

中华人民共和国粮食行业标准

**粮油检验 谷物中铅和镉快速同时测定 阳极溶出伏安法**

(征求意见稿)

编制说明

标准起草组

2023年3月

# 《粮油检验 谷物中铅和镉快速同时测定 阳极溶出伏安法》 编制说明

## 1. 工作简况

### 1.1 任务来源

#### 1.1.1 标准下达计划

根据国家粮食和物资储备局办公室《关于下达 2019 年第一批粮油行业标准制修订计划的通知》（国粮办发[2019] 192 号）要求，国家粮食和物资储备局科学研究院负责开展《粮油检验 谷物中铅镉快速同时测定 阳极溶出伏安法》标准制定工作。

#### 1.1.2 标准计划项目调整

标准立项时，名称为《粮油检验 谷物中铅镉快速同时测定 阳极溶出伏安法》，在标准研究过程中，经讨论，为进一步规范，将标准名称编辑性修改为《粮油检验 谷物中铅和镉快速同时测定 阳极溶出伏安法》。

#### 1.1.3 标准制修订的背景、必要性和重要意义

铅、镉污染是目前谷物中最严重的重金属污染问题之一。通过水-土壤-生物在自然界的循环以及食物链的传递，铅镉污染对粮食安全造成了极大威胁，同时也对人体造成了潜在危害。有研究表明，水稻是对镉等重金属吸收最强的大宗谷类作物，据不完全统计，中国 60% 以上的人口以大米为主食，谷物是人类每日必不可少的能量摄入来源，这一饮食习惯无疑增加了健康风险。研究表明，铅镉的半衰期长，在体内蓄积潜伏期长达 10-30 年之久，可造成贫血、肾功能紊乱、骨痛病等疾病的发生，甚至诱发癌症。其中，镉是联合国粮农组织（FAO）和世界卫生组织（WHO）公布的对人体毒性最强的重金属之一，我国发生的“镉大米”事件曾经给民众带来很大的恐慌，同时也敲响了重视谷物重金属污染的警钟。

我国国家标准 GB 2762（食品中污染物限量）规定，谷物镉含量 $\leq 0.2$  mg/kg、小麦镉含量 $\leq 0.1$  mg/kg，谷物铅含量 $\leq 0.2$  mg/kg 等。连续多年，谷物中的铅镉元素成为国家各级检验监测部门的例行监测指标，谷物样品在生产流通环节的监管力度大幅增加，监测任务较为艰巨，准确、灵敏、简便、快速的测定谷物中铅、镉含量成为迫切需求。

实现对谷物作物全链条多方位监管，快速检测、低成本检测是基础。目前，常见的谷物中铅、镉的检测方法主要有石墨炉原子吸收光谱法、电感耦合等离子体质谱分析法等，电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测试速度快，测定通量高，可实现多元素的同时测定，但该技术对人员的技术水平要求高，仪器采购成本高，维护成本高，各方面检测成本难以控制；而石墨炉原子吸收光谱法（GFAAS）是目前国内外普遍使用的检测手段，具有灵敏度高，检出限低，准确可靠等特点，但在实际检测过程中，针对谷物样品的限量，传统 GFAAS 在检测铅时，由于灵敏度低，需要增加样品的称样量，以保证铅的准确检出，而这给样品前处理增加了困难，也为后期检测增加了仪器负担；而 GFAAS 在检测镉时却恰好相反，镉的检测灵敏度过高，样品定容后往往需要经过多次稀释方可准确检测，增加了实验人员的工作量，同时，也给结果引入更多的不确定度，此外，传统的石墨炉原子吸收光谱法仅能针对铅、镉单元素进行测定，无法实现两元素的同时测定，不利于简单、快速、高效检测监测。与检测仪器相比，样品前处理的问题更加突出，湿法消化法、干法灰化法和微波消解法等经典的前处理技术虽然能准确提取样品中的重金属，但费时费力，步骤繁琐，消耗强腐蚀性酸和氧化试剂较多，需要较高的温度，增加了待测样品损失和被污染的风险与操作人员的安全隐患，尤其不适合于基层、现场使用和推广。为满足粮食收购现场重金属一步提取的实际需求，基于 XRF 技术的粮食重金属快速检测仪因操作步骤简单、检测时间短被广泛应用，而目前应用的 XRF 快速检测仪为多波长能量色散型 XRF，因发射谱线重合，铅砷检测存在互相干扰，导致此技术仅适合检测谷物中镉的含量，因此，建立安全、准确、快速、便于操作的谷物中铅镉同时测定的检测技术，对于在基层筛查、定量检测具有极大的应用价值。

