



T/CAIA

中国分析测试协会标准

T/CAIA/SH012-2020

**稻米 镉的测定 等离子体固样直接分析
发射光谱法**

Rice —Determination of cadmium

**—Direct solid sample analysis using plasma jet atomic
emission spectrometry**

2020-12-25 发布

2021-1-31 实施

中国分析测试协会发布

目录

前言.....	3
1. 范围.....	4
2. 规范性引用文件.....	4
3. 方法提要.....	4
4. 仪器与设备.....	5
5. 取样和制样.....	5
6. 仪器准备与操作步骤.....	6
7. 筛检步骤.....	6
8. 结果表述.....	8
9. 检出限、定量限和精密度.....	9
附录 A.....	10
附录 B.....	11
附录 C.....	13

前言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由中国分析测试协会标准化委员会提出并归口。

本标准起草单位：成都西奇仪器有限公司，中国检验检疫研究院，国家粮食与物资储备局科学研究院，四川绵阳质检所，成都艾立本科技有限公司。

本标准共同验证单位：北京市理化分析测试中心、四川合力新创环境监测有限公司、四川省中安检测有限公司、西北大学、四川大学、四川绵阳质检所。

本标准主要起草人：段忆翔，代渐雄，邹明强，谢刚，王霓，杨燕婷。

稻米 镉的测定

等离子体固样分析发射光谱法

1. 范围

本标准规定了由等离子体固样分析发射光谱法测定稻米中镉元素含量的筛选方法。本标准适用于稻米及制品（糙米、粳米及米粉）中镉元素含量的筛查。本标准包含了对大米中镉元素的快速测定，检出限 0.010 mg/kg，定量限 0.030 mg/kg。本标准也可用于稻米中镉元素含量的定量测定，定量测定范围 0.030 mg/kg ~ 1.280 mg/kg。

2. 规范性引用文件

下列文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注明日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是无注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定

GB 5009.268 食品安全国家标准食品中多元素的测定

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 5494 粮油检验 粮食、油料的杂质、不完善粒检验

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分：总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

3. 方法提要

净稻谷经脱壳后碾磨成米粉，简单混样、压片后置于样品盘中，固体样品经高能密度等离子体火焰直接作用并烧蚀后，获得固体样品中镉元素的发射光

谱，根据发射光谱强度与样品中镉元素含量的校正曲线进行测定。

4. 仪器与设备

4.1 等离子体固样分析发射光谱仪

（如使用 PJ10 粮食土壤重金属检测仪，仪器配置参数可参考附录 A。）

4.2 分样器或分样板。

4.3 实验室用砬谷机。

4.4 实验室用碾米机。

4.5 实验室用粉碎机。

4.6 实验室用混匀仪。

4.7 实验室用压片机。

5. 取样和制样

5.1 扦样与分样

按 GB/T 5490 和 GB/T 5491 执行

5.2 样品制备

将待测稻谷样品按 GB/T 5494 的方法除去杂质和破碎得到净稻谷粒，根据检测需要将净稻谷用实验室用砬谷机(4.3)、实验室用碾米机(4.4)、实验室用谷物粉碎机(4.5)制备成相应的糙米、精米或米粉烘干（104℃，2 小时）后作为测试样品备用。

5.2.1 糙米样品的制备

将净稻谷用实验室用砬谷机进行脱壳，取出糙米中的稻谷粒再次脱壳得到糙米粒，同时取出米糠中的糙米粒，一并并入糙米，装入样品袋备用。

5.2.2 精米样品的制备

将 5.2.1 得到的糙米粒用实验室用碾米机得到精米样品，装入样品袋备用。

5.2.3 米粉样品的制备

将 5.2.1 得到的糙米粒或 5.2.2 得到的精米粒用谷物粉碎机粉碎得到相应糙米粉或精米粉，烘干后选用标准筛（ ≥ 60 目）过筛后装入样品袋备用。

5.2.4 大米样品片的制备

取 0.15-0.50g ($\pm 3\%$) 由步骤 5.2.3 中得到的糙米粉或精米粉与相同质量的 ($\pm 3\%$) 氧化铝 (纯度 $>99.9\%$) 粉末于离心管中混合, 随后将离心管置于实验室用混匀仪 (4.6) 中混匀 60-120 秒。将混匀后的粉末取出用实验室用压片机 (4.7) 压片制得大米样品片备用。

