ICS 67.180.20
CCS X 11

中华人民共和国国家标准

GB/T 20380.4—××××
代替 GB/T 20380.4—2006

淀粉及其制品　重金属含量 第4部分：石墨炉原子吸收光谱法测定镉含量

Starch and derived products—Heavy metals content—Part 4：Determination of cadmium content by Graphite atomic absorption spectrometry

（ISO 11212-4：1997，Starch and derived products—Heavy metals content—Part 4：Determination of cadmium content by atomic absorption spectrometry with electrothermal atomization，MOD）

××××-××-×× 发布　　××××-××-×× 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

目　　次

前言……Ⅲ
引言……Ⅴ
1　范围……1
2　规范性引用文件……1
3　术语和定义……1
4　原理……1
5　试剂和材料……1
6　仪器和设备……2
7　分析步骤……2
8　分析结果的表述……3
9　精密度……3
10　试验报告……4
附录 A（资料性）　微波消解升温程序和石墨炉原子吸收光谱法仪器参考条件……5

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。

本文件是 GB/T 20380《淀粉及其制品　重金属含量》的第 4 部分。GB/T 20380 已经发布了以下部分：

——第 1 部分：原子荧光光谱法测定砷含量；

——第 2 部分：原子荧光光谱法测定汞含量；

——第 4 部分：石墨炉原子吸收光谱法测定镉含量。

本文件代替 GB/T 20380.4—2006《淀粉及其制品　重金属含量　第 4 部分：电热原子吸收光谱法测定镉含量》，与 GB/T 20380.4—2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 更改了标准适用范围，适用范围为淀粉及其制品、衍生物和副产物（见第 1 章，2006 年版的第 1 章）；

b) 更改了硝酸钯溶液的浓度（见 5.2.3，2006 年版的 4.3）；

c) 更改了试样前处理方式为湿法消解和微波消解（见 7.2，2006 年版的 6.2）；

d) 增加了检出限和定量限（见 9.3）。

本文件修改采用 ISO 11212-4：1997《淀粉及其制品　重金属含量　第 4 部分：电热原子吸收光谱法测定镉含量》。

本文件与 ISO 11212-4：1997 相比，做了下述结构调整：

——增加了第 2 章，后续章条号顺延。

本文件与 ISO 11212-4：1997 的技术差异及其原因如下：

a) 更改了电热原子吸收光谱法为石墨炉原子吸收光谱法，规范方法名称；

b) 删除了“镉含量”术语和定义，其相关内容已在第 8 章阐述；

c) 用符合 GB/T 6682 规定的二级水替代了蒸馏水或纯洁水，并增加 GB/T 6682 为规范性引用文件（见第 5 章），以适应我国的技术条件，增加可操作性；

d) 用符合 GB/T 602 规定的标准溶液配制替代了金属或金属盐溶解制取（见 5.3），以适应我国的技术条件，增加可操作性；

e) 用湿法消解和微波消解替代了索氏提取消化（见 7.2），增加可操作性；

f) 结果报出单位以毫克每千克（mg/kg）替代了微克每千克（μg/kg）（见第 8 章），以配套我国限量标准要求，增加可操作性。

本文件做了下列编辑性改动：

——为与现有标准协调，将标准名称改为《淀粉及其制品　重金属含量　第 4 部分：石墨炉原子吸收光谱法测定镉含量》；

——纳入了 ISO 11212-4/Cor1：1997 的全部内容；

——删除了 ISO 11212-4：1997 的资料性附录 A“不同实验室间的试验结果”，并增加了资料性附录 A“微波消解升温程序和石墨炉原子吸收光谱法仪器参考条件”。

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。

本文件由中国商业联合会提出。

本文件由全国食用淀粉及淀粉衍生物标准化技术委员会（SAC/TC 552）归口。

本文件起草单位：江南大学、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）、浙大

宁波理工学院、杭州普罗星淀粉有限公司、中国商业联合会。

本文件主要起草人：洪雁、顾正彪、耿健强、李令金、仇丹、陈洁、李保英、林立、李辉、齐云肖、张秋月、鲁振。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2006 年首次发布为 GB/T 20380.4—2006；

