



中华人民共和国国家标准

GB 5009.12—2010

GB 5009.12—2010

食品安全国家标准 食品中铅的测定

National food safety standard

Determination of lead in foods

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准

食品中铅的测定

GB 5009.12—2010

*

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.spc.net.cn

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

2010年5月第一版 2010年5月第一次印刷

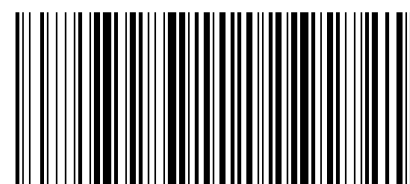
*

书号:155066·1-40156 定价 18.00 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 5009.12-2010

2010-03-26 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

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。

30.3.2 食盐、白糖:称取试样 2.0 g 于烧杯中,待测。

30.3.3 液体试样

称取 2 g 试样(精确至 0.1 g)于 50 mL 三角瓶中(含乙醇、二氧化碳的试样应置于 80 °C 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 30.3.1“试样处理”项下操作,待测。

30.4 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 30.2“标准曲线绘制”项下操作,极谱图参见附录 A。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。

31 分析结果的表述

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 ——试样中铅的含量,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);

A_0 ——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 ——试样质量或体积,单位为克或毫升(g 或 mL)。

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。

32 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%。

33 其他

本标准检出限:石墨炉原子吸收光谱法为 0.005 mg/kg;氢化物原子荧光光谱法固体试样为 0.005 mg/kg,液体试样为 0.001 mg/kg;火焰原子吸收光谱法为 0.1 mg/kg;比色法为 0.25 mg/kg;单扫描极谱法为 0.085 mg/kg。

前 言

本标准代替 GB/T 5009.12—2003《食品中铅的测定》。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 5009.12—1985、GB/T 5009.12—1996、GB/T 5009.12—2003。

24.2.1.2 蔬菜、水果:称取 25.00 g 或 50.00 g 洗净打成匀浆的试样(精确到 0.01 g),置于 250 mL~500 mL 定氮瓶中,加数粒玻璃珠、10 mL~15 mL 硝酸,以下按 24.2.2 自“放置片刻……”起依法操作,但定容后的溶液每 10 mL 相当于 5 g 样品,相当加入硫酸 1 mL。

24.2.1.3 酱、酱油、醋、冷饮、豆腐、腐乳、酱腌菜等:称取 10 g 或 20 g 试样(精确到 0.01 g)或吸取 10.0 mL 或 20.0 mL 液体样品,置于 250 mL~500 mL 定氮瓶中,加数粒玻璃珠、5 mL~15 mL 硝酸。以下按 24.2.2 自“放置片刻……”起依法操作,但定容后的溶液每 10 mL 相当于 2 g 或 2 mL 试样。

24.2.1.4 含酒精性饮料或含二氧化碳饮料:吸取 10.00 mL 或 20.00 mL 试样,置于 250 mL~500 mL 定氮瓶中,加数粒玻璃珠,先用小火加热除去乙醇或二氧化碳,再加 5 mL~10 mL 硝酸,混匀后,以下按 24.2.2 自“放置片刻……”起依法操作,但定容后的溶液每 10 mL 相当于 2 mL 试样。

24.2.1.5 含糖量高的食品:称取 5 g 或 10 g 试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL~500 mL 定氮瓶中,先加少许水使湿润,加数粒玻璃珠、5 mL~10 mL 硝酸,摇匀。缓缓加入 5 mL 或 10 mL 硫酸,待作用缓和停止起泡沫后,先用小火缓缓加热(糖分易炭化),不断沿瓶壁补加硝酸,待泡沫全部消失后,再加大火力,至有机质分解完全,发生白烟,溶液应澄清无色或微带黄色,放冷。以下按 24.2.2 自“加 20 mL 水煮沸……”起依法操作。