本标准项目是建立了以阳极溶出伏安法为原理的电化学检测技术，通过简单的环保萃取前处理方法后施加一定电压，根据产生的电流值进行定量检测。该方法具有简单、快速、准确、环保的特点，符合现场快速检测的要求。本标准有助于提高谷物样品检测效率，降低检测成本，实现绿色安全高效监管。

## 1.2 协作单位

北京国贸东孚工程科技有限公司、中储粮江苏质检中心有限公司、北京市农林科学院质量标准与检测技术研究所、北京市粮油食品检验所、中国农业大学、武汉中科志康生物科技有限公司、福建省粮油质量监测所、开封市粮食质量检验

监测中心。

### **1.3 主要工作过程**

2019年5月，成立标准起草组，确定标准制修订方案和工作计划；

2019年5月—2022年6月，完成标准征求意见稿；

2022年7月—2022年7月，向北京市粮油食品检验所、安徽省粮油产品质量监督检测站、中储粮江苏质检中心有限公司、河北省粮油质量检测中心等定向征求意见，共收到27条意见；

2022年8月—2022年8月，向原粮及制品分技术委员会秘书处委员征求了意见，共收到3条意见；

2023年2月，申请通过国家粮食和物资储备局政府网站向社会公开征求意见。

### **1.4 标准主要起草人及其所做的工作等**

主要起草人为周明慧、王松雪、田巍、张洁琼、黄建立、高岩、袁华山、陆安祥、李辉、许文涛、伍燕湘、陈曦、孙玉婷、曾令文、耿丽娜等，周明慧负责方法的提出、研究思路的制定、研究工作的组织实施、标准文本审核、完善与技术把关等工作；王松雪负责标准调研、研究方案设计指导等工作；田巍负责标准具体研究工作的计划制定、实验的实施、标准方法的验证、标准文本的编写等工作；张洁琼、黄建立、高岩等负责标准方法的优化和验证，袁华山、陆安祥、李辉、许文涛、伍燕湘、陈曦、孙玉婷、曾令文、耿丽娜等其他起草人主要负责标准涉及到的样品准备、标准方法的验证等。

## **2. 标准编制原则和确定标准主要内容的论据**

### **2.1 编制原则**

本标准是按照 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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定进行本标准的编制。

### **2.2 标准主要内容**

本标准规定了谷物中铅和镉快速同时测定—阳极溶出伏安法的原理、试剂和材料、仪器和设备、样品制备、实验步骤、结果表述、精密度等内容。

本标准适用于大米、糙米、小麦、玉米等粮食中铅和镉含量的测定。

本标准方法第一法原理为样品经过稀酸提取，通过阳极溶出伏安法测定，采用基体匹配标准曲线法定量。

本标准方法第二法原理为样品经过稀酸提取，通过磁珠净化，采用阳极溶出伏安法测定，标准加入法定量。

本标准规定了测定谷物中铅和镉所需试剂，相关仪器用具的规格和型号。

结果表述确定了计算公式和结果判定等要求。

### 2.2.1 测定原理

一步提取法：试样经稀酸提取后，试样中铅、镉元素转移到酸性提取液中，采用丝网印刷电极，经特定电位沉积和特定电位区间内溶出，在溶出时获得溶出电流，该电流与被测重金属的含量成正比关系，采用基体匹配外标法定量。

磁珠净化法：试样提取液中的铅、镉离子与磁珠表面功能基团在特定条件下发生结合，利用酸性条件可以破坏此结合作用的原理，将吸附在磁珠上的铅、镉离子洗脱，洗脱液采用丝网印刷电极，经过电沉积过程和溶出过程，在溶出时获得溶出电流，与被测重金属的含量成正比，采用标准加入法定量。

### 2.2.2 适用范围

本标准适用于大米、糙米、小麦、玉米等粮食中铅和镉含量的测定。

### 2.2.3 标准研制的过程优化及验证

#### 2.2.3.1 一步提取法的市场调研

##### (1) 部分产品基本情况

对部分已经商业化的产品进行了初步调研，比较不同生产厂家产品的基本参数指标，从表 1 中可以看出，所有的同类型产品均可满足检测时间小于 30 min 的要求，检出限满足最大限量的要求，准确性良好，基本可以满足常见粮食及其制品的检测需求。

