样品制备、分析步骤等。

2.2.3 测定原理

本标准采用环保萃取技术,无需强酸、强碱、高温等操作,快速有效提取粮食中的重金属离子。在一定的预电解电位下,待测重金属离子被还原富集于工作电极上,静止一段时间后,向电极施加反向电压,使电极表面的金属离子氧化而产生氧化电流,得到溶出过程的电流-电位曲线。根据其溶出电流值,代入基质标准曲线,得到待测金属离子的浓度。

2.2.4 方法开发

2.2.4.1 样品制备的要求

样品颗粒的大小与样品的均匀性对样品中镉和铅的提取率有关,本实验将样品粉碎,分别过 20 目、40 目、60 目、80 目筛网,测试样品不同颗粒大小对镉和铅的提取率的影响(见

附件 1)。随着样品粒度越细，样品和提取液接触面积越大，提取率越高，本项目组结合实际需求选择样品颗粒度为 40 目。

2.2.4.2 提取液的选择

实验测试了硝酸、高氯酸、盐酸等溶液作为提取液的提取效果。同时，不同基质样品中重金属结合状态不一，还测试了酸的浓度和提取的时间，最终根据不同基质提取达到要求（提取率大于 90%）所用的时间，选择合适的提取液和提取时间。不同提取液对提取率的影响见附件 2。样品颗粒度为 40 目，其中三种酸的浓度在 10%时，对重金属镉和铅的提取效率均较高，考虑到高氯酸的强氧化性和盐酸中浓度较高的氯离子对电化学检测的不利影响，本项目组最终选择 10%硝酸，作为本实验的提取液。

2.2.4.3 提取时间的选择

本实验采用 10%硝酸作为提取液，样品颗粒度为 40 目，测试不同提取时间对提取率的影响，见附件 3。随着震荡时间的增加，重金属提取率逐渐增加，震荡时间为 3min 时，不同基质中镉和铅的提取率均大于 95%，本实验最终选择震荡 3min 作为最佳提取时间。

2.2.5 检出限和定量限

依据 LS/T 6402-2017《粮油检验设备和方法标准适用性验证及结果评价一般原则》中 6.1 的规定，使用阳极溶出伏安法快速定量法连续独立测定 20 个空白基质样品，根据检出限等于空白基质样品测定平均值和其 3 倍标准偏差之和、定量限等于空白基质样品测定平均值和其 10 倍标准偏差之和，获得该方法对不同基质中镉和铅的检出限和定量限。本项目组根据提取方案测试了不同基质的检出限和定量限见附件 4。

2.2.6 方法准确性

与定值样品的参考值比较

采用阳极溶出伏安法对不同基质定值样品进行检测，测试结果取双实验结果平均值，其测定结果准确度范围在 85~115%之间（参考附件 5）。

2.2.7 方法重复性

依据 LS/T 6402-2017 中 6.3 的规定，采用一台设备，测试 6 次中等浓度水平大米、糙米、

小麦、玉米、大豆样品，考察改方法的重复性（参考附件6）。

3 与国内外相关标准和数据比较情况

目前，国际标准中尚未有关于粮食中镉和铅同时测定-阳极溶出伏安法的相关标准，只有部分文献报道。本标准方法检出限和定量限较低，具有较高的精密度、准确性和特异性，同时该方法前处理简单，耗时较短，仪器设备小巧，便携性好，操作简单，易于推广使用。

4 与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性

本标准符合现行法律、法规和规章的要求，与其它相关标准之间不存在矛盾之处。

本标准制定后应该会进一步推动我国食品安全检测的技术进步，引导行业健康发展。

5 其他需要在网上公开说明的事项

无。

附件 1

不同粒径大小对准确度的影响

检测项目	样品种类	样品编号	粉碎粒径 (目)	认定值	ASV 测定 值	提取率 (%)
Cd	大米	1#	20	0.11	0.085	77.3
			40		0.105	95.5
			60		0.112	101.8
			80		0.115	104.5
		2#	20	0.20	0.151	75.5
			40		0.195	97.5
			60		0.196	98.0
			80		0.205	102.5
		3#	20	0.41	0.343	83.7
			40		0.409	99.8
			60		0.396	96.6
			80		0.412	100.5
	小麦	1#	20	0.098	0.083	84.7
			40		0.095	96.9
			60		0.099	101.0
			80		0.101	103.1
		2#	20	0.25	0.192	76.8
			40		0.243	97.2
			60		0.243	97.2
			80		0.246	98.4
		3#	20	0.44	0.335	76.1
			40		0.431	97.9
			60		0.439	99.9
			80		0.445	101.1
	玉米	1#	20	0.13	0.105	80.8
			40		0.125	96.1
			60		0.126	96.9
			80		0.131	100.8
		2#	20	0.235	0.179	76.2
			40		0.231	98.3
			60		0.239	101.7
			80		0.244	103.8
		3#	20	0.42	0.338	80.5
			40		0.425	101.2
			60		0.398	94.8
			80		0.416	99.0
Pb	大米	1#	20	0.135	0.112	83.0
			40		0.137	101.5
			60		0.142	105.2

