

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.12—2003
代替 GB/T 5009.12—1996

GB/T 5009.12—2003

食品中铅的测定

Determination of lead in foods

中华人民共和国
国家标准
食品中铅的测定
GB/T 5009.12—2003

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzchs.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 23 千字
2004年8月第一版 2004年8月第一次印刷

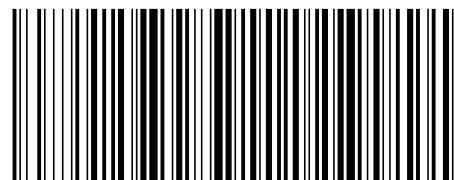
*

书号:155066·1-21416 定价 12.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.12-2003

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

29.3.3 液体试样:称取 2.0 g 试样于 50 mL 三角瓶中(含乙醇、二氧化碳的试样应置于 80℃ 水浴上驱赶)。加入 1 mL~10 mL 混合酸,于带电子调节器万用电炉上的低档位加热,以下步骤按 29.3.1“试样处理”项下操作,待测。

29.4 试样测定

于上述待测试样及试剂空白瓶中加入 10.0 mL 底液,溶解残渣并移入电解池。以下按 29.2“标准曲线绘制”项下操作。分别记录试样及试剂空白的峰电流,用标准曲线法计算试样中铅含量。

30 结果计算

试样中铅含量按式(6)进行计算。

$$X = \frac{(A - A_0) \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

X——试样中铅含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);

A——由标准曲线上查得测定样液中铅的质量,单位为微克(μg);

A₀——由标准曲线上查得试剂空白液中铅的质量,单位为微克(μg);

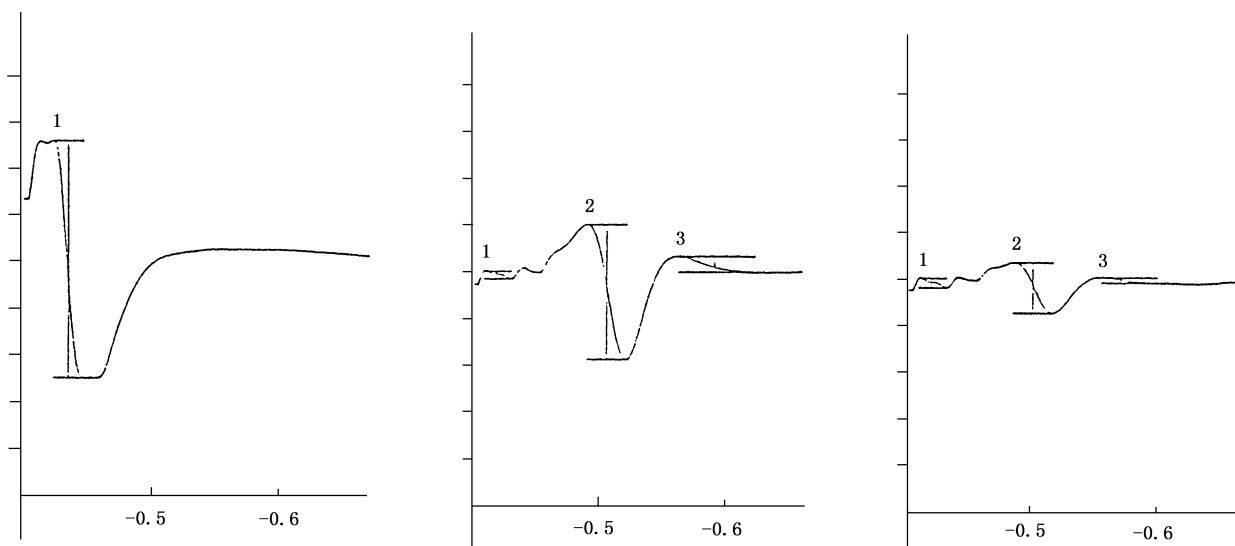
m——试样的质量或体积,单位为克或毫升(g 或 mL)。

31 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 5.0%。

32 试剂空白、铅标准及茶叶中铅极谱图

试剂空白、铅标准及茶叶中铅极谱图见图 1a)、图 1b)和图 1c)。



a) 试剂空白极谱图

b) 铅标准极谱图

c) 茶叶中铅极谱图

图 1

前 言

本标准代替 GB/T 5009.12—1996《食品中铅的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.12—1996 相比主要修改如下:

——修改了标准的中文名称,标准中文名称改为《食品中铅的测定》;

——按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分:化学分析方法》对原标准的结构进行了修改;

——增加了氢化物原子荧光光谱法作为第二法,单扫描极谱法作为第五法。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准第一法由上海市食品卫生监督检验所、中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所、浙江省医学科学院、北京市卫生防疫站、吉林省食品卫生监督检验所负责起草。

本标准第二法由北京进口食品卫生监督检验所、卫生部食品卫生监督检验所负责起草,四川省食品卫生监督检验所、北京市卫生防疫站参加起草。

本标准第三法由山西省卫生防疫站、湖南省卫生防疫站负责起草。

本标准第四法由卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准第五法由四川省卫生防疫站负责起草,卫生部食品卫生监督检验所、福州市卫生防疫站、攀枝花市卫生防疫站参加起草。

