

DB21

辽 宁 省 地 方 标 准

DB21/T 2560—2016

食用菌培养基中铅、铬、镉残留检测方法



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：石入菲、纪铭、张宇红、陈国松、张轶华、赵佩华、张美娜。



食用菌培养基中铅、铬、镉残留检测方法

1 范围

本标准规定了食用菌培养基中铅、铬、镉残留的测定方法。

本标准适用于食用菌培养基中铅、铬、镉残留的测定。

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

试样经酸消解后，注入原子吸收分光光度计石墨炉中，电热原子化后铅吸收283.3 nm 共振线，铬吸收357.9 nm 共振线，镉吸收288.8 nm 共振线，在一定浓度范围，其吸收值与铅、铬、镉含量成正比，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 过氧化氢（30%）。

4.3 硝酸（0.5 mol/L）：取 3.2 mL 硝酸加入 50 mL 水中，稀释至 100 mL。

4.4 磷酸二氢铵溶液（20 g/L）：称取 2.0 g 磷酸二氢铵，以水溶解稀释至 100 mL。

4.5 铅标准储备液：此溶液每毫升含 1.0 mg 铅。

4.6 铬标准储备液：此溶液每毫升含 1.0 mg 铅。

4.7 镉标准储备液：此溶液每毫升含 1.0 mg 铅。

4.8 铅标准使用液：每次吸取铅标准储备液 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，加硝酸（4.6）至刻度。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 铅的标准使用液。

4.9 铬标准使用液：每次吸取铬标准储备液 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，加硝酸（4.6）至刻度。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 铬的标准使用液。

4.10 镉标准使用液：每次吸取镉标准储备液 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，加硝酸（4.6）至刻度。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 镉的标准使用液。

5 仪器和设备

5.1 原子吸收光谱仪，附石墨炉及铅空心阴极灯，铬空心阴极灯，镉空心阴极灯。

5.2 天平：感量为 1 mg。

5.3 微波消解仪。

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~0.5 g 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（3.2）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，将消化液洗入 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。参考条件为波长铅 283.3 nm、铬 357.9 nm、镉吸收 288.8 nm，狭缝 0.2 nm~1.0 nm，灯电流 5 mA~7 mA，干燥温度 120℃，20 s；灰化温度 450℃，持续 15 s~20 s，原子化温度：1700℃~2300℃，持续 4 s~5 s，背景校正为氘灯或塞曼效应。

6.3.2 标准曲线绘制：吸取上面配制的铅、铬、镉标准使用液 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，注入石墨炉，测得其吸光值并求得吸光值与浓度关系的一元线性回归方程。

6.3.3 试样测定：分别吸取样液和试剂空白液各 10 μL，注入石墨炉，测得其吸光值，代入标准系列的一元线性回归方程中求得样液中铅、铬、镉含量。

6.3.4 基体改进剂的使用：对有干扰试样，则注入适量的基体改进剂磷酸二氢铵溶液（3.4）（一般为 5 μL 或与试样同量）消除干扰。绘制铅、铬、镉标准曲线时也要加入与试样测定时等量的基体改进剂磷酸二氢铵溶液。

7 分析结果的表述

试样中铅、铬、镉含量按式（1）进行计算。

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

式中：

- X——试样中铅、铬、镉含量，单位为微克每千克（μg/kg）；
- c₁——测定样液中铅、铬、镉含量，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- c₀——空白液中铅、铬、镉含量，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%。