——本次为第一次修订。

引　　言

本文件为淀粉及其制品、衍生物和副产物中典型的有毒有害元素的系列检测方法，其目的是为了科学的评价产品质量，建立风险管控体系，服务食品安全和淀粉产业发展。

考虑到淀粉及其制品中砷、汞和镉含量的检测过程中，在样品前处理、测定条件和检测准确性控制等方面存在显著差异，为便于标准的使用与执行，GB/T 20380《淀粉及其制品　重金属含量》将淀粉及其制品中砷、汞和镉含量的检测方法按元素划分为三个独立部分，共同构成完整的测定方法体系，拟由以下三个部分构成。

——第1部分：原子荧光光谱法测定砷含量。目的在于针对淀粉及其制品、衍生物和副产物等不同基质中砷的物理化学性质，建立适用的检测方法。

——第2部分：原子荧光光谱法测定汞含量。目的在于针对淀粉及其制品、衍生物和副产物等不同基质中汞的物理化学性质，建立适用的检测方法。

——第4部分：石墨炉原子吸收光谱法测定镉含量。目的在于针对淀粉及其制品、衍生物和副产物等不同基质中镉的物理化学性质，建立适用的检测方法。

淀粉及其制品　重金属含量
第4部分:石墨炉原子吸收光谱法测定
镉含量

1　范围

本文件描述了采用石墨炉原子吸收光谱法测定淀粉及其制品、衍生物和副产物中镉的方法。

本文件适用于淀粉及其制品、衍生物和副产物中镉的测定。

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 602　化学试剂　杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682　分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3　术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4　原理

试样消解处理后,经石墨炉原子化,在228.8 nm处测定吸光度。在一定浓度范围内镉的吸光度值与镉含量成正比,外标法定量。

5　试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为GB/T6682规定的二级水。

5.1　试剂

5.1.1　硝酸(HNO_3)。

5.1.2　高氯酸($HClO_4$)。

5.1.3　硝酸钯[$Pd(NO_3)_2$]。

5.2　试剂配制

5.2.1　硝酸溶液(5+95):量取50 mL硝酸,缓慢加入950 mL水中,混匀。

5.2.2　硝酸溶液(1+9):量取50 mL硝酸,缓慢加入450 mL水中,混匀。

5.2.3　硝酸钯溶液(0.2 g/L):称取0.02 g硝酸钯,加少量硝酸溶液(5.2.2)溶解后,用硝酸溶液(5.2.1)定容至100 mL,混匀。

注:采用硝酸钯配制基体改进剂时,关注镉本底值。

5.3 标准品

镉标准溶液(100 mg/L):国家有证标准样品/标准物质,或用已知纯度的金属或金属盐按 GB/T 602 配制。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 镉标准中间液(10 mg/L):准确吸取镉标准溶液(5.3)10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5.2.1)定容至刻度,混匀,于 2 ℃~8 ℃冰箱中避光保存,有效期为 12 个月。

5.4.2 镉标准使用液(0.1 mg/L):准确吸取镉标准中间液(5.4.1)1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5.2.1)定容至刻度,混匀。

5.4.3 镉标准工作液:分别准确吸取镉标准使用液(5.4.2)0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 和 3.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5.2.1)定容至刻度,混匀。此系列溶液镉的质量浓度分别为 0 μg/L、0.2 μg/L、0.5 μg/L、1.0 μg/L、2.0 μg/L 和 3.0 μg/L。临用现配。或采用仪器自动稀释。

注:镉标准工作液的质量浓度可适当调整。

6 仪器和设备

6.1 原子吸收光谱仪:配有石墨炉原子化器,附镉空心阴极灯。

6.2 电子天平:感量为 1 mg。

6.3 控温电热板:最高温度不低于 350 ℃,控温精度±5 ℃。或其他等效消解装置。

6.4 微波消解系统:配有聚四氟乙烯消解内罐。或等效消解装置。

6.5 高速粉碎机。

6.6 超声波清洗器。

注:玻璃器皿及聚四氟乙烯消解内罐均需以硝酸溶液(1+4)浸泡 24 h,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净。