表 1 部分产品情况调研统计表

	检测原理	元素	称样量	提取液体积	时间	检出限	准确性	基体
A	阳极溶出伏安法	铅、镉	1 g	5 mL	13 min	0.02 mg/kg	80-120%	大米、糙米、小麦、玉米
B	阳极溶出伏安法	铅、镉	1 g	5 mL	15 min	镉: 0.03 mg/kg 铅: 0.10 mg/kg	80-120%	大米、糙米、小麦、玉米
C	阳极溶出伏安法	铅、镉	1 g	5 mL	14 min	0.02 mg/kg	80-125%	大米、糙米、小麦、玉米
D	阳极溶出伏安法	铅、镉	1 g	5 mL	13 min	镉: 0.05mg/kg	80-120%	大米、小麦

						铅: 0.10mg/kg		
E	阳极溶出伏安法	铅、镉	1 g	5 mL	14 min	0.02 mg/kg	80-120%	大米、糙米、小麦、玉米
F	阳极溶出伏安法	铅、镉	1 g	5 mL	14 min	0.02 mg/kg	80-120%	大米、小麦
G	阳极溶出伏安法	铅、镉	1 g	5 mL	14 min	0.02 mg/kg	80-120%	大米、糙米、小麦

## (2) 部分产品性能测评

为了验证方法的普遍适用性,对北京东孚久恒仪器技术有限公司、南京微测生物科技有限公司、南京腾森分析仪器有限公司、武汉中科志康生物科技有限公司等7家公司生产的同类型产品和方法进行了系统的实验和评估。采用三人测评模式,测试自然污染的质控样品/标准样品高、中、低三个浓度,各进行6个独立平行,计算回收率和相对标准偏差,以此来判断方法的准确性、稳定性以及在不同品牌仪器上的适用性。从图1中可以看出,参与评价的产品其回收率均在80~120%之间,镉的相对标准偏差小于10%,精密度小于30%,除品牌B外,铅的相对标准偏差小于12%,精密度小于30%。说明方法有可靠的准确度、稳定性和普遍适用性。

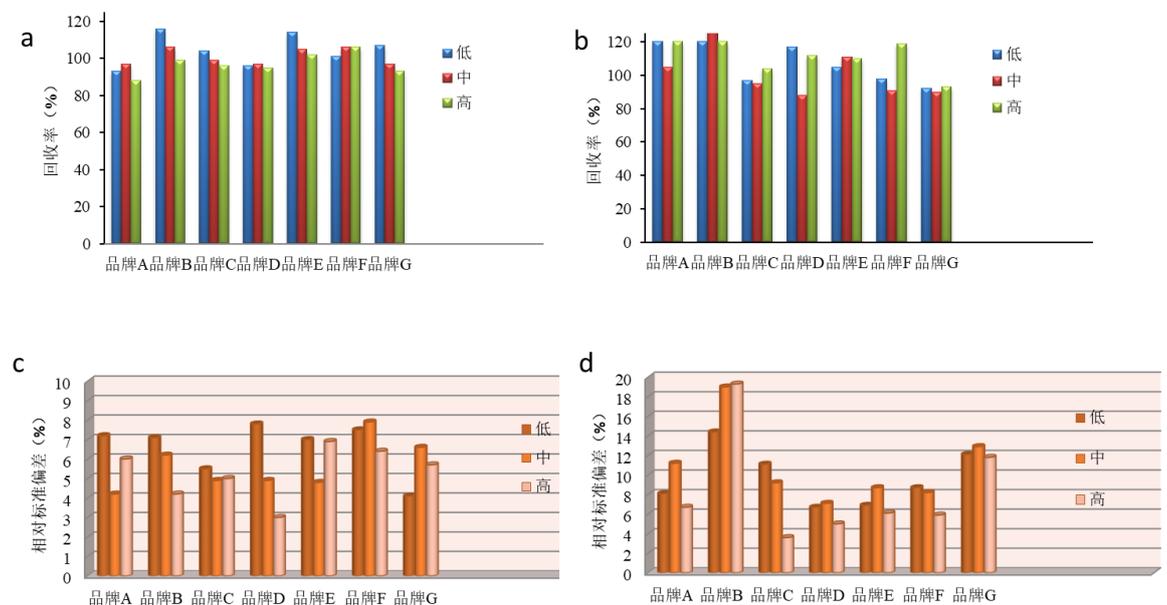


图1 同类型不同品牌对高中低浓度水平的检测回收率和相对标准偏差(a 镉元素回收率, b 铅元素回收率, c 镉元素相对标准偏差, d 铅元素相对标准偏差)

