

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

T/

团 体 标 准

T/CCOA XXXX—XXXX

# 粮食中镉和铅快速同时检测 阳极溶出伏安法

Rapid simultaneous determination of cadmium and lead in grains  
Anodic stripping voltammetry method

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2021 - XX - XX 发布

2021 - XX - XX 实施

中国粮油学会 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规则起草。

本文件由江苏省粮油质量监测中心提出

本文件由中国粮油学会归口。

本文件主要起草单位：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。

本文件主要起草人：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。

# 粮食中镉和铅快速同时检测

## 阳极溶出伏安法

### 1 范围

本文件适用于稻谷、玉米、小麦、大豆等粮食及其加工产品中重金属镉和铅快速同时定量检测。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 3914-2008 化学试剂 阳极溶出伏安法通则

GB/T 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测

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

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 原理

试样粉碎后，用稀硝酸震荡提取镉和铅，采用电化学阳极溶出伏安法测定。在一定的预电解电位下，待测金属离子被还原富集于工作电极上，然后施加反向扫描电压，使电极上的待测离子氧化而产生氧化电流，得到溶出过程的电流-电压曲线。根据其溶出电流值，代入标准曲线，计算待测金属离子浓度。

### 5 材料和试剂

除另有规定，所有试剂均为分析纯及以上，水为 GB/T 6682 规定的二级及以上水。

#### 5.1 试剂

5.1.1 硝酸（ $\text{HNO}_3$ ），优级纯。

5.1.2 氢氧化钠（ $\text{NaOH}$ ）。

5.1.3 冰乙酸（ $\text{CH}_3\text{COOH}$ ）。

5.1.4 无水乙酸钠（ $\text{CH}_3\text{COONa}$ ）。

5.1.5 硝酸汞标准溶液：1000 mg/L，经国家认证并授予标准物质证书。

5.1.6 镉标准溶液：其质量浓度为1000 mg/L，经国家认证并授予标准物质证书。

5.1.7 铅标准溶液：其质量浓度为1000 mg/L，经国家认证并授予标准物质证书。

5.1.8 空白基质样品：采用石墨炉原子吸收光谱法定值，铅、镉含量均小于仪器检出限的样品。

## 5.2 溶液配制

5.2.1 提取剂：准确称取2.9 g（精确至0.01 g）无水乙酸钠，加入2.7 mL冰乙酸，用硝酸（1+9）（5.2.2）定容至100 mL，混匀后备用。

5.2.2 硝酸溶液（1+9）：取10 mL硝酸缓慢加入90 mL纯水中，用玻璃棒搅拌混匀，转移至聚四氟乙烯塑料瓶中备用。

5.2.3 硝酸溶液（1+99）：取1 mL硝酸，加入99 mL纯水中，用玻璃棒搅拌混匀，转移至聚四氟乙烯塑料瓶中备用。

5.2.4 20%氢氧化钠溶液：准确称取20.0 g（精确至0.1 g）氢氧化钠，缓慢加入70 mL水中搅拌使其溶解，冷却后完全转移至100 mL容量瓶中，用水定容，混匀，转移至聚四氟乙烯塑料瓶中备用。

5.2.5 空白基质提取液：准确称取0.30 g~1.00 g（*m*）空白基质样品（5.1.8）于10 mL具塞离心管中，加入1.5 mL~5 mL（*V*）提取剂（5.2.1），旋涡振荡3 min，7000 rpm离心3 min。取其上清液为空白基质提取液。

## 6 标准溶液配制

### 6.1 铅、镉标准中间液

标准中间液（1 mg/L）：分别吸取一定量镉和铅标准溶液（5.1.6，5.1.7），用硝酸（1+99）（5.2.3）逐级稀释至1 mg/L镉和铅混标，混匀备用。

### 6.2 基质匹配标准系列溶液配制

分别吸取 0 μL、5 μL、10 μL、25 μL、50 μL、100 μL、200 μL、500 μL 标准中间液（6.1）用空白基质提取液（5.2.5）定容至 1 mL，配制浓度为 0 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、25 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、200 μg/L、500 μg/L 的镉和铅元素基质匹配液。

## 7 仪器和设备

7.1 电化学检测仪，丝网印刷电极。

7.2 离心机：转速不低于 7000 r/min。

7.3 旋涡振荡器。

7.4 天平：感量 0.1 g，0.01 g。

7.5 粉碎机：粉碎细度可达 40 目。

7.6 样品筛：孔径400 μm（40目）。

7.7 塑料具塞离心管：2 mL、10 mL。

7.8 移液器：100 μL-1000 μL。

7.9 砬谷机。

## 8 分析步骤

### 8.1 试样制备

8.1.1 扦样和采样按GB/T 5491执行，在采样过程中，应防止样品污染。

8.1.2 样品粉碎：将具有代表性的样品脱壳，粉碎，全部通过40目样品筛，混匀，装入样品瓶中备用。

### 8.2 提取

准确称取0.30 g~1.00 g ( $m$ ) 样品于10 mL具塞离心管中, 加入1.5 mL~5 mL( $V$ )提取剂 (5.2.1), 漩涡振荡3 min, 7000 rpm离心3 min, 上清液备用。

### 8.3 标准工作曲线绘制

分别取 6.2 基质匹配标准系列溶液 500  $\mu$ L 于 2 mL 具塞离心管中, 加入 100  $\mu$ L 20%氢氧化钠溶液 (5.2.4) 和 50  $\mu$ L 硝酸汞标准溶液 (5.1.5), 混匀。按照仪器使用说明书检测步骤进行测试, 以浓度为横坐标, 以电流值为纵坐标绘制标准工作曲线。

### 8.4 样品测定

准确移取 500  $\mu$ L 样品提取上清液 (8.2) 于 2 mL 具塞离心管中, 加入 100  $\mu$ L 20%氢氧化钠溶液 (5.2.4) 和 50  $\mu$ L 硝酸汞标准溶液 (5.1.5), 混匀。按照样品种类, 选择所测试的基质种类, 调用同基质标准工作曲线, 按照仪器说明书进行测定, 根据其溶出电流值, 代入标准曲线, 计算待测金属离子浓度( $c$ )。

### 8.5 结果计算

检测结果按式 (1) 进行计算:

$$X = \frac{1000 \times c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$  一试样中重金属离子的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

$c$  一试样中重金属离子的浓度, 单位为微克每升 ( $\mu$ g/L);

$V$  一提取剂体积, 单位为毫升 (mL);

$m$  一样品称样质量, 单位为克 (g);

1000 一换算系数。

## 9 性能指标

### 9.1 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, 获得该方法对不同基质中镉和铅的检出限和定量限。按照称取 0.3 g 样品, 加入 1.5 mL 提取剂处理样品获得的各项目的检出限和定量限见表 1。

表1 各检测项目的检出限和定量限 (单位: mg/kg)

检测项目	镉 (Cd)		铅 (Pb)	
	检出限	定量限	检出限	定量限
大米	0.007	0.023	0.009	0.030
稻谷	0.006	0.021	0.010	0.035
小麦	0.007	0.025	0.012	0.039
玉米	0.005	0.017	0.010	0.034
大豆	0.016	0.038	0.017	0.037

### 9.2 准确性

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。

### 9.3 精密度

样品中重金属含量 $\geq 0.05$  mg/kg时，在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%。

### 10 其他

无。