6. 仪器准备与操作步骤

6.1 接通等离子体固样分析发射光谱仪 (4.1) 的电源, 按下开机按钮, 打开仪器检测软件, 软件自检完成后进入测试界面。

6.2 将标准稻米样品片和待测含镉元素稻米样品片有序放入样品盘中。

6.3 输入相应的样品信息后开始测试。

6.4 高温等离子体按预先设定的程序逐个烧蚀稻米样品片, 完成整个测量过程。

6.5 根据需要, 可通过标准品校准仪器。

7. 筛检步骤

7.1 稻米中镉元素含量的分类范围为:

不超标样品: 含量 ≤ 0.200 mg/kg

超标样品: 含量 > 0.200 mg/kg 且 ≤ 0.400 mg/kg

严重超标样品: 含量 > 0.400 mg/kg

7.2 快速准确筛检 (90 秒):

若测试结果显示镉元素的含量 < 0.159 mg/kg, 则判定样品中镉元素的含量 < 0.200 mg/kg (即不超标);

若测试结果显示镉元素的含量 ≥ 0.159 mg/kg 且 ≤ 0.241 mg/kg, 则判断疑似超标;

若测试结果显示镉元素的含量 > 0.241 mg/kg 且 < 0.341 mg/kg, 则判断超标;

若测试结果显示镉元素的含量 ≥ 0.341 mg/kg 且 ≤ 0.459 mg/kg, 则判断疑似严重超标;