### 2.2.3.2 一步提取法的关键因素研究

### (1) 样品粒径的考察

样品的粒度与样品的均匀性有密切关系,在现场快速检测时,样品的研磨过程可能较为粗糙,为研究粒度对电化学信号的影响,选取了含量一定的样品混匀后均分4份,分别研磨成不同目筛(20目,40目,60目,80目)的糙米、小麦样品进行对比,当粒径为20目时,铅含量值偏低,当粒径大于等于40目时不同粒度样品的铅镉含量没有明显的区别,因此标准选择对粉状样品要求过40目筛。

### (2) 温度的考察

为考察温度对检测的影响,考察了在10℃、15℃、20℃、25℃、30℃下的测试情况,当温度低于20℃时回收率随温度上升而上升,当达到20℃以上时回收率基本保持不变。说明环境温度对实验结果有一定的影响,测试时应控制温度在 $25\pm 5^{\circ}\text{C}$ 范围内。

### (3) 提取率的考察

按照目前普遍采用的提取固液比1:5,提取时间为5min这一条件下,考察提取方法的提取效率。实验结果显示不同种类提取液对于同一样品的提取率有所差异,虽提取效率均达不到100%,且对不同基体、不同元素的提取效率也有所不同,但各自的提取效率相对保持稳定。

### (4) 定量方式的选择

一步提取法因样品提取液中含有干扰物质,产生约40%的信号抑制作用,因此采用针对每种基体相应的基体匹配标准曲线定量方式。米镉的标准曲线为 $Y=0.0005X-0.0402$ ,  $R^2=0.9915$ ,麦镉的标准曲线为 $Y=0.0004X-0.0088$ ,  $R^2=0.9916$ ,米铅的标准曲线为 $Y=0.0002X+0.0139$ ,  $R^2=0.9907$ ,麦铅的标准曲线为 $Y=0.0001X+0.0145$ ,  $R^2=0.9946$ 。

### (5) 检出限和定量限

取1个空白样品的20次测定结果进行计算,方法检出限(LOD)为测定值平均值加3倍标准偏差,定量限(LOQ)为测定值平均值加10倍标准偏差,方法检出限为0.04 mg/kg,定量限为0.09 mg/kg,满足检测需要。

## 2.2.3.3 磁珠净化法关键因素优化

### (1) 样品粒径的考察

为了考察样品粒径对实验结果的影响,考察了20目,40目,60目,80目的糙米、小麦样品,当粒径不低于40目时不同粒度样品的铅镉含量无显著性差

异，因此文本规定对粉状样品要求过 40 目。

### (2) 酸浓度的考察

研究考察了 1%~10% 浓度范围内硝酸对于糙米粉、小麦粉两种质控样品的浸提效果。结果显示，对于两种基体样品中的镉元素使用 1% 的硝酸浸提 5 min 即可浸提完全；而对于两种基体样品中的铅元素，浸提效率随酸度升高而提高，5% 硝酸浓度时浸提效果可达到理想状态。考虑丝网印刷电极对酸度的耐受性有限，因此采取 5% 浓度的硝酸进行浸提，以确保能够将样品中的镉和铅两种元素完全浸提。

### (3) 固液比的考察

为考察固液比的影响，考察了 1: 5, 1: 10, 1: 20, 1: 40 时提取率的变化，随着固液比增加，提取效率逐渐增加，当固液比为 1: 20 时，铅镉的回收率均可在 90%~100% 之间。因此选用固液比为 1: 20 作为提取条件。

### (4) 提取时间的考察

使用离心管混匀仪混匀提取不同时间 (3、5、8、10、15 min)，可以看出，随着时间增加，提取率一致呈上升趋势，当提取时间大于 8 min 时，提取率基本趋于稳定，且在 90%~110% 之间。因此选取 8 min 作为提取时间。

