**ICS 67.160.10**

**X62**

**团 体 标 准**

T/ NAIA 0XX—2020

**大米中镉的测定 酸浸提-石墨炉法**

Determination of cadmium in rice - Acid leaching

- graphite furnace method**（征求意见稿）**

2020-XX-XX发布 2020-XX-XX实施

**宁夏化学分析测试协会 发 布**

**前 言**

**前 言**

本标准按照GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》规定编

写。

本标准由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本标准起草单位：宁夏食品检测研究院、宁夏食品检测二站、宁夏药品检测研究院、宁夏化学分析测试协会。

本标准主要起草人：李谦、蒋媛、杨建兴、张学玲、赵娟、伊倩如、李震全、张小飞。

本标准为首次发布。

大米中镉的测定 酸浸提-石墨炉法

**1 范围**

本标准规定了大米中镉的酸浸提-石墨炉原子吸收光谱测定方法。

本标准适用于大米中镉的测定。

**2 规范性引用文件**

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的应用文件，仅注日期的版本适用于本文件，凡是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/T 1354 《大米》

GB 5009.15 《食品安全国家标准 食品中镉的测定》

**3 原理**

大米样品，打碎过100目筛，称取0.2 g~0.3 g，加入少量的水润湿，再加入1.0 mL优级纯的硝酸，置于120 ℃干燥箱中加热30分钟热浸提，取出后用0.01%曲拉通-100定容，涡旋振荡器振荡混匀。

注入一定量样品浸提液于原子吸收石墨炉分光光度计石墨炉中，电热原子化后吸收228.8 nm共振线，在一定浓度范围内，其吸光度值与镉含量成正比，采用标准曲线法定量。

**4 试剂和材料**

**4.1 材料**

**4.1.1**大米应符合GB /T 1354-2018 的要求。

**4.1.2** 水为GB/T 6682规定的二级水。

**4.1.3** 所用玻璃仪器均需以硝酸（1+4）浸泡24 h以上，用水反复冲洗，最后用去离子水冲洗干净。

**4.2 试剂**

**4.2.1**硝酸（HNO3)：优级纯。

**4.2.2** 曲拉通X-100(Triton X-100)。

**4.2.3**磷酸二氢铵（NH4H2PO4）：优级纯。

**4.3 试剂配制**

**4.3.1**曲拉通（0.01%）：称取0.01 g，用水定容至100 mL。

**4.3.2**硝酸（1%）：取10.0 mL硝酸加入100 mL水中，稀释至1000 mL。

**4.3.3** 磷酸二氢铵（10 g/L）:称取1 g磷酸二氢铵，用1%硝酸溶解后，定容至100 mL。

**4.4标准品**

金属镉标准品，经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

**4.5 标准溶液配制**

**4.5.1** 镉标准储备液（1000 mg/L）:购买经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

**4.5.2** 镉标准使用液（100 ng/mL）:吸取镉标准储备液10.0 mL于100 mL容量瓶中，用硝酸溶液（1%）定容至刻度，如此经多次稀释成每毫升含100.0 ng镉的标准使用液。

**4.5.3** 镉标准曲线工作液：准确吸取镉标准使用液0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL于100 mL容量瓶中，用0.01%曲拉通X-100和硝酸溶液（1%）定容至刻度，即得到含镉量分别为0 ng/mL、1.0 ng/mL、2.0 ng/mL、3.0 ng/mL、4.0 ng/mL、5.0 ng/mL的标准系列溶液。

**5 仪器和设备**

**5.1**石墨炉原子吸收分光光度计。

**5.2**镉元素灯。

**5.3**分析天平：感量0.1 mg和1 mg。

**5.4**涡旋振荡器。

**5.5**鼓风干燥箱。

**5.6**纯水仪。

**6 分析步骤**

**6.1 试样制备**

大米样品，打碎过100目筛｡储存于洁净的塑料瓶中，并标明标记，室温下保存备用。

**6.2 试样浸提**

称取试样0.2 g~0.3 g（精确至0.0001 g），加入少量的水润湿，再加入1.0 mL优级纯的硝酸,置于120 ℃干燥箱中加热30分钟热浸提，取出后用0.01%曲拉通-100定容，涡旋振荡器振荡混匀。

**6.3 仪器参考条件**

根据所用仪器型号将仪器调至最佳状态｡仪器测定条件参考如下条件：

—波长228.8 nm，狭缝0.2 nm~1.0 nm；

—干燥温度分两步，第一步干燥温度稍低于试剂水的沸点，第二步干燥温度稍高于试剂水的沸点；

—加入基体改进剂的灰化温度为400 ℃~600 ℃；

—原子化温度1300 ℃~1800 ℃，原子化时间3 s~5 s；

—塞曼扣背景。

**6.4 标准曲线的制作**

将标准曲线工作液按浓度由低到高的顺序各取20 μL注入石墨炉，测其吸光度值，以标准曲线工作液的浓度为横坐标，相应的吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线并求出吸光度值与浓度关系的一元线性回归方程。

标准系列溶液应不少于5个点的不同浓度的镉标准溶液，相关系数不应小于0.995如果有自动进样装置，也可用程序稀释来配制标准系列。

**6.5试样溶液的测定**

于测定标准曲线工作液相同的实验条件下，吸取样品浸提液20 μL,注入石墨炉，测其吸光度值。带入标准系列的一元回归方程中求样品消化液中镉的含量，平行测定次数不小于两次。

**6.6基体改进剂的使用**

和样品浸提液一起注入5 μL基体改进剂磷酸二氢铵。

**7分析结果的表述**

试样中镉含量按式（1）进行计算：

X=

X —试样中镉含量，单位为毫克每千克（mg/kg)；

C —浸提液中镉含量，单位为纳克每毫升（ng/mL)；

CO —空白液中镉含量，单位为纳克每毫升（ng/mL)；

V —浸提液定容总体积，单位为毫升(mL)；

M —大米质量，单位为克（g）；

1000 —换算系数。

**8 精密度**

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过其算术平均值的10%。

**9 其他**

方法的检出限为0.001 mg/kg；方法的定量限为 0.003 mg/kg。