



# 中华人民共和国粮食行业标准

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

Inspection of grain and oils—Determination of lead in cereals—Diluted acid extraction coupled with graphite furnace atomic absorption spectrophotometer

2018-04-09 发布

2018-07-01 实施

---

国家粮食和物资储备局 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家粮食和物资储备局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会(SAC/TC 270)归口。

本标准起草单位：国家粮食局科学研究院、国家粮食局标准质量中心、农业农村部谷物品质监督检验测试中心、湖南省粮油产品质量监测中心、天津国家粮食质量监测中心、河北省粮油质量检测中心、吉林省粮油卫生检验监测站、上海国家粮食质量监测中心、厦门市粮油质量监督站、武汉市粮油食品中心检验站、黑龙江省粮油卫生检验监测站哈尔滨分站、长春市粮油卫生检验监测站、山西粮食质量监测中心、四川省粮油中心监测站、贵州国家粮食质量监测中心、云南国家粮食质量监测中心、吉林中储粮粮油质监中心有限公司、江西中储粮质量检测中心、北京农产品质量检测与农田环境监测技术研究中心。

本标准主要起草人：王松雪、周明慧、伍燕湘、张洁琼、陆美斌、杨卫民、覃世民、李旭、檀军锋、杨会宁、何志军、杨扬、闵光、张亚东、崔巍峰、范彩霞、唐懿、路遥、刘付英、乔岩、裴焯、陆安祥、陈曦。

# 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

## 1 范围

本标准规定了稀酸提取-石墨炉原子吸收法测定谷物中铅元素的原理、试剂和溶液、仪器和设备、分析步骤、结果计算和精密度。

本标准适用于小麦、玉米、稻谷等谷物原粮及碾磨制品中铅元素的测定。

本标准铅元素的检出限为 0.016 mg/kg, 定量限为 0.051 mg/kg。

## 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。凡是注日期的引用文件, 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 5490 粮油检验 一般规则

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

## 3 原理

试样粉碎后用稀硝酸振荡提取铅, 采用石墨炉原子吸收光谱仪测定, 标准曲线法计算样品中铅元素含量。

## 4 试剂和溶液

注: 除另有说明外, 所有试剂均为分析纯, 水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

### 4.1 试剂

4.1.1 硝酸( $\text{HNO}_3$ ): 优级纯。

4.1.2 硝酸钯 $[\text{Pd}(\text{NO}_3)_2]$ 水合物: 纯度为 99.9%。

### 4.2 试剂配制

4.2.1 0.5%硝酸溶液(体积分数): 取 0.5 mL 硝酸(4.1.1)定容至 100 mL。

4.2.2 1%硝酸(体积分数): 取 1.0 mL 硝酸(4.1.1)定容至 100 mL。

4.2.3 5%硝酸溶液(体积分数): 取 5.0 mL 硝酸(4.1.1)定容至 100 mL。

4.2.4 100 mg/L 硝酸钯: 将 0.1 g 硝酸钯以 0.5%硝酸溶液(4.2.1)溶解并定容至 1 000 mL。

### 4.3 标准品

铅元素标准溶液, 其质量浓度为 1 000 mg/L(或 500 mg/L), 也可按 GB/T 602 中规定的方法配制。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 标准储备液:将铅元素标准溶液(4.3)以 1%硝酸溶液(4.2.2)稀释至 100 μg/L。