### (5) 磁珠的选择

比较了羟基、羧基、氨基等基团修饰的磁珠对重金属铅和镉的吸附效率，在含 25 ng/mL 的铅镉溶液中加入一定量的不同基团修饰的磁珠，发现氨基磁珠和羟基磁珠对镉几乎不吸附，对铅的吸附效率也比较差，而羧基磁珠对铅镉的吸附效率为 85%~115%，因此选用羧基磁珠作为吸附剂。

### (6) 吸附 pH 的考察

实验中比较了样品提取液在不同 pH 下吸附、洗脱完后在电化学仪上的响应差异性。在弱酸性环境中铅镉的电流信号最高，pH 过高或过低时信号偏低。所以选择在弱酸性时洗脱下的铅镉含量最高，因此确定吸附 pH 为 5.8~6.5。

### (7) 吸附时间的考察

前处理净化的过程实质是一种离子与活性位点间静电吸附的过程，符合准二级动力学模型，溶液中的金属离子在一定时间内与吸附材料的表面功能基团相互作用，在特定 pH 条件下结合在吸附材料表面。随吸附时间的增加，结合到吸附材料表面的离子越多，提取率越高，吸附 10 min 后，可以将溶液中的离子转移

到吸附材料。

#### (8) 洗脱时间的考察

根据吸附材料与重金属离子的作用原理，在酸性条件下，溶液中高浓度的 $H^+$ 离子竞争性结合吸附材料表面活性基团，优先占据吸附位点，导致原本结合在吸附材料上的金属离子被“挤”下来，重新回到游离离子状态。从数据结果上看2 min即可解吸完全，为了避免引入过高的酸度对检测带来不利影响，选择了用1%  $HNO_3$ 洗脱2 min。

#### (9) 定量方式的选择

因磁珠净化法经过了磁珠净化后得到较为干净的溶液，为了考察净化后的样品处理液与纯溶液的信号差异，以一定浓度的样品处理液和纯溶液的浓度为横坐标，以相应的电流值为纵坐标，镉标准曲线为 $Y=0.0234X+0.0087$ ， $R^2=0.9963$ ，铅标准曲线为 $Y=0.0131X+0.008$ ， $R^2=0.9949$ ，将实际样品的信号带入标准溶液标曲，样品测试回收率在80%~110%之间，因此可基本判定无基质影响。为最大程度消除快检产品台间差、检测通道差异，避免使用过程中内置标准曲线因各因素产生偏离，因此选用标准加入法。此定量方法除了不受基体干扰外，还可以溯源到有证标准溶液，更适合电化学方法的定量。

### 2.2.3.4 方法确认

#### (1) 线性范围、检出限和定量限

以系列梯度标准样品经前处理方法处理后检测，采用空白样品测试20次独立平行，根据平均值和标准偏差得到检出限和定量限。铅镉在各自线性范围内线性关系良好， $R^2$ 均大于0.998，检出限和定量限均可以满足检测需求。

#### (2) 准确性测试

阳极溶出伏安法与ICP-MS标准方法分别对4组样品进行检测，每个样品检测两次，采用配对t检验法比较两种方法的检测结果是否存在显著性差异。经查t分布表， $t_{(0.05,7)}=2.365$ ， $t_d \leq t_{(0.05,7)}=2.365$ ，说明阳极溶出伏安法的磁珠净化定量模式测定值与ICP-MS参考值之间无显著性差异。

#### (3) 重复性测试

采用阳极溶出伏安法对4组样品进行了重复性应用验证，经卡方检验，满足GB/T 4889-2008数据的统计处理和正态分布均值和方差的估计与检验要求，满足本标准检测产品精密度性能评价要求。

### 3. 主要试验（或验证）情况的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

#### 3.1 实际样品的应用验证

取不同实际样品，按要求粉碎处理后，采用一步提取法、磁珠净化法以及实验室方法（电感耦合等离子体质谱法，ICP-MS）三种方法测定，数据见表 2 和表 3。磁珠净化法的回收率，除一个低含量的铅样本外，其余均在 87.6%~117.4% 之间，相比下，一步提取法样品测试结果与 ICP-MS 检测结果偏离程度较高，除个别样本外，回收率在 70.2%~125.5% 之间，均能很好的判断出阳性样品。

