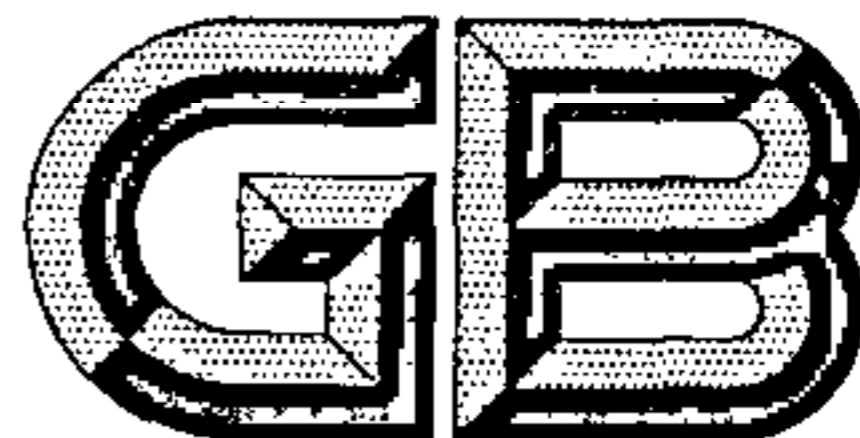


ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.75—2003  
代替 GB/T 8449—1987

## 食品添加剂中铅的测定

Determination of lead in food additives

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

549

## 前 言

本标准代替 GB/T 8449—1987《食品添加剂中铅的测定方法》。

本标准与 GB/T 8449—1987 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《食品添加剂中铅的测定》;
- 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。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由江苏省扬州市卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人:姜友付、杨一超、张刘平。

原标准于 1987 年首次发布,本次为第一次修订。

## 食品添加剂中铅的测定

### 1 范围

本标准规定了食品添加剂中铅的限量试验和定量试验方法。

本标准适用于食品添加剂中铅的限量试验和定量试验。

### 2 原理

试样经处理加入柠檬酸铵、氰化钾和盐酸羟胺等,消除铁、铜、锌等离子干扰,在 pH8.5~9.0 时,铅离子与双硫脲生成红色络合物,用三氯甲烷提取,与标准系列比较做限量试验或定量试验。

### 3 试剂

3.1 硝酸。

3.2 硫酸。

3.3 氨水(1+1):如含铅,应用全玻璃蒸馏器重蒸馏。

3.4 盐酸。

3.5 三氯甲烷:不应含氧化物。

3.6 酚红指示液:1 g/L 乙醇溶液。

3.7 柠檬酸氢二铵:500 g/L 溶液。

称取 100 g 柠檬酸氢二铵,溶于 100 mL 水中,加 2 滴酚红指示液,加氨水(1+1)调节 pH 至 8.5~9.0(由黄变红,再多加 2 滴),用双硫脲三氯甲烷溶液提取数次,每次 10 mL~20 mL,至三氯甲烷层绿色不变为止,弃去三氯甲烷层,再用三氯甲烷洗涤两次,每次 5 mL,弃去三氯甲烷层,加水稀释至 200 mL。

3.8 盐酸羟胺:200 g/L 溶液。

称取 20 g 盐酸羟胺,加 40 mL 水溶解,加 2 滴酚红指示液,加氨水(1+1)调节 pH 至 8.5~9.0(由黄变红,再多加 2 滴),用双硫脲三氯甲烷溶液提取数次,每次 10 mL~20 mL,至三氯甲烷层绿色不变为止,再用三氯甲烷洗两次,每次 5 mL,弃去三氯甲烷层,水层加盐酸(1+1)呈酸性,加水至 100 mL。

3.9 氰化钾:100 g/L 溶液。

3.10 二苯基硫巴脲(双硫脲):0.05%三氯甲烷溶液,保存于冰箱中,必要时按下述方法纯化。称取 0.5 g 研细的双硫脲,溶于 50 mL 三氯甲烷中,如有残渣,可用滤纸过滤于 250 mL 分液漏斗中,用氨水(1+99)提取三次,每次 100 mL,将提取液用棉花过滤至 500 mL 分液漏斗中,用盐酸(1+1)调至酸性,将沉淀出的双硫脲用 200,200,100 mL 三氯甲烷提取三次,合并三氯甲烷层为双硫脲储备溶液。

双硫脲使用液:吸取 1.0 mL 双硫脲储备溶液,加 9 mL 三氯甲烷,混匀。用 1 cm 比色杯,以三氯甲烷调节零点,于波长 510 nm 处测吸光度(A),用式(1)算出配制 100 mL 双硫脲使用液(70%透光率)所需双硫脲储备溶液的毫升数(V)。

$$V = \frac{10(2 - \lg 70)}{A} = \frac{1.55}{A} \dots\dots\dots(1)$$

3.11 铅标准溶液:精密称取 0.159 8 g 高纯硝酸铅,加 10 mL 1%硝酸,溶解后定量移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液 1 mL 相当于 1 mg 铅。临用前用水稀释成 1 mL 相当于 10 μg 铅。

