



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.74—2003
代替 GB/T 8451—1987

食品添加剂中重金属限量试验

Method for limit test of heavy metals 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

前 言

本标准的制定参考了 1983 年联合国粮农组织和世界卫生组织(FAO/WHO)食品添加剂联合专家委员会发布的有关重金属的测定方法。

本标准代替 GB/T 8451—1987《食品添加剂中重金属限量试验法》。

本标准与 GB/T 8451—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《食品添加剂中重金属限量试验》；

——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、张刘平、杨一超。

原标准于 1987 年首次发布，本次为第一次修订。

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

3.1 硝酸。

3.2 硫酸。

3.3 盐酸。

3.3.1 6 mol/L 盐酸:量取 50 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL。

3.3.2 1 mol/L 盐酸:量取 8.3 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL。

3.4 氨水

3.4.1 6 mol/L 氨水:量取 40 mL 氨水,用水稀释至 100 mL。

3.4.2 1 mol/L 氨水:量取 6.7 mL 氨水,用水稀释至 100 mL。

3.5 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,用稀盐酸或稀氨水调节 pH 值至 3.5,用水稀释至 100 mL。

3.6 酚酞指示液:1%乙醇溶液。

3.7 饱和硫化氢水:将硫化氢气体通入不含二氧化碳的水中,至饱和为止(此溶液临用前制备)。

3.8 铅标准溶液:称取 0.159 8 g 高纯硝酸铅,溶于 10 mL 1%硝酸中,定量移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液 1 mL 相当于 1.0 mg 铅。临用前用水稀释 100 倍,使成 1.0 mL 相当于 10 μg 铅。

3.9 1%硝酸:取 1 mL 硝酸加水稀释至 100 mL。

4 仪器

所用玻璃仪器需用 10%~20%硝酸浸泡 24 h 以上,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净。

50 mL 纳氏比色管。

5 试样处理

一般试样可直接按第 6 章进行测定,如 A 管的色度深于 C 管的色度,应先经试样处理,有机试样须用干法消解,然后再按 6.1、6.2、6.4 进行。

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,一般可按下述程序进行。

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 10 mL~15 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,用水洗涤凯氏烧瓶或三角烧瓶,将洗液并入容量瓶中,加水至刻度,混匀。每 10 mL 溶液相当于 1.0 g 试样。取同样量的硝酸、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。

称取试样 5.0 g,置于坩埚中,加入适量硫酸浸润试样,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,移入高温炉中,于 550℃ 灰化完全,冷却后取出,加 2 mL 6 mol/L 盐酸湿润残渣,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,于水浴上再次加热 2 min,将溶液移入 50 mL 容量瓶中,如有必要须过滤,用少量水洗涤坩埚和滤器,洗滤液一并移入容量瓶中,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,按上述方法做试剂空白试验。

6 测定

6.1 A 管:吸取含铅量相当于指定的重金属限量的铅标准溶液(不低于 10 μg 铅)于 50 mL 纳氏比色管中(如试样经处理,须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 6 mol/L 稀盐酸或 1 mol/L 稀氨水调节 pH 至中性(酚酞红色刚褪去),加入 pH3.5 的乙酸盐缓冲液 5 mL,混匀,备用。

6.2 B 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 6 mol/L 稀盐酸或 1 mol/L 稀氨水调节 pH 至中性(酚酞红色刚褪去),加入 pH3.5 的乙酸盐缓冲液 5 mL,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 管等量的铅标准溶液,加水至 25 mL,混匀,加 1 滴 1% 酚酞指示液,用稀盐酸或稀氨水(6 mol/L 或 1 mol/L)调节 pH 至中性(酚酞红色刚褪去),加入 pH3.5 的乙酸盐缓冲液 5 mL,混匀,备用。

6.4 向各管中加入 10 mL 新鲜制备的硫化氢饱和液,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。