

LS

中华人民共和国粮食行业标准

LS/T XXXXX—XXXX

粮油检验 谷物中铅和总砷快速同时测定

Inspection of grain and oils- Rapid determination of lead and arsenic in grain

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家粮食和物资储备局 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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家粮食和物资储备局提出。

本文件由全国粮油标准化技术委员会（SAC/TC 270）归口。

本文件起草单位：北京市食品检验研究院（北京市食品安全监控和风险评估中心）、国家粮食和物资储备局科学研究院、长沙开元弘盛科技有限公司、苏州佳谱科技有限公司、湖南省粮油产品质量监测中心、广东省粮食科学研究所有限公司、中储粮质检中心有限公司、福建省粮油质量监测所、中储粮镇江质检中心有限公司、云南省粮油科学研究院（云南省粮油产品质量监督检验测试中心）、西藏自治区粮食局粮油中心化验室。

本文件主要起草人：李辉、陈曦、许诺、张洁琼、周明慧、刘红梅、王松雪、姜友军、倪小英、陈威、郭玉垚、张榴萍、周世龙、冯礼、王晶晶、高寒、宋础、王淑春、路露、林滢、刘付英、白玛卓玛、王思威。

粮油检验 谷物中铅和总砷快速同时测定

1 范围

本文件描述了固体进样电热蒸发原子荧光光谱法和单色聚焦能量色散型X射线荧光光谱法快速同时测定谷物中铅和总砷含量的方法。

本文件适用于稻谷、大米、小麦、玉米等谷物及其制品中铅和总砷含量的同时测定。

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/T 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

LS/T 6402 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

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

单色聚焦能量色散型X射线荧光光谱法 Monochromatic Focusing Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry

利用原级X射线光子经双曲面弯晶衍射后得到单色化、聚焦化的特定能量激发X射线，照射到样品使之产生特征X射线荧光（次级X射线），通过探测不同特征X射线能量位置及强度进行定性和定量分析的方法。

4 固体进样电热蒸发原子荧光光谱法（第一法）

4.1 原理

试样粉碎后导入电热蒸发器，在富氧气氛下经干燥、燃烧去除水分和分解有机物，同时在线保留铅、砷的氧化物；在富氢气流中经高温热解释放出的铅、砷进入氢火焰中原子化，空心阴极灯发射的特征谱线激发铅、砷原子，各元素发射原子荧光强度与样品中元素浓度成正比，外标法定量。

4.2 试剂和材料

4.2.1 铅标准物质：经国家认证并授予标准物质证书的谷物基质含铅标准粉状物质，可直接绘制标准曲线。

4.2.2 总砷标准物质：经国家认证并授予标准物质证书的谷物基质含总砷标准粉状物质，可直接绘制标准曲线。

4.3 仪器和设备

4.3.1 固体进样电热蒸发原子荧光光谱仪：配备铅和砷的空心阴极灯。仪器的准确性、重复性、台间差等性能指标与现行有效的国家标准方法比较应满足 LS/T 6402 的规定。

4.3.2 谷物粉碎机：可使试样粉碎后全部通过 60 目（筛网孔径 0.250 mm）试验筛。

4.3.3 分析天平：感量为 0.1 mg。

4.3.4 砻谷机。

4.4 试样制备

4.4.1 扦样与分样

按GB/T 5491执行，在采样过程中，应防止样品污染。

4.4.2 试样粉碎

取具有代表性的样品约 50 g~100 g 进行粉碎，混匀后室温保存备用。稻谷样品使用砻谷机（4.3.4）脱壳制成糙米，再进行粉碎。

4.5 测定

4.5.1 仪器条件和分析程序

固体进样电热蒸发原子荧光光谱仪仪器参考条件和分析程序见附录A。

4.5.2 空白测定

按照4.5.1推荐的仪器参数条件和分析程序对未加样品的空舟进行空白测定，测定值应低于方法定量限。

4.5.3 标准曲线绘制

准确称取 0.02 g~0.12 g（精确至 0.1 mg）不同质量的谷物基质标准物质（4.2）于样品舟中，参考4.5.1推荐的仪器参数条件和分析程序进行测定，以铅、砷的质量（ng）为横坐标，以其对应的信号响应值为纵坐标，分别绘制铅、砷的标准曲线，相关系数R大于0.995。可选择不同含量、不同基质的谷物标准物质分别绘制铅和砷的标准曲线，铅、砷的质量梯度范围 0 ng~50 ng。