3.12 1%硝酸:取 1 mL 硝酸,加水稀释至 100 mL。

## 4 仪器

所用玻璃仪器均用10%~20%硝酸浸泡24 h以上,用自来水反复冲洗,最后用去离子水冲洗干净。

4.1 分光光度计。

4.2 125 mL分液漏斗。

4.3 250 mL凯氏烧瓶或250 mL三角烧瓶。

## 5 试样处理

5.1 无机试样的“试样处理”可按各标准文本中规定的方法进行。

5.2 有机试样的“试样处理”除按各标准文本中规定的外,一般按下述程序进行。

5.2.1 湿法消解:称取5.0 g试样,置于250 mL凯氏烧瓶或三角烧瓶中,加入10 mL硝酸浸润试样,放置片刻(或过夜)后,缓缓加热,待作用缓和后稍冷,沿瓶壁加入5 mL硫酸,再缓缓加热,至瓶中溶液开始变成棕色,不断滴加硝酸(如有必要可滴加些高氯酸,在操作过程中,应注意防止爆炸),至有机质分解完全,继续加热,至生成大量的二氧化硫白色烟雾,最后溶液应呈无色或微带黄色。冷却后将溶液移入50 mL容量瓶中,用少量水分次洗涤凯氏烧瓶或三角烧瓶,将洗液一并移入容量瓶中,加水至刻度,混匀备用。每10 mL溶液相当于1.0 g试样。取相同量的硝酸、硫酸,按上述方法做试剂空白试验。

5.2.2 干法消解:本法适用于不适合用湿法消解的试样。

称取5.0 g试样于瓷坩埚中,加入适量硫酸湿润试样,小心炭化后,加2 mL硝酸和5滴硫酸,小心加热,直到白色烟雾挥尽,移入高温炉中,于550℃灰化完全。冷后取出。加1 mL硝酸(1+1)溶液,加热使灰分溶解,将试样液转移到50 mL容量瓶中(必要时过滤),并用少量水洗涤坩埚,洗液一并移入容量瓶中,加水至刻度,混匀备用。每10 mL溶液相当于1.0 g试样。

取一坩埚,按上述方法做试剂空白试验。

## 6 测定

### 6.1 限量试验

吸取适量试样液及铅的限量标准液(含铅不低于5 μg),分别置于125 mL分液漏斗中,各加1%硝酸至20 mL。

向试样液及铅的限量标准液中各加入1 mL柠檬酸铵溶液、1 mL盐酸羟胺溶液和2滴酚红指示液,用氨水(1+1)调至红色,再各加2 mL氰化钾溶液,混匀后,加入5.0 mL双硫脲使用液,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,于波长510 nm处,以三氯甲烷调节零点,测定吸光度,或进行目视比色,试样液的吸光度或色度不应大于铅的限量标准液的吸光度或色度。

若试样经处理,则铅限量标准也应同法处理。

### 6.2 定量测定

吸取10.0 mL(或适量)试样液和同量的试剂空白液,分别置于125 mL分液漏斗中,各加1%硝酸至20 mL。

吸取铅标准溶液0.0,0.1,0.3,0.5,0.7,1.0 mL(分别相当于0,1,3,5,7,10 μg铅)。分别置于125 mL的分液漏斗中。各加1%硝酸至20 mL。向试样液、试剂空白液及铅标准溶液中各加入1 mL柠檬酸铵溶液,1 mL盐酸羟胺溶液和2滴酚红指示液,用氨水(1+1)调至红色,再各加入2 mL氰化钾溶液,混匀,各加5.0 mL双硫脲使用液,剧烈振摇1 min,静置分层后,三氯甲烷经脱脂棉滤入1 cm比色杯中,于波长510 nm处,以零管调节零点,测定吸光度,绘制标准曲线。

### 6.3 结果计算

见式(2)。

$$C = \frac{(m_1 - m_2) \times 1\,000}{m \times \frac{V_2}{V_1} \times 1\,000} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $C$ ——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)];  
 $m_1$ ——试样液中铅的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );  
 $m_2$ ——试剂空白液中铅的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );  
 $m$ ——试样质量(体积),单位为克(或毫升)[g(或 mL)];  
 $V_1$ ——试样处理后定容体积,单位为毫升(mL);  
 $V_2$ ——测定时所取试样液体积,单位为毫升(mL)。
-