

DB21

辽 宁 省 地 方 标 准

DB21/T 2559—2016

食用菌培养基中总砷、总汞残留检测方法



2016 - 01 - 05 发布

2016 - 03 - 05 实施

辽宁省质量技术监督局 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 原理 1

4 试剂和材料 1

5 仪器和设备 2

6 分析步骤 2

7 分析结果的表述 2

8 精密度 3



前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由岫岩满族自治县产品质量监督检验所提出。

本标准由鞍山市质量技术监督局归口。

本标准起草单位：岫岩满族自治县产品质量监督检验所。

本标准主要起草人：陈国松、牛秀梅、蒋晓彤、张轶华、王丹、丁雪松、石入菲。



食用菌培养基中总砷、总汞残留检测方法

1 范围

本标准规定了食用菌培养基中总砷、总汞残留的测定方法。

本标准适用于食用菌培养基中总砷、总汞残留的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

总砷：试样经酸消解后，在酸性介质中，加入硫脲，使试样中砷还原为三价砷，再加入硼氢化钠或硼氢化钾，生成砷化氢，由氬气载入石英原子化器中分解为原子态砷，在特制砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光，其荧光强度在固定条件下与被测砷浓度成正比，与标准系列比较定量。

总汞：试样经酸消解后，在酸性介质中，试样中汞被硼氢化钠或硼氢化钾还原生成原子态汞，由氬气载入石英原子化器中，在特制汞空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光，其荧光强度在固定条件下与被测汞浓度成正比，与标准系列比较定量。

4 试剂和材料

除非另有规定，本方法所使用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 硝酸：优级纯。

4.2 硫酸：优级纯

4.3 过氧化氢（30%）。

4.4 硫酸+硝酸+水（1+1+8）：量取 10ml 硝酸和 10ml 硫酸缓缓倒入 80ml 水中，冷却后，小心混合。

4.5 硝酸溶液（1+9）：量取 10ml 硝酸，缓缓倒入 90ml 水中，混匀。

4.6 氢氧化钾溶液（5g/L）：取 5.0g 氢氧化钾，溶于水中，稀释至 1000ml，混匀。

4.7 硼氢化钾溶液（5g/L）：取 5.0g 硼氢化钾，溶于 5.0g/L 氢氧化钾溶液中，稀释至 1000ml，混匀。

4.8 硫脲溶液（50g/L）

4.9 硫酸溶液（1+9）：取 10 mL 硫酸慢慢加入 90 mL 水中。

4.10 汞标准储备液：此溶液每毫升含 1.0 mg 汞。

4.11 汞标准使用液：每次吸取汞标准储备液 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，加硝酸（3.5）至刻度。如此经多次稀释成每毫升含 10.0 ng，20.0 ng，40.0 ng，60.0 ng，80.0 ng 汞的标准使用液。

4.12 砷标准储备液：此溶液每毫升含 1.0 mg 砷。

5 仪器和设备

5.1 原子荧光光度计。

5.2 微波消解仪。

5.3 电子天平：感量为 1 mg。

6 分析步骤

6.1 试样预处理

6.1.1 在采样和制备过程中，应注意不使试样污染。

6.1.2 将样品磨碎，过 20 目筛，储于塑料瓶中，保存备用。

6.2 试样消解 微波消解法

称取 0.2g~0.5g 试样（精确到 0.001 g）于聚四氟乙烯内罐，加硝酸（3.1）2 mL~4 mL 浸泡过夜。再加过氧化氢（3.3）2 mL~3 mL（总量不能超过罐容积的 1/3）。盖好内盖，旋紧不锈钢外套，放入微波消解器，120℃~140℃ 保持 10min~15min，在箱内自然冷却至室温，将消化液移至 25 mL 容量瓶中，用水少量多次洗涤罐，洗液合并于容量瓶中并定容至刻度，混匀备用；同时作试剂空白。

6.3 测定

6.3.1 仪器条件：根据各自仪器性能调至最佳状态。参考条件：负高压 240V，灯电流 30mA，原子化气温度 300℃，高度 8.0mm，氩气流速 500ml/min。

6.3.2 标准曲线绘制：吸取上面配制的总砷、总汞标准使用液 10.0 ng/mL（或 μg/L），20.0 ng/mL（或 μg/L），40.0 ng/mL（或 μg/L），60.0 ng/mL（或 μg/L），80.0 ng/mL（或 μg/L）各 10 μL，测得其荧光强度并用浓度与荧光强度绘制标准曲线，求得一元线性回归方程。

6.3.3 试样测定：分别吸取样液和试剂空白液各 10 μL，测得其荧光强度求得样液中总砷、总汞含量。

7 分析结果的表述

试样中总砷、总汞含量按式（1）进行计算。

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times 1000}{m \times 1000 \times 1000}$$

式中：

X ——试样中总砷、总汞含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

c_1 ——测定样液中总砷、总汞含量，单位为纳克每毫升 (ng/mL)；

c_0 ——空白液中总砷、总汞含量，单位为纳克每毫升 (ng/mL)；

V ——试样消化液定量总体积，单位为毫升 (mL)；

m ——试样质量或体积，单位为克 (g)。

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，结果保留两位有效数字。

8 精密度

以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10%。