7 分析步骤

7.1 样品处理

粉条、拉皮、薯渣等固体样品粉碎均匀;淀粉、麦芽糊精等粉状样品混匀;液体样品摇匀;密封保存备用。

7.2 试样前处理

7.2.1 微波消解

称取样品约 1.0 g(精确到 0.001 g)于微波消解罐中,加入 2.5 mL~3 mL 硝酸(消解内罐液体体积未满足仪器要求的,可用水补充),旋紧罐盖,按照微波消解仪的标准操作步骤进行消解(微波消解参考条件见附录 A 中表 A.1)。冷却至室温后取出,缓慢打开罐盖排气,将消解罐放在超声波清洗器中,超声 3 min~6 min 赶去棕色气体,用水将消化液转移至 10 mL 比色管或容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。同时做空白试验。

7.2.2 湿法消解

称取样品约 1.0 g(精确到 0.001 g)置于消解器皿中,加入 10 mL 硝酸和 0.5 mL 高氯酸,加热消解。初始设置温度 120 ℃左右,消解至黄烟冒尽后,升高温度至 180 ℃左右,保持 2 h~4 h。继续升高

温度至 210 ℃左右，直至消解液约 1.0 mL，呈澄清状态（若在这个过程中颜色变深，冷却后补加少量硝酸）。冷却后用水将消化液转移至 10 mL 比色管或容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。同时做空白试验。

7.3 仪器参考条件

仪器操作条件见表 A.2。可根据各自仪器性能调至最佳状态。

7.4 标准曲线的制作

按质量浓度由低到高的顺序分别取 20 μL 标准系列溶液（5.4.3）、5 μL 硝酸钯溶液（5.2.3）（可根据使用仪器选择最佳进样量），同时注入石墨管，原子化后测其吸光度值，以质量浓度为横坐标、吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线，得到回归方程。

7.5 试样溶液的测定

在测定标准曲线相同的试验条件下，分别吸取 20 μL 试样空白或试样溶液、5 μL 硝酸钯溶液（5.2.3）（可根据使用仪器选择最佳进样量），同时注入石墨管，原子化后测其吸光度值。根据标准曲线得到待测液中镉的质量浓度。若测定结果超出标准曲线范围，用硝酸溶液（5.2.1）稀释后测定。

8 分析结果的表述

试样中镉的含量按公式（1）计算。

$$X=\frac{(\rho-\rho_0)\times V\times f}{m\times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X ——试样中镉的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ρ ——试样溶液中镉的质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；

ρ_0 ——空白溶液中镉的质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；

V ——试样消化液的定容体积，单位为毫升（mL）；

f ——稀释倍数；

m ——试样称样量，单位为克（g）；

1 000 ——换算系数。

当镉含量大于或等于 0.1 mg/kg 时，计算结果保留 3 位有效数字；当镉含量小于 0.1 mg/kg，计算结果保留 2 位有效数字。

9 精密度

9.1 重复性

试样中镉含量大于 0.1 mg/kg 时，在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%；试样中镉含量小于或等于 0.1 mg/kg 且大于 0.01 mg/kg 时，在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 15%；试样中镉含量小于或等于 0.01 mg/kg 时，在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 20%。

9.2 再现性

试样中镉含量大于 0.1 mg/kg 时，在再现性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过

算术平均值的15%;试样中镉含量小于或等于0.1 mg/kg且大于0.01 mg/kg时,在再现性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的20%;试样中镉含量小于或等于0.01 mg/kg时,在再现性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的30%。

9.3 其他

当称样量为1.0 g、定容体积为10 mL时,本方法的检出限为0.002 mg/kg,定量限为0.004 mg/kg。

10 试验报告

试验报告应包括但不限于如下内容:

——样品名称及检验项目;

——测定方法及仪器型号;

——测定过程设定参数;

——试验中涉及的其他条件;

——试验得到的结果。

附 录 A
（资料性）
微波消解升温程序和石墨炉原子吸收光谱法仪器参考条件

微波消解升温程序的参考条件见表 A.1。

表 A.1 微波消解升温程序参考条件

步骤	设定温度/℃	升温时间/min	保温时间/min
1	120	5	5
2	160	5	10
3	190	5	25

石墨炉原子吸收光谱法仪器参考条件见表 A.2。

表 A.2 石墨炉原子吸收光谱法仪器参考条件

元素	波长 nm	狭缝 nm	灯电流 mA	干燥		灰化		原子化	
				温度 ℃	时间 s	温度 ℃	时间 s	温度 ℃	时间 s
镉	228.8	0.2～1.0	4～7	85～120	30～50	450～650	15～30	1 300～2 000	3～5