表 2 镉的测试结果对比

样品 编号	实验室 ICP-MS	一步提取法		磁珠净化法	
	测定值(mg/kg)	测定值(mg/kg)	回收率%	测定值(mg/kg)	回收率%
2	0.217	0.239	110.1	0.235	108.3
3	0.656	0.563	85.9	0.575	87.6
17	0.302	0.301	99.6	0.322	106.4
19	0.588	0.582	99.0	0.525	89.2
23	0.463	0.513	110.9	0.425	91.9
24	0.146	0.223	153.1	0.142	97.1
200	0.173	0.184	106.3	0.191	110.3
202	0.158	0.198	125.5	0.168	106.5
205	0.210	0.224	106.7	0.225	107.3
210	0.196	0.220	112.2	0.209	106.4
DH	0.276	0.292	105.7	0.252	91.4

表 3 铅的测试结果对比

样品 编号	实验室 ICP-MS	一步提取法		磁珠净化法	
	测定值(mg/kg)	测定值(mg/kg)	回收率%	测定值(mg/kg)	回收率%
2	0.016	未检出	/	未检出	/
3	0.016	未检出	/	未检出	/
17	0.019	未检出	/	未检出	/
19	0.019	未检出	/	未检出	/
23	0.015	未检出	/	未检出	/
24	0.017	未检出	/	未检出	/
200	0.094	0.066	70.2	0.110	116.8
202	0.121	0.103	84.8	0.133	109.8
205	0.009	未检出	/	未检出	/
210	0.086	0.092	107.5	0.101	117.4
DH	0.064	0.078	122.7	0.084	131.9

### 3.2 实验室间联合验证

本方法除了在国家粮食和物资储备局科学研究院以外，在中储粮江苏质检中心有限公司、北京市农林科学院质量标准与检测技术研究所、北京市粮油食品检验所、中国农业大学、析致通标技术检测（北京）有限公司、福建省粮油质量监测所、开封市粮食质量检验监测中心等单位均进行了联合验证工作，返回数据 8 家。返回数据采用科克伦和格拉布斯（Grubbs）法检验，剔除离群值，根据情况处理歧离值后，计算谷物各水平的铅、镉总体平均值（ $m$ ），重复性限（ $r$ ）和再现性限（ $R$ ），统计结果详见表 4、表 5，此法测定不同基体谷物基体样品中含有的不同水平铅、镉元素，无离群数据和实验室，并且其都符合《食品法典委员会程序手册》（第二十版）中关于联合验证中 HorRat 在 2 之内的规定，此外，所有验证数据均在国家有证标准物质或者质控样品的定值范围之内，全面说明该方法测定结果准确可靠。

表 4 一步提取法实验室间比对试验统计结果

单位：mg/kg

参数	糙米粉-铅			全麦粉-铅			玉米粉-铅			糙米粉-镉			全麦粉-镉		
	低	中	高	低	中	高	低	中	高	低	中	高	低	中	高
实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
样品数量	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24
参加统计实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
离群实验室数目	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
所有可接受结果数量	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24
平均值, $m$ (mg/kg)	0.096	0.200	0.306	0.121	0.240	0.329	0.113	0.224	0.409	0.119	0.210	0.307	0.063	0.097	0.205
回收率, %	103.41	97.01	99.96	101.63	104.18	101.46	102.47	102.88	97.33	97.17	104.88	97.22	116.05	99.48	94.34
重复性标准偏差, $S_r$ (mg/kg)	0.009	0.011	0.013	0.010	0.012	0.018	0.013	0.026	0.020	0.009	0.013	0.021	0.006	0.007	0.004
重复性限, $r$ (mg/kg)	0.026	0.032	0.037	0.028	0.035	0.052	0.037	0.073	0.058	0.024	0.037	0.061	0.017	0.020	0.013
再现性标准偏差, $S_R$ (mg/kg)	0.017	0.017	0.019	0.015	0.024	0.027	0.021	0.026	0.040	0.012	0.027	0.038	0.008	0.013	0.025
再现性限, $R$ (mg/kg)	0.049	0.047	0.053	0.043	0.067	0.076	0.059	0.073	0.113	0.034	0.077	0.108	1.298	0.036	0.071
HorRat 值	0.79	0.41	0.32	0.58	0.50	0.43	0.83	0.58	0.53	0.46	0.65	0.65	0.51	0.58	0.61

表 5 磁珠净化法实验室间比对试验统计结果

单位：mg/kg

参数	糙米粉-铅			全麦粉-铅			玉米粉-铅			糙米粉-镉			全麦粉-镉		
	低	中	高	低	中	高	低	中	高	低	中	高	低	中	高
实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
样品数量	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24
参加统计实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8