注：可根据仪器的灵敏度、试样中铅、总砷的实际含量及不同仪器型号确定标准曲线横坐标中铅、砷的质量。

4.5.4 试样测定

准确称取 0.1 g 试样（精确至 0.1 mg）于样品舟中，参考4.5.1推荐的仪器参数条件和分析程序对试样进行测定。如测得的试样中铅、总砷含量超出标准曲线范围，在保证样品均匀性的条件下，可在 0.05 g~0.1 g 范围内调整取样量。

4.6 结果计算和表述

试样中待测元素含量按公式（1）计算：

$$X = \frac{m_i}{m \times 1000} \cdots \cdots \cdots (1)$$

式中：

X ——试样中待测元素的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

m_i ——由标准曲线计算所得的测试样中待测元素的质量，单位为纳克（ng）；

m ——试样称取的质量，单位为克（g）；

1000——换算系数。

试样中待测元素的含量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。待测元素含量大于或等于 0.1 mg/kg 时，测定结果保留三位有效数字；待测元素含量小于 0.1 mg/kg 时，测定结果保留两位有效数字。

4.7 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应超过算术平均值的20%。

4.8 其他

本方法测定谷物中铅的检出限为0.02 mg/kg，定量限为0.05 mg/kg；总砷的检出限为0.02 mg/kg，定量限为0.05 mg/kg。

5 单色聚焦能量色散型 X 射线荧光光谱法（第二法）

5.1 原理

试样经单色聚焦化后的X射线激发，得到样品中铅和总砷元素的特征X射线荧光，在一定浓度范围内，该X射线荧光信号强度与铅和总砷含量成正比，采用外标法定量。

5.2 试剂和材料

5.2.1 铅标准物质：经国家认证并授予标准物质证书的谷物基质含铅标准粉状物质，可直接绘制标准曲线。

5.2.2 总砷标准物质：经国家认证并授予标准物质证书的谷物基质含总砷标准粉状物质，可直接绘制标准曲线。

5.3 仪器和设备

5.3.1 单色聚焦能量色散型 X 射线荧光光谱仪：主要包括分析仪器主机和样品杯两部分，仪器工作原理及结构示意图见附录 B。仪器的准确性、重复性、台间差等性能指标与现行有效的国家标准方法比较应满足 LS/T 6402 的规定。

5.3.2 砻谷机。

5.3.3 谷物粉碎机：可使试样粉碎后全部通过 40 目（筛网孔径 0.425 mm）试验筛。

5.4 试样制备

5.4.1 扦样和分样

按GB/T 5491执行，在采样过程中，应防止样品污染。

5.4.2 试样粉碎

取具有代表性的样品约50 g~100 g进行粉碎，混匀后室温保存备用。稻谷样品使用砻谷机（5.3.2）脱壳制成糙米，再进行粉碎。

5.5 测定

5.5.1 仪器准备

5.5.1.1 仪器开机预热，或按照所用仪器的使用说明书要求进行准备，确认仪器处于正常状态。

5.5.1.2 定期采用含量在标准曲线线性范围内的标准物质验证仪器内置标准曲线的有效性，标准物质的测定值应处于标准值的扩展不确定度范围内，否则，需重新建立标准曲线，标准曲线线性范围满足 0.03 mg/kg~2 mg/kg，相关系数 R 大于 0.995。