本标准第二法主要起草人:闫军、杨惠芬、强卫国、毛红。

本标准第五法主要起草人:向仕学、汤晓勤、韩宏伟、卢明章、李文最。

本标准于 1985 年首次发布,于 1996 年第一次修订,本次为第二次修订。

引 言

铅是一种具有蓄积性的有害元素,联合国粮农组织/世界卫生组织(FAO/WHO),食品法典委员会(CAC)1993年食品添加剂和污染物联合专家委员会(JECFA),建议每人每周允许摄入量(PTWI)为 $25\ \mu\text{g}/(\text{kg}\cdot\text{bw})$,以人体重 $60\ \text{kg}$ 计,即每人每日允许摄入量为 $214\ \mu\text{g}$ 。为了控制人体铅的摄入量,在食品监督领域中列为重要监测项目。GB 14935—1994《食品中铅限量卫生标准》中规定,铅的允许限量为乳类(鲜) $\leq 0.05\ \text{mg}/\text{kg}$;蛋类、蔬菜、水果 $\leq 0.2\ \text{mg}/\text{kg}$ 。现行国家标准 GB/T 5009.12 中的火焰原子吸收光谱法和二硫脲比色法的灵敏度均达不到该卫生标准的要求。石墨炉原子吸收光谱法灵敏度高,但该仪器价格昂贵,对基体复杂试样的测定产生严重的干扰,常对分析结果的准确性带来影响。本次修订提出氢化物原子荧光光谱法测定食品中的铅,以补充现行国家标准方法,该法灵敏度高,使用国产仪器,易推广应用。

计算结果保留两位有效数字。

25 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 10% 。

第五法 单扫描极谱法

26 原理

试样经消解后,铅以离子形式存在。在酸性介质中, Pb^{2+} 与 I^- 形成的 PbI_4^{2-} 络离子具有电活性,在滴汞电极上产生还原电流。峰电流与铅含量呈线性关系,以标准系列比较定量。

27 试剂

27.1 底液:称取 $5.0\ \text{g}$ 碘化钾, $8.0\ \text{g}$ 酒石酸钾钠, $0.5\ \text{g}$ 抗坏血酸于 $500\ \text{mL}$ 烧杯中,加入 $300\ \text{mL}$ 水溶解后,再加入 $10\ \text{mL}$ 盐酸,移入 $500\ \text{mL}$ 容量瓶中,加水至刻度(储藏于冰箱,可保存两个月)。

27.2 铅标准储备溶液:准确称取 $0.1000\ \text{g}$ 金属铅(含量 99.99%)于烧杯中,加 $2\ \text{mL}$ (1+1)硝酸溶液,加热溶解,冷却后定量移入 $100\ \text{mL}$ 容量瓶并加水至刻度,混匀(此溶液含铅为 $1.0\ \text{mg}/\text{mL}$)。

27.3 铅标准使用溶液:临时时,吸取铅标准储备溶液 $1.00\ \text{mL}$ 于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中,加水至刻度,混匀(此溶液含铅为 $10.0\ \mu\text{g}/\text{mL}$)。

27.4 混合酸:硝酸-高氯酸(4+1)。量取 $80\ \text{mL}$ 硝酸,加入 $20\ \text{mL}$ 高氯酸,混匀。

28 仪器

所用玻璃仪器均应用 10% 硝酸溶液浸泡过夜,用水反复冲洗,最后用蒸馏水洗干净,干燥备用。

28.1 极谱分析仪。

28.2 带电子调节器的万用电炉。

29 分析步骤

29.1 极谱分析参考条件

单扫描极谱法(SSP法)。选择起始电位: $-350\ \text{mV}$,终止电位: $-850\ \text{mV}$,扫描速度 $300\ \text{mV}/\text{s}$,三电极,二次导数,静止时间: $5\ \text{s}$ 及适当量程。在峰电位 $-470\ \text{mV}$ 处,记录铅的峰电流。

29.2 标准曲线绘制

准确吸取铅标准溶液 $0, 0.05, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40\ \text{mL}$ (相当于含 $0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0\ \mu\text{g}$ 铅)于 6 支 $10\ \text{mL}$ 比色管中,加底液至 $10.0\ \text{mL}$,混匀。将各管溶液依次移入电解池,置于三电极系统。按上述极谱分析参考条件下测定,分别记录铅的峰电流。以含量为横坐标,其对应的峰电流为纵坐标,绘制标准曲线。

29.3 试样处理

粮食、豆类等水分含量低的试样,去杂物后磨碎过 20 目筛;蔬菜、水果、鱼类、肉类等水分含量高的新鲜试样,用匀浆机制成匀浆,储于塑料瓶。

29.3.1 试样处理(除食盐、白糖外,如粮食、豆类、糕点、茶叶、肉类等):称取 $1.0\ \text{g}\sim 2.0\ \text{g}$ 试样于 $50\ \text{mL}$ 三角瓶中,加入 $10\ \text{mL}\sim 20\ \text{mL}$ 混合酸,加盖浸泡过夜。置带电子调节器万用电炉上的低档位加热。若消解液颜色逐渐加深,呈现棕黑色时,移开万用电炉,冷却,补加适量硝酸,继续加热消解。待溶液颜色不再加深,呈无色透明或略带黄色,并冒白烟,可高档位驱赶剩余酸液,至近干,在低档位加热得白色残渣,待测。同时作一试剂空白。

29.3.2 食盐、白糖:称取试样 $2.0\ \text{g}$ 于烧杯中,待测。