

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

食品中铅的测定

Determination of lead in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

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。

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。

本方法检出限:石墨炉原子吸收光谱法为 $5 \mu\text{g}/\text{kg}$;氢化物原子荧光光谱法固体试样为 $5 \mu\text{g}/\text{kg}$,液体试样为 $1 \mu\text{g}/\text{kg}$;火焰原子吸收光谱法为 $0.1 \text{ mg}/\text{kg}$;比色法为 $0.25 \text{ mg}/\text{kg}$;单扫描极谱法为 $0.085 \text{ mg}/\text{kg}$ 。

第一法 石墨炉原子吸收光谱法

2 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。

3 试剂

- 3.1 硝酸。
- 3.2 过硫酸铵。
- 3.3 过氧化氢(30%)。
- 3.4 高氯酸。
- 3.5 硝酸(1+1):取 50 mL 硝酸慢慢加入 50 mL 水中。
- 3.6 硝酸(0.5 mol/L):取 3.2 mL 硝酸加入 50 mL 水中,稀释至 100 mL。
- 3.7 硝酸(1 mol/L):取 6.4 mL 硝酸加入 50 mL 水中,稀释至 100 mL。
- 3.8 磷酸铵溶液(20 g/L):称取 2.0 g 磷酸铵,以水溶解稀释至 100 mL。
- 3.9 混合酸:硝酸+高氯酸(4+1)。取 4 份硝酸与 1 份高氯酸混合。
- 3.10 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(1+1),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。
- 3.11 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(0.5 mol/L)或硝酸(1 mol/L)至刻度。如此经多次稀释成每毫升含 10.0,20.0,40.0,60.0,80.0 ng 铅的标准使用液。

4 仪器

所用玻璃仪器均需以硝酸(1+5)浸泡过夜,用水反复冲洗,最后用去离子水冲洗干净。

- 4.1 原子吸收分光光度计(附石墨炉及铅空心阴极灯)。
- 4.2 马弗炉。
- 4.3 干燥恒温箱。
- 4.4 瓷坩埚。
- 4.5 压力消解器、压力消解罐或压力溶弹。
- 4.6 可调式电热板、可调式电炉。

5 分析步骤

5.1 试样预处理

- 5.1.1 在采样和制备过程中,应注意不使试样污染。