

T/ZNZ

浙江省农产品质量安全学会团体标准

T/ZNZ 411—2025

稻米中铅的快速测定 阳极溶出伏安法

Rapid determination of lead in rice – Anodic stripping voltammetry

2025 – 12 – 10 发布

2026 – 01 – 10 实施

浙江省农产品质量安全学会 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。

本文件由浙江省农产品质量安全学会提出并归口。

本文件起草单位：杭州市粮食收储有限公司、浙江中谷国家粮食储备库有限公司、浙江省粮油产品质量检验中心、深圳市苏创精密仪器有限公司、中国计量大学。

本文件主要起草人：余建国、陈晶、邵亮亮、周海军、吕晨泽、金志明、王彩玲、常亚飞、蒋俊浩、田帅东、章涛、唐凡、杜文凯、杜京霖、宁晖、章程、费淑君、李烨雁、赵金凤、崔春晓、张孟霜。

稻米中铅的快速测定 阳极溶出伏安法

1 范围

本文件规定了基于丝网印刷电极的阳极溶出伏安法快速测定稻米中铅元素含量的方法。

本文件适合于稻谷、糙米、大米中铅的快速测定。

本方法的定量限为:0.05 mg/kg。

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

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

采用稀硝酸提取-萃取净化技术,提取出稻米中的游离态铅元素,利用掩蔽剂对稻米中常见的铜、钙、镁、铁、亚铁等离子进行掩蔽后,通过丝网印刷电极对待测样品施加电压,富集溶液中的铅离子到电极表面并接收电子成为单质,再施加反向电压使电极表面的金属发生阳极溶出现象,检测过程中的伏安曲线,通过电压电流进行元素定性定量,计算待测样品中铅元素的总量。

5 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,实验用水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 硝酸:优级纯。

5.2 醋酸-醋酸钠-醋酸铵缓冲液:醋酸-醋酸钠-醋酸铵按照3:3:4的比例混合。

5.3 硫代硫酸钠。

5.4 亚硫酸钠。

5.5 提取液:吸取10 mL硝酸(5.1)加入50 mL水中,稀释至100 mL。

5.6 富集液:取100 mL缓冲液(5.2)加入2 g硫代硫酸钠(5.3)和2 g亚硫酸钠(5.4)混匀。

5.7 质控样品:具有确定铅元素含量的标准稻米样品,并具有标准物质证书。

6 仪器和设备

6.1 便携式重金属快速检测仪：具备阳极溶出伏安法检测功能，能够在 $-2\text{ V}\sim+2\text{ V}$ 范围内进行电压扫描并实时检测电流信号，电流信号的线性范围应包括 $0.05\text{ mg/kg}\sim2.00\text{ mg/kg}$ 的离子浓度范围。设备内置铅元素含量校准曲线，可将检测所得的电流值根据校准曲线直接计算出样品中铅元素的总量。设备具备配套一次性耗材丝网印刷电极，基底材料为PET，工作电极为碳电极，对电极为碳电极，参比电极为银/氯化银电极。

6.2 谷物筛选器：配选筛。

6.3 垄谷机。

6.4 粉碎机：配孔径 0.425 mm 尼龙筛。

6.5 微量移液器： $10\text{ }\mu\text{L}$ 、 $200\text{ }\mu\text{L}$ 、 $1000\text{ }\mu\text{L}$ 、 $5000\text{ }\mu\text{L}$ 。

6.6 涡旋振荡器：振荡频率 1400 r/min 。

6.7 离心机：转速不低于 4000 r/min 。

6.8 天平：感量为 0.01 g 。

7 测定步骤

7.1 扦样与分样

按GB/T 5491的规定扦取至少 1000 g 样品，并按照规定缩分到 50 g 。

7.2 试样的制备

取上述样品，除去杂质、脱壳制成糙米并粉碎至全部通过尼龙筛（6.4），混匀后贮存于样品瓶或袋中密闭保存。

7.3 试样前处理

称取 1.0 g （精确至 0.01 g ）待测样品加入 10.0 mL 离心管中，加入 5.0 mL 提取液（5.5），涡旋振荡 10 min ， 4000 r/min 离心 3 min ，取上清液，待测定。

7.4 仪器参考条件

7.4.1 清洗： -0.4 V ， 20 s ；

7.4.2 富集： -1.3 V ， 200 s ；

7.4.3 静止： -1.3 V ， 10 s ；

7.4.4 其他参数：电位窗口： -1.3 V 至 -0.6 V ；步进： 0.004 V ；振幅： 0.025 V ；频率： 15 Hz

7.5 样品测定

7.5.1 样品测定

准确移取 $200\text{ }\mu\text{L}$ 待测样品上清液（7.3）和 $800\text{ }\mu\text{L}$ 富集液（5.6）放入分析池，插入丝网印刷电极，测定电流值，由标准曲线获得铅元素的质量（ m_A ）。

7.5.2 质量控制

用质控样品（5.7）按照 7.3 进行处理，按照 7.5.1 的方法进行检测。

如误差大于 20%，应排查原因并消除故障。

8 结果计算和表示

试样中铅含量按式（1）进行计算：

$$X = \frac{m_A}{m} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —— 试样中铅的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

m_A —— 试样中铅的质量，单位为毫克（mg）；

m —— 试样的质量，单位为克（g）。

两个平行测定结果之差的绝对值符合重复性要求时，以其平均值为测定结果。计算结果保留2位有效数字。

9 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20%。

10 定量限

依照本文件的方法称取1.0 g试样进行检测，铅元素的定量限为0.05 mg/kg。