4.4.2 标准工作液:将铅元素标准储备液(4.4.1)以 1%硝酸溶液(4.2.2)逐级稀释,配制为 40.0 μg/L 的铅标准工作液。

4.5 基质匹配液配制

将 0.05 mL 标准储备液(4.4.1)加入到 0.95 mL 谷物空白基体提取液中,配制为 5 μg/L 的铅元素基质匹配液。

注:谷物空白基体提取液按照 6.1.3 进行制备。

5 仪器和设备

注:所用玻璃仪器均需以硝酸(50%,体积分数)浸泡过夜,用水反复冲洗,最后用超纯水冲洗三遍后,晾干备用。

5.1 粉碎机:粉碎粒径可达 60 目。

5.2 原子吸收光谱仪:具石墨炉及铅空心阴极灯。

5.3 振荡器。

5.4 离心机:具 10 mL 离心位,3 000 r/min。

5.5 分析天平:感量为 1 mg。

5.6 样品筛:孔径 0.25 mm(相当于 60 目);0.40 mm(相当于 40 目)。

6 分析步骤

6.1 样品处理

6.1.1 打样与分样:按 GB/T 5491 执行,在采样过程中,应防止样品污染。

6.1.2 样品粉碎:将具有代表性的样品粉碎,玉米及其碾磨加工品需全部通过 60 目筛,稻谷(以糙米计)和小麦及其碾磨加工品需全部通过 40 目样品筛,混匀。

6.1.3 样品制备:准确称取经过粉碎的 0.200 g 样品于 10 mL 离心管中,加入 2.0 mL 5%硝酸溶液(4.2.3),盖盖后充分混匀 15 min,以水稀释 1 倍~5 倍,再次充分混匀后,3 000 r/min 离心或者静置 5 min 后取上清液进行上机检测,同时做试剂空白。

6.2 测定

6.2.1 仪器参考条件:谱线 283.3 nm;狭缝:0.8 nm;灯电流:4.0 mA;灯类型:HCl;PMT:365.0 V;磁场模式:2 磁场;AZ 时间:3.0 s;积分时间:3.0 s;背景校正为塞曼模式。石墨炉升温程序见表 1。

注:本信息为参考信息,凡满足本标准方法性能的仪器均可使用。

表 1 石墨炉升温程序

步数	温度 ℃	速率 ℃/s	保持时间 s	
1	干燥	90	5	20
2	干燥	105	3	20

表 1 (续)

步数		温度 ℃	速率 ℃/s	保持时间 s
3	干燥	110	2	10
4	灰化	850	250	20
5	调零	850	0	4
6	原子化	1 500	1 400	4
7	除残	2 300	500	4

6.2.2 标准工作曲线绘制:利用基质匹配标准加入校准法绘制标准工作曲线,使用仪器自动进样器按照表 2 进行稀释,若仪器无自动稀释功能,则以标准工作液分别配制浓度为 0 μg/L、8.0 μg/L、16.0 μg/L、24.0 μg/L、32.0 μg/L、40.0 μg/L 的标准溶液,分别取 15 μL 作为标准加入液,加入到 15 μL 基质匹配液中并注入石墨炉,测得其吸光值并得到吸光值与浓度关系线性回归方程,要求线性相关系数( $R^2$ ) > 0.995。

表 2 进样程序

标样		体积/μL			表观标准 溶液浓度 μg/L
序号	名称	标准工作液	基质匹配液	H <sub>2</sub> O	
1	空白	0	0	15	
2	基质匹配液	0	15	15	0
3	基质匹配液加标 1	3	15	12	8
4	基质匹配液加标 2	6	15	9	16
5	基质匹配液加标 3	9	15	6	24
6	基质匹配液加标 4	12	15	3	32
7	基质匹配液加标 5	15	15	0	40

6.2.3 试样测定:分别吸取试样和试剂空白各 15 μL,连同 15 μL H<sub>2</sub>O 注入石墨炉(或使用自动进样器),测得其吸光值,代入标准系列的回归方程中求得样液中铅的含量。

6.2.4 基体改进剂的使用:绘制标准曲线和测定样品时,进样时须同注入 5 μL 浓度为 100 mg/L 的硝酸钡作为基体改进剂,消除干扰。

## 7 结果计算

检测结果按式(1)进行计算:

$$X = \frac{(A_1 - A_2 + A_0) \times V \times N \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

其中:  $A_0 = \frac{b}{a} \dots\dots\dots(2)$

式中:

X 试样中铅的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

- $A_1$  ——测定样品上清液中铅的含量,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );
- $A_2$  ——空白液中铅的含量,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );
- $A_3$  ——基质匹配液中铅的计算浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );
- $V$  ——样品定容体积,单位为毫升(mL);
- $N$  ——样品稀释倍数;
- 1 000 换算系数;
- $m$  ——样品称样质量,单位为克(g);
- $b$  ——标准工作曲线截距;
- $a$  标准工作曲线斜率,单位为升每微克(L/ $\mu\text{g}$ )。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,并保留两位有效数字。

## 8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

---