24.2.1.6 水产品:取可食部分样品捣成匀浆,称取 5 g 或 10 g 试样(精确至 0.01 g,海产藻类、贝类可适当减少取样量),置于 250 mL~500 mL 定氮瓶中,加数粒玻璃珠、5 mL~10 mL 硝酸,混匀后,以下按 24.2.2 自“沿瓶壁加入 5 mL 或 10 mL 硫酸……”起依法操作。

24.2.2 灰化法

24.2.2.1 粮食及其他含水分少的食品:称取 5 g 试样(精确至 0.01 g),置于石英或瓷坩埚中,加热至炭化,然后移入马弗炉中,500 °C 灰化 3 h,放冷,取出坩埚,加硝酸(1+1),润湿灰分,用小火蒸干,在 500 °C 烧 1 h,放冷。取出坩埚。加 1 mL 硝酸(1+1),加热,使灰分溶解,移入 50 mL 容量瓶中,用水洗涤坩埚,洗液并入容量瓶中,加水至刻度,混匀备用。

24.2.2.2 含水分多的食品或液体试样:称取 5.0 g 或吸取 5.00 mL 试样,置于蒸发皿中,先在水浴上蒸干,再按 24.2.8.1 自“加热至炭化……”起依法操作。

24.3 测定

24.3.1 吸取 10.0 mL 消化后的定容溶液和同量的试剂空白液,分别置于 125 mL 分液漏斗中,各加水至 20 mL。

24.3.2 吸取 0 mL,0.10 mL,0.20 mL,0.30 mL,0.40 mL,0.50 mL 铅标准使用液(相当 0.0 μg,1.0 μg,2.0 μg,3.0 μg,4.0 μg,5.0 μg 铅),分别置于 125 mL 分液漏斗中,各加硝酸(1+99)至 20 mL。于试样消化液、试剂空白液和铅标准液中各加 2.0 mL 柠檬酸铵溶液(200 g/L),1.0 mL 盐酸羟胺溶液(200 g/L)和 2 滴酚红指示液,用氨水(1+1)调至红色,再各加 2.0 mL 氰化钾溶液(100 g/L),混匀。各加 5.0 mL 二硫脲使用液,剧烈振摇 1 min,静置分层后,三氯甲烷层经脱脂棉滤入 1 cm 比色杯中,以三氯甲烷调节零点于波长 510 nm 处测吸光度,各点减去零管吸收值后,绘制标准曲线或计算一元回归方程,试样与曲线比较。

25 分析结果的表述

试样中铅含量按式(5)进行计算。

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 1\,000}{m_3 \times V_2 / V_1 \times 1\,000} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

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

m_1 ——测定用试样液中铅的质量,单位为微克(μg);

m_2 ——试剂空白液中铅的质量,单位为微克(μg);

食品安全国家标准

食品中铅的测定

1 范围

本标准规定了食品中铅的测定方法。

本标准适用于食品中铅的测定。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准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标准。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。

第一法 石墨炉原子吸收光谱法

3 原理

试样经灰化或酸消解后,注入原子吸收分光光度计石墨炉中,电热原子化后吸收 283.3 nm 共振线,在一定浓度范围,其吸收值与铅含量成正比,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 过硫酸铵。

4.3 过氧化氢(30%)。

4.4 高氯酸:优级纯。

4.5 硝酸(1+1):取 50 mL 硝酸慢慢加入 50 mL 水中。

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

4.7 硝酸(1 mol/L):取 6.4 mL 硝酸加入 50 mL 水中,稀释至 100 mL。

4.8 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。

4.9 混合酸:硝酸+高氯酸(9+1)。取 9 份硝酸与 1 份高氯酸混合。

4.10 铅标准储备液:准确称取 1.000 g 金属铅(99.99%),分次加少量硝酸(4.5),加热溶解,总量不超过 37 mL,移入 1 000 mL 容量瓶,加水至刻度。混匀。此溶液每毫升含 1.0 mg 铅。

4.11 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。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 铅的标准使用液。

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。

5.2 马弗炉。

5.3 天平:感量为 1 mg。

5.4 干燥恒温箱。

5.5 瓷坩埚。