



中华人民共和国国家标准

GB 5009.74—2014

食品安全国家标准

食品添加剂中重金属限量试验

2015-09-21 发布

2016-03-21 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.74—2003《食品添加剂中重金属限量试验》。

本标准与 GB/T 5009.74—2003 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品添加剂中重金属限量试验”;
- 增加了压力消解罐消解法。

食品安全国家标准

食品添加剂中重金属限量试验

1 范围

本标准规定了食品添加剂中重金属的限量试验方法。

本标准适用于食品添加剂中重金属的限量试验。

2 原理

在弱酸性(pH3~4)条件下,试样中的重金属离子与硫化氢作用,生成棕黑色,与同法处理的铅标准溶液比较,做限量试验。

3 试剂和材料

注:除非另有说明,本标准所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 硝酸(HNO₃)。
- 3.1.2 硫酸(H₂SO₄)。
- 3.1.3 盐酸(HCl)。
- 3.1.4 氨水(NH₃·H₂O)。
- 3.1.5 乙酸铵(C₂H₇NO₂)。
- 3.1.6 酚酞(C₂₀H₁₄O₄)。
- 3.1.7 过氧化氢(H₂O₂)。
- 3.1.8 硫化氢(H₂S)。
- 3.1.9 高氯酸(HClO₄)

3.2 试剂配制

- 3.2.1 盐酸溶液(6 mol/L):量取 50 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL。
- 3.2.2 盐酸溶液(1 mol/L):量取 8.3 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL。
- 3.2.3 氨溶液(6 mol/L):量取 40 mL 氨水,用水稀释至 100 mL。
- 3.2.4 氨溶液(1 mol/L):量取 6.7 mL 氨水,用水稀释至 100 mL。
- 3.2.5 pH3.5 的乙酸盐缓冲液:称取 25.0 g 乙酸铵溶于 25 mL 水中,加 45 mL 6 mol/L 盐酸溶液,用稀盐酸或稀氨水调节 pH 至 3.5,用水稀释至 100 mL。
- 3.2.6 酚酞乙醇溶液(1%):称取 1.0 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇溶液中。
- 3.2.7 硫化氢饱和溶液:硫化氢气体通入不含二氧化碳的水中(如流速为 80 mL/min 左右时,通气 1 h。此溶液临用前制备)。
- 3.2.8 硝酸溶液(1%):取 1 mL 硝酸加水稀释至 100 mL。

3.3 标准品

高纯硝酸铅[Pb(NO₃)₂], 纯度为 99.99%或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 铅标准储备液(1 mg/mL): 称取 0.159 8 g 高纯硝酸铅[Pb(NO₃)₂], 溶于 10 mL 硝酸溶液(1%)中, 定量移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。

3.4.2 铅标准使用液(10 μg/mL): 吸取铅标准储备液(1 mg/mL)1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加水至刻度。

4 仪器

注: 所用玻璃仪器均需以硝酸溶液(1+4)浸泡 24 h 以上, 用水反复冲洗, 最后用去离子水冲洗干净。

4.1 50 mL 纳氏比色管。

4.2 电热板。

4.3 可调式电炉。

4.4 马弗炉。

4.5 电子天平: 感量为 0.1 mg 和 1 mg。

4.6 水浴锅。

4.7 压力消解罐。

5 样品处理

5.1 无机试样的制备

无机试样的“试样处理”可按各产品质量规格的要求进行溶解或消化等前处理。试验应在无元素污染的通风柜中进行。

5.2 有机试样的制备

有机试样的“试样处理”除按各产品质量规格的要求外, 一般可按下述方法进行:

- 湿法消解: 称取 5.00 g 试样, 置于 25 mL 锥形瓶中, 加 10 mL~15 mL 硝酸浸润试样, 放置片刻(或过夜)后, 于电热板上加热, 待反应缓和后取下放冷, 沿瓶壁加入 5 mL 硫酸, 再继续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)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黄色。冷却后加 20 mL 水, 煮沸除去残余的硝酸至产生白烟为止。如此处理两次, 放冷。将溶液移入 50 mL 容量瓶中, 用水洗涤锥形瓶, 将洗涤液并入容量瓶中, 加水定容至刻度, 混匀。每 10 mL 溶液相当于 1.0 g 样品。取同样量的硝酸、硫酸, 同时做试剂空白试验。
- 干法消解: 称取 5.00 g 试样, 置于硬质玻璃蒸发皿或石英坩埚中, 加入适量硫酸浸润试样, 于电炉上小火炭化后, 加 2 mL 硝酸和 5 滴硫酸, 小心加热直到白色烟雾挥尽, 移入马弗炉中, 于 500 °C 灰化完全, 冷却后取出, 加 2 mL 盐酸溶液(6 mol/L)湿润残渣, 于水浴上慢慢蒸发至干。用 1 滴浓盐酸湿润残渣, 并加 10 mL 水, 于沸水浴上再次加热 2 min, 将溶液移入 50 mL 容量瓶中, 如有必要应过滤, 用少量水洗涤坩埚和滤器, 洗滤液一并移入容量瓶中, 定容后混匀, 每 10 mL 该溶液相当于 1.0 g 试样。在试样灰化同时, 另取一坩埚, 同时做试剂空白试验。
- 压力消解罐消解法: 按压力消解罐使用说明书称取适量试样(精确至 0.001 g)于聚四氟乙烯

内罐,加硝酸 2 mL~4 mL 浸泡过夜。再加过氧化氢 2 mL~3 mL(总量不能超过罐容积的 1/3)。盖好内盖,旋紧不锈钢外套,放入恒温干燥箱,120 °C~140 °C 保持 3 h~4 h,在箱内自然冷却至室温,用滴管将消化液洗入或过滤入(视消化后试样的盐分而定)容量瓶中,用水少量多次洗涤罐,洗液合并于容量瓶中并定容至刻度,混匀备用;同时作试剂空白。

6 测定

6.1 A 管(标准管):吸取含铅量相当于指定的重金属限量的铅标准使用液(不低于 10 μg 铅)于 50 mL 纳氏比色管中(如试样经处理,应同时吸取与试样液等量的试剂空白液),加水至 25 mL,混匀,加 1 滴酚酞指示液,用稀盐酸(6 mol/L)或稀氨水(1 mol/L)调节 pH 至中性(酚酞红色刚褪去),加入 5 mL pH3.5 的乙酸盐缓冲液,混匀,备用。

6.2 B 管(样品管):取一支与 A 管所配套的纳氏比色管,加入 10 mL~20 mL(或适量)试样液,加水至 25 mL,混匀,加 1 滴 1% 酚酞指示液,用稀盐酸(6 mol/L)或稀氨水(1 mol/L)调节 pH 至中性(酚酞红色刚褪去),加入 5 mL pH 3.5 的乙酸盐缓冲液,混匀,备用。

6.3 C 管:取一支与 A、B 管所配套的纳氏比色管,加入与 B 管等量的相同的试样液,再加入与 A 管等量的铅标准使用液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$),加水至 25 mL,混匀,加 1 滴 1% 酚酞指示液,用稀盐酸(6 mol/L)或稀氨水(1 mol/L)调节 pH 至中性(酚酞红色刚褪去),加入 5 mL pH3.5 的乙酸盐缓冲液,混匀,备用。

6.4 向各管中加入 10 mL 新鲜制备的硫化氢饱和溶液,并加水至 50 mL 刻度,混匀,于暗处放置 5 min 后,在白色背景下观察,B 管的色度不得深于 A 管的色度,C 管的色度应与 A 管的色度相当或深于 A 管的色度,则可判定为样品中重金属含量(以铅计)低于 A 管(标准管)对应的重金属含量(以铅计)。