		2#	80	0.22	0.131	97.0	
			20		0.194	88.2	
			40		0.219	99.5	
			60		0.222	100.9	
			80		0.231	105.0	
		3#	20	0.34	0.281	82.6	
			40		0.343	100.9	
			60		0.351	103.2	
			80		0.335	98.5	
		小麦	1#	0.12	20	0.097	80.8
					40	0.114	95.0
					60	0.121	100.8
	80				0.125	104.2	
	2#		0.23	20	0.177	77.0	
				40	0.221	96.1	
				60	0.227	98.7	
				80	0.232	100.9	
	3#		0.41	20	0.327	79.8	
				40	0.398	97.1	
				60	0.412	100.5	
				80	0.420	102.4	
	玉米	1#	0.11	20	0.081	77.1	
				40	0.107	97.3	
				60	0.104	94.5	
				80	0.109	99.1	
		2#	0.21	20	0.167	79.5	
				40	0.209	99.5	
				60	0.208	99.0	
80				0.217	103.3		
3#		0.38	20	0.284	74.7		
			40	0.375	98.7		
			60	0.390	102.6		
			80	0.382	100.5		

附件 2

不同提取液对提取率的影响

检测项目	样品种类	样品编号	认定值	酸浓度	酸种类	ASV 测定值	提取率 (%)
Cd	大米	1#	0.11	2%	HClO ₄	0.071	64.5
					HCl	0.042	38.2
					HNO ₃	0.061	55.5
				5%	HClO ₄	0.098	89.1
					HCl	0.092	83.6
					HNO ₃	0.104	94.5
				10%	HClO ₄	0.115	104.5
					HCl	0.108	98.2
					HNO ₃	0.112	101.8
		2#	0.20	2%	HClO ₄	0.135	67.5
					HCl	0.124	62.0
					HNO ₃	0.142	71.0
				5%	HClO ₄	0.187	93.5
					HCl	0.195	97.5
					HNO ₃	0.192	96.0
				10%	HClO ₄	0.211	105.5
					HCl	0.199	99.5
					HNO ₃	0.203	101.5
		3#	0.41	2%	HClO ₄	0.304	74.1
					HCl	0.291	71.0
					HNO ₃	0.328	80.0
				5%	HClO ₄	0.363	88.5
					HCl	0.343	83.7
					HNO ₃	0.377	92.0
				10%	HClO ₄	0.407	99.3
					HCl	0.403	98.3
					HNO ₃	0.422	102.9
	小麦	1#	0.098	2%	HClO ₄	0.065	66.3
					HCl	0.054	55.1
					HNO ₃	0.072	73.5
				5%	HClO ₄	0.081	82.7
					HCl	0.073	74.5
					HNO ₃	0.087	88.8
				10%	HClO ₄	0.101	103.1
					HCl	0.095	96.9
					HNO ₃	0.102	104.1
		2#	0.25	2%	HClO ₄	0.159	63.6
					HCl	0.135	54.0
					HNO ₃	0.171	68.4
				5%	HClO ₄	0.201	80.4
					HCl	0.192	76.8
					HNO ₃	0.220	88.0
				10%	HClO ₄	0.237	94.8
					HCl	0.227	90.8
					HNO ₃	0.255	102.0
3#	0.44	2%	HClO ₄	0.331	75.2		
			HCl	0.317	72.0		