离群实验室数目	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
所有可接受结果数量	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24	24
平均值, m (mg/kg)	0.103	0.213	0.306	0.117	0.220	0.308	0.109	0.218	0.395	0.120	0.207	0.302	0.062	0.097	0.199
回收率, %	110.42	103.61	100.08	98.23	95.70	95.06	99.16	100.08	94.12	98.04	103.37	95.42	114.71	100.04	91.63
重复性标准偏差, Sr (mg/kg)	0.005	0.012	0.014	0.008	0.008	0.018	0.007	0.013	0.019	0.006	0.008	0.015	0.003	0.004	0.010
重复性限, r (mg/kg)	0.014	0.034	0.039	0.022	0.022	0.051	0.020	0.037	0.054	0.018	0.022	0.041	0.008	0.011	0.027
再现性标准偏差, SR(mg/kg)	0.012	0.016	0.027	0.014	0.016	0.022	0.011	0.019	0.024	0.012	0.022	0.019	0.011	0.011	0.014
再现性限, R (mg/kg)	0.035	0.045	0.076	0.038	0.045	0.063	0.031	0.055	0.067	0.033	0.062	0.053	1.292	0.032	0.039
HorRat 值	0.53	0.38	0.46	0.53	0.36	0.38	0.45	0.45	0.33	0.45	0.53	0.33	0.76	0.51	0.35

同时,通过对验证结果进行进一步的分析可见,因一步提取法采取内置标准曲线法,且检测受室温环境的影响,长时间测试,对检测结果的重复性和稳定性均具有一定的影响。较一步提取法,磁珠净化法因采取标准加入法,检测结果受仪器和环境影响较小,因此具有更优的重复性(图2,3)和再现性(图4,5)。所以为使方法能更好的应用,在标准文本中对一步提取法的使用室温以及使用前仪器性能测试均进行了详细的规定。