5.5.2 试样测定

5.5.2.1 按照仪器使用说明书，取适量粉碎试样装入样品杯。

5.5.2.2 将样品杯正确放入仪器进样口，按照仪器测定程序在 600 s 内完成样品测量，测试过程中，进样口盖不能打开，直到测试结束。

注：不同仪器型号操作可能会略有不同，依照仪器使用说明中规定方法进行操作。

5.6 结果表述

X射线荧光光谱仪根据光谱信号强度自动计算并显示试样中的铅和总砷含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)。样品中待测元素的含量以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算数平均值表示，待测元素含量大于或等于0.1 mg/kg时，测定结果保留三位有效数字；待测元素含量小于0.1 mg/kg时，测定结果保留两位有效数字。

5.7 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应超过算术平均值的20%。

5.8 其他

本方法测定谷物中铅的检出限为0.03 mg/kg，定量限为0.10 mg/kg；总砷的检出限为0.02 mg/kg，定量限为0.06 mg/kg。

附 录 A
(资料性)

固体进样电热蒸发原子荧光光谱仪仪器参考条件和分析程序

A.1 参考条件

参见表A.1。

表 A.1 仪器参考条件

仪器参数	设置条件
主/辅阴极灯电流	铅40/40 mA、砷40/40 mA
PMT负高压	-500 V
原子化器	氢火焰
空气流量	300 mL/min~500 mL/min
氢气流量	250 mL/min~400 mL/min
燃烧炉温度	350 ℃~950 ℃
热解炉温度	950 ℃

A.2 分析程序

参见表A.2。

表 A.2 分析程序

序号	程序类型	时间 s	起始温度 ℃	升温速度 ℃/s	目标温度 ℃	数据采集	气体种类
1	干燥	30-60	室温	15	450	否	空气
2	燃烧	60-80	450	10	950	否	空气
3	热解/检测	50-100	950	0	950	是	空气+氢气

附 录 B
(资料性)

单色聚焦能量色散型 X 射线荧光光谱仪工作原理及仪器分析参考条件

B. 1 工作原理

参见图B. 1。

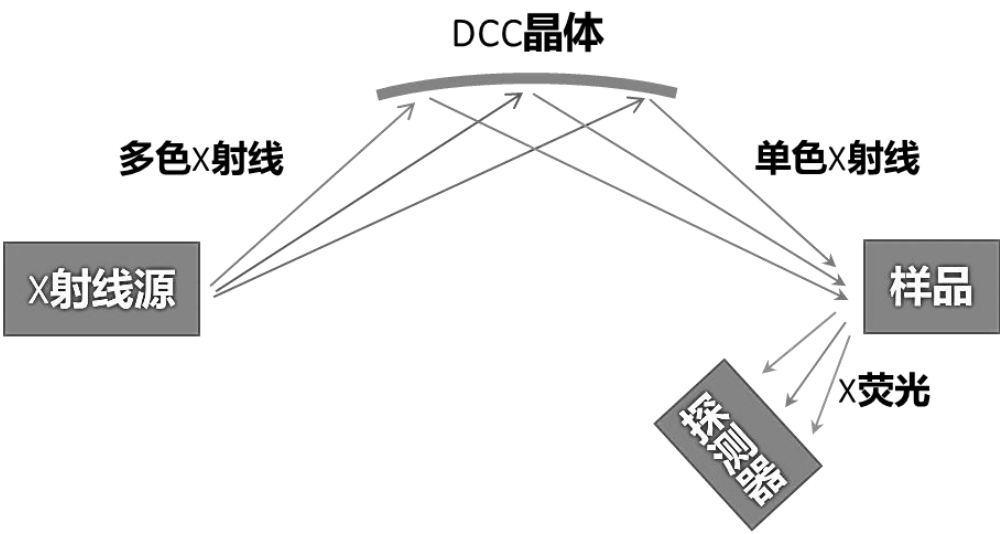


图 B. 1 仪器工作原理图

B. 2 参考条件

参见表B. 1。

表 B. 1 仪器分析参考条件

待测元素	管电压 kV	管电流 mA	晶体	滤光片	探测器	分析时间 s	介质
铅、总砷	50	0.5	LiF	无	FastSDD	600	空气