				5%	HNO3	0.351	79.8	
					HClO4	0.398	90.5	
					HCl	0.367	83.4	
					HNO3	0.402	91.4	
					10%	HClO4	0.439	99.8
						HCl	0.425	96.6
						HNO3	0.446	101.4
					2%	HClO4	0.105	80.8
						HCl	0.095	73.1
				HNO3		0.102	78.5	
				5%		HClO4	0.111	85.4
						HCl	0.107	82.3
						HNO3	0.115	88.5
				10%		HClO4	0.129	99.2
						HCl	0.123	94.6
	HNO3	0.135	103.8					
	玉米	1#	0.13	2%	HClO4	0.187	79.6	
					HCl	0.165	70.2	
					HNO3	0.179	76.2	
				5%	HClO4	0.213	90.6	
					HCl	0.205	87.2	
					HNO3	0.220	93.6	
				10%	HClO4	0.237	100.9	
					HCl	0.23	97.9	
					HNO3	0.241	102.6	
		2#	0.235	2%	HClO4	0.323	76.9	
					HCl	0.316	75.2	
					HNO3	0.331	78.8	
				5%	HClO4	0.389	92.6	
					HCl	0.375	89.3	
HNO3					0.402	95.7		
10%	HClO4			0.433	103.1			
	HCl			0.419	99.8			
	HNO3			0.425	101.2			
Pb	大米	1#	0.135	2%	HClO4	0.087	64.4	
					HCl	0.074	54.8	
					HNO3	0.081	60.0	
				5%	HClO4	0.107	79.3	
					HCl	0.095	70.4	
					HNO3	0.113	83.7	
				10%	HClO4	0.130	96.3	
					HCl	0.127	94.1	
					HNO3	0.139	103.0	
		2#	0.22	2%	HClO4	0.141	64.1	
					HCl	0.137	62.3	
					HNO3	0.154	70.0	
				5%	HClO4	0.187	85.0	
					HCl	0.177	80.5	
					HNO3	0.199	90.5	
10%	HClO4			0.217	98.6			
	HCl			0.207	94.1			
	HNO3			0.222	100.9			
3#	0.34	2%	HClO4	0.221	65.0			
			HCl	0.234	68.8			
			HNO3	0.245	72.1			

					HCl	0.336	88.4
					HNO ₃	0.348	91.6
				10%	HClO ₄	0.386	101.6
					HCl	0.377	99.2
					HNO ₃	0.391	102.9

附件 3

不同震荡时间对测试结果的影响

样品名称	认定值		处理时间 min	ASV 测定值		回收率	
	镉 (mg/kg)	铅 (mg/kg)		镉(mg/kg)	铅(mg/kg)	镉 (%)	铅 (%)
糙米	0.261±0.020	0.220±0.020	1	0.235	0.204	90.04	92.73
			2	0.242	0.216	92.72	98.18
			3	0.261	0.218	100.00	99.09
			5	0.258	0.227	98.85	103.18
			10	0.266	0.223	101.92	101.36
	0.704±0.055	0.34±0.030	1	0.634	0.311	90.06	91.47
			2	0.651	0.319	92.47	93.82
			3	0.702	0.337	99.72	99.12
			5	0.712	0.341	101.14	100.29
			10	0.706	0.346	100.28	101.76
大米	/	0.463±0.033	1	/	0.426	/	92.01
			2		0.454		98.06
			3		0.462		99.78
			5		0.468		101.08
			10		0.471		101.73
	0.63±0.10	/	1	0.581	/	92.22	/
			2	0.591		93.81	
			3	0.629		99.84	
			5	0.645		102.38	
			10	0.662		105.08	
	0.39±0.04	1.55±0.20	1	0.359	1.436	92.05	92.65
			2	0.374	1.527	95.90	98.52
			3	0.388	1.549	99.49	99.94
			5	0.391	1.554	100.26	100.26
			10	0.402	1.560	103.08	100.65
小麦	0.217±0.022	/	1	0.195	/	89.86	/
			2	0.199		91.71	
			3	0.216		99.54	
			5	0.215		99.08	
			10	0.226		104.15	
	0.054±0.008	/	1	0.049	/	90.74	/
			2	0.049		90.74	
			3	0.054		100.00	
			5	0.056		103.70	
			10	0.057		105.56	
	/	0.119±0.019	1	/	0.109	/	91.60
			2		0.114		95.80

			3		0.119		100.00
			5		0.123		103.36
			10		0.122		102.52
	/	0.23±0.029	1	/	0.218	/	94.78
			2		0.226		98.26
			3		0.228		99.13
			5		0.237		103.04
			10		0.235		102.17
玉米	0.015±0.005	0.810±0.022	1	0.013	0.755	86.67	93.21
			2	0.013	0.782	86.67	96.54
			3	0.015	0.809	100.00	99.88
			5	0.014	0.812	93.33	100.25
			10	0.016	0.810	106.67	100.00
	0.045±0.004	0.417±0.030	1	0.041	0.378	91.11	90.65
			2	0.040	0.392	88.89	94.00
			3	0.045	0.416	100.00	99.76
			5	0.047	0.419	104.44	100.48
			10	0.049	0.431	108.89	103.36
	0.11±0.01	/	1	0.102	/	92.73	/
			2	0.103	/	93.64	/
			3	0.111	/	100.91	/
			5	0.117	/	106.36	/
			10	0.120	/	109.09	/
	0.28±0.01	/	1	0.239	/	85.36	/
			2	0.245	/	87.50	/
			3	0.261	/	93.21	/
			5	0.291	/	103.93	/
			10	0.299	/	106.79	/
	/	0.238±0.018	1	/	0.210	/	88.24
			2	/	0.225	/	94.54
			3	/	0.230	/	96.64
			5	/	0.244	/	102.52
10			/	0.246	/	103.36	
大豆	0.331±0.029	/	1	0.256	/	77.34	/
			2	0.291	/	87.92	/
			3	0.327	/	98.79	/
			5	0.325	/	98.19	/
			10	0.341	/	103.02	/
	0.165±0.012	/	1	0.145	/	87.88	/
			2	0.154	/	93.33	/
			3	0.163	/	98.79	/
			5	0.172	/	104.24	/
			10	0.179	/	108.48	/

