

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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。