若测试结果显示镉元素的含量 > 0.459 mg/kg, 则判断严重超标。

7.3 被判为可能超标的样品, 如有必要, 可采用 GB 5009.15 或 GB 5009.268 的方法进行进一步确认。

7.4 快速准确筛检步骤见图 1。

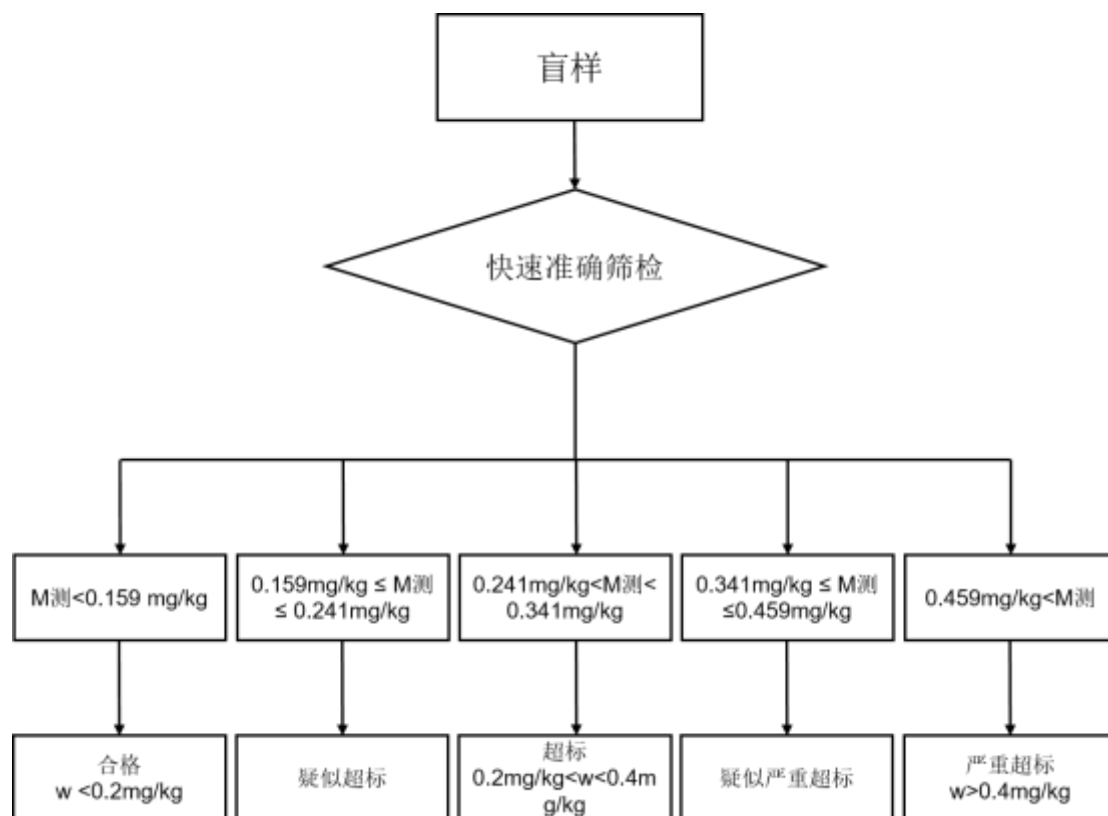


图 1 快速准确筛检步骤（注：w 是重复测定值的平均值）

8. 结果表述

根据仪器设计由以下任意一种方式表述结果均可

8.1 筛检结果判定

由仪器直接给出范围判定

含量 ≤ 0.200 mg/kg (不超标)

含量 > 0.200 mg/kg 且 ≤ 0.400 mg/kg (超标)

含量 > 0.400 mg/kg (严重超标)

8.2 数值表示

试样中镉元素含量以毫克每千克 (mg/kg) 表示，由仪器直接显示和读取。

采用本标准对样品中镉元素定量时，每个样品取多个测量点的平均值作为测量值，以确保测试结果具有足够的代表性。

9. 检出限、定量限和精密度

9.1 筛检方法的检出限和定量限

检出限 0.010 mg/kg;

定量限 0.030 mg/kg;

9.2 筛检方法的精密度

由 5 个实验室分别对 6 个水平的含镉元素大米样品进行测定, 每个实验室对每个水平的样品按 GB/T 6379.1 规定的重复性条件分别测定 6 次。所用试样列于附录 C 中。

对各个实验室报出的原始数据(测定值, 参见附录 B)按 GB/T 6379.2 进行统计分析, 精密度见表 1

表 1 精密度

元素	水平范围 w/(mg/kg)	重复性限 r	再现性限 R
Cd	0.030~0.990	$r=0.1098w + 0.0313$	$R = 0.1265w + 0.0330$
w 是重复测定值的平均值(含量)。			

9.2.1 重复性

在重复性条件下, 获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限 (r)

9.2.1 再现性

在再现性条件下, 获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限 (R)

附录 A

等离子体固样分析发射光谱仪的基本要求

A.1 配置

A.1.1 高能量密度等离子体源：风冷，功率 ≤ 200 w

A.1.2 光谱仪：分辨率优于 0.19 nm

A.1.3 样品盘：12 位样品盘，见图 A.1



图 A.1 12 位样品盘

A.2 仪器使用注意事项

测量样品前，选择一个已知样品检验仪器响应灵敏度的有效性。如上述样品镉元素分析结果处于该标准样品标准值的扩展不确定度范围内，则执行后续程序。否则需重新建立仪器响应灵敏度。

附录 B

筛检规则 (资料性附录)

B.1 规则说明

检测方法的临界差（95%置信度）符合：

(1)

其中 \bar{X} 为多次测量平均值， μ_0 为参照值（标准规定 0.200 mg/kg 为超标值，0.400 mg/kg 为严重超标值），R 为方法的再现性限，r 为方法的重复性限。对于现场快检而言，测量次数为 1 次，即 \bar{X} 为单次测量值。上述公式即可化简为公式

2

(2)

式中 X 为测量值，当 $X < \mu_0 - R$ 为不超标， $X > \mu_0 + R$ 为超标。介于两者之间则为可疑区间。

B.2 数值确定

按照这一原则，本标准对不同实验室、不同仪器和不同人员对系列样品的测量结果进行统计，计算出方法的重复性限 r 和再现性限 R 分别同含量间的相关性，得到 0.200 mg/kg、0.400 mg/kg 两个含量的数值，见表 B.1。

表 B.1 数值。

含量 w/(mg/kg)	(mg/kg) 90 秒快速准确定量
--------------	--------------------

0.200	0.041
0.400	0.059

附录 C

精密度实验数据表
(资料性附录)

表 C.1 精密度实验数据表

编号	认可值 w (mg/kg)	测定值 M (mg/kg)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)
1	0.03	0.035	0.034	0.036
2	0.11	0.117	0.042	0.044
3	0.22	0.202	0.052	0.057
4	0.41	0.397	0.089	0.094
5	0.62	0.597	0.091	0.115
6	0.99	0.992	0.141	0.154