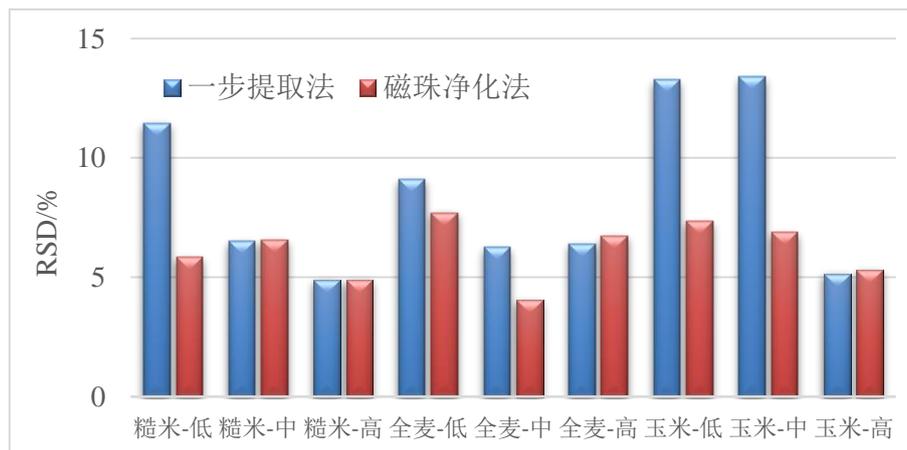


图2 不同前处理方法粮食中铅测试重复性比较

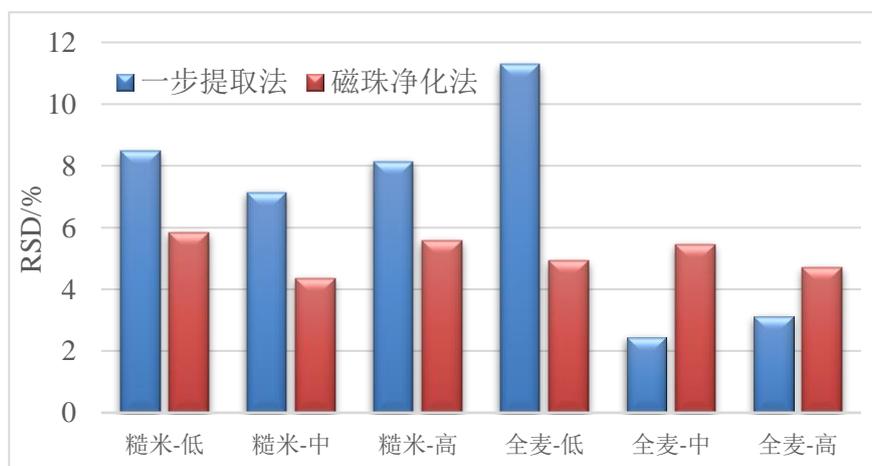


图3 不同前处理方法粮食中镉测试重复性比较

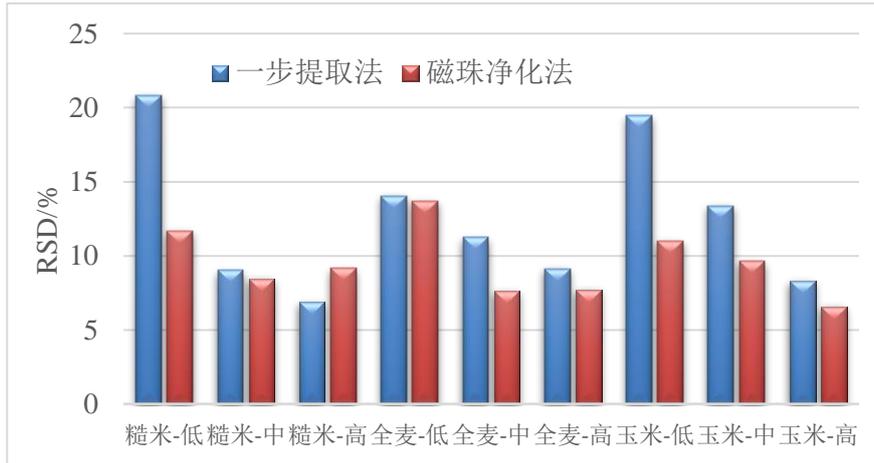


图 4 不同前处理方法粮食中铅测试再现性比较

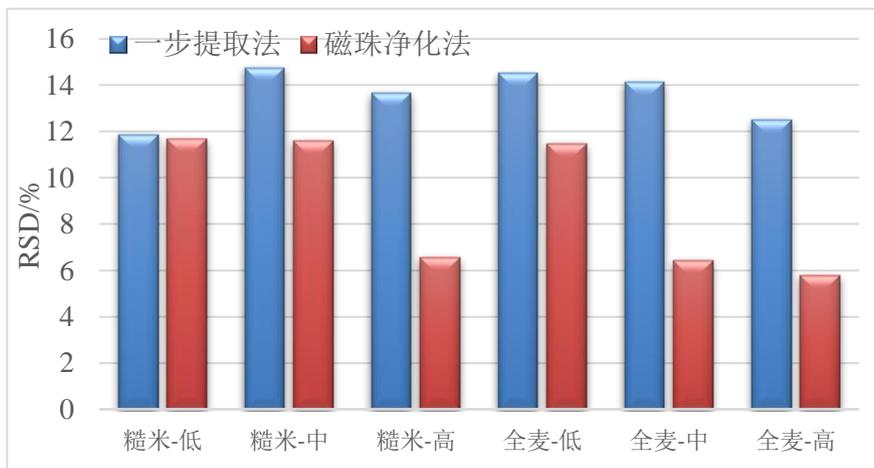


图 5 不同前处理方法粮食中镉测试再现性比较

#### 4. 与国际、国外对比情况

本方法具有较高精密度、准确性和特异性；同现行国标一致性较好。对于实际样品的前处理过程较为简单，一步提取法可在 15 min 内完成一个样品铅镉同时快速测定，磁珠净化法可在 25 min 内能完成一个样品铅镉同时准确测定，方法要求条件低，操作简单。

#### 5. 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准颁布实施，符合国家对于食品安全监控的法律、法规要求，针对谷物中重金属铅和镉的测定，符合现行的法律法规和强制性（国家、行业、地方）标准要求，适用于粮食收购现场铅镉元素的快速测定，是 GB5009 有关标准的有益补充。

**6. 重大分歧意见的处理经过和依据**

无。

**7. 标准作为推荐性标准的建议**

建议将本标准列为推荐性行业标准。

**8. 贯彻标准的要求和措施建议**

无。

**9. 废止现行有关标准的建议**

无。

**10. 其他应予说明的事项**

无。

**11. 附录**

无。

《粮油检验 谷物中铅和镉快速同时测定 阳极溶出伏安法》

粮食行业标准起草组

2023年3月11日