0.110±0.024	/	1	0.102	/	92.73	/
		2	0.103		93.64	
		3	0.111		100.91	
		5	0.117		106.36	
		10	0.118		107.27	
/	0.44±0.033	1	/	0.312	/	70.91
		2		0.373		84.77
		3		0.433		98.41
		5		0.451		102.50
		10		0.439		99.77
/	0.22±0.037	1	/	0.195	/	88.64
		2		0.201		91.36
		3		0.215		97.73
		5		0.224		101.82
		10		0.221		100.45
/	0.147±0.015	1	/	0.129	/	87.76
		2		0.138		93.88
		3		0.140		95.24
		5		0.153		104.08
		10		0.155		105.44

附件 4

阳极溶出伏安法测定粮食样品中镉和铅的检出限和定量限

检测元素	大米		糙米		小麦		玉米		大豆	
	Cd	Pb	Cd	Pb	Cd	Pb	Cd	Pb	Cd	Pb
检出限 /mg.kg ⁻¹	0.007	0.009	0.006	0.010	0.007	0.012	0.005	0.010	0.016	0.017
定量限 /mg.kg ⁻¹	0.023	0.030	0.021	0.035	0.025	0.039	0.017	0.034	0.038	0.037

附件 5

准确度测试表（浓度单位：mg/kg）

序号	品种	项目	定值	测定值	准确度 (%)
1	大米	镉 (Cd)	0.11	0.107	97.27
2	大米	镉 (Cd)	0.300	0.291	97.00
3	大米	铅 (Pb)	0.105	0.108	102.86
4	大米	铅 (Pb)	0.463	0.455	98.27
5	糙米	镉 (Cd)	0.169	0.157	92.90
6	糙米	镉 (Cd)	0.261	0.274	104.98
7	糙米	铅 (Pb)	0.220	0.215	97.73
8	糙米	铅 (Pb)	0.340	0.357	105.00
9	小麦	镉 (Cd)	0.054	0.055	101.85
10	小麦	镉 (Cd)	0.110	0.113	102.73
11	小麦	铅 (Pb)	0.119	0.108	90.76
12	小麦	铅 (Pb)	0.230	0.241	104.78
13	玉米	镉 (Cd)	0.045	0.047	104.44
14	玉米	镉 (Cd)	0.110	0.104	94.55
15	玉米	铅 (Pb)	0.190	0.179	94.21
16	玉米	铅 (Pb)	0.238	0.242	101.68
17	大豆	镉 (Cd)	0.119	0.111	93.28
18	大豆	镉 (Cd)	0.331	0.342	103.32
19	玉米	铅 (Pb)	0.208	0.215	103.37
20	玉米	铅 (Pb)	0.440	0.429	97.50

按准确度 (%) = 检测值 / 认定值 × 100% 计算，准确度范围在 90.7%~105% 之间，满足 GB/T 27404-2008 中 F.5 规定的要求。

附件 6

重复性结果分析

品种	检测项目	ASV 测定值 (mg/kg)			平均值	相对标准偏差 (%)
大米	Cd	0.192	0.185	0.197	0.199	4.6
		0.203	0.210	0.205		
	Pb	0.188	0.193	0.201	0.199	4.5
		0.197	0.202	0.214		
糙米	Cd	0.221	0.215	0.204	0.201	6.5
		0.184	0.198	0.211		
	Pb	0.224	0.235	0.221	0.216	6.5
		0.196	0.214	0.208		
小麦	Cd	0.217	0.225	0.231	0.215	5.6
		0.198	0.214	0.207		
	Pb	0.234	0.227	0.241	0.225	5.3
		0.215	0.208	0.226		
玉米	Cd	0.197	0.213	0.187	0.203	4.9
		0.207	0.211	0.204		
	Pb	0.237	0.225	0.241	0.229	6.6
		0.209	0.247	0.214		
大豆	Cd	0.222	0.204	0.214	0.220	5.5
		0.231	0.211	0.236		
	Pb	0.207	0.215	0.224	0.212	6.1
		0.231	0.197	0.201		

采用阳极溶出伏安法对参考值为 0.2mg/kg 附近的样品平行测定 6 次, 该方法测定大米、糙米、小麦、玉米、大豆中镉和铅的重复性 $\leq 15\%$ 。