

《食品安全国家标准食品中铅的测定》（征求意见稿）

编制说明

一、标准起草基本情况

本标准于 2018 年立项（项目编号 SPAQ-2018-036），项目承担单位为天津海关动植物与食品检测中心（原天津出入境检验检疫局动植物与食品检测中心）、广东省疾病预防控制中心和深圳市疾病预防控制中心。2018 年 10 月 31 日正式启动，2018 年 11 月 19 日召开 2018 年食品安全国家标准项目启动会，启动会后项目组正式协调成立，在广泛调查研究和讨论的基础上，起草了本标准，并邀请五家以上专业技术机构进行方法标准实验室间验证工作。2020 年 5 月在方法验证的基础上，形成讨论稿，并通过信函的方式向有关机构和专家广泛征求意见，期间未收到重大分歧意见，经整理归纳后，形成送审稿。2021 年 3 月 29 日经第二届食品安全国家标准审评委员会理化检验方法与规程专业委员会第六次会议审查通过。

二、标准的主要技术内容

本标准对《食品安全国家标准食品中铅的测定》进行修订，在第一法石墨炉原子吸收光谱法中加入了需除盐样品的前处理方法，保留了第三法火焰原子吸收光谱法，删除了第四法二硫脲比色法；增加了第一法石墨炉原子吸收光谱法中生乳、巴氏杀菌乳、灭菌乳、果蔬汁类及其饮料 [含浆果及小粒水果的果蔬汁类及其饮料、浓缩果蔬汁（浆）除外]和液态婴幼儿配方食品等产品的检出限和定量限。修订了原方法中不合理的内容，提升了原方法的适用性。

本标准从不同 pH 值溶液中铅/钠在亚氨基二乙酸型螯合树脂上的分配系数（K_d）、溶液 pH 值对吸附效果的影响、对铅的吸附容量测定、铅/钠的柱行为和淋洗曲线等方面对于铅和高盐基体的分离条件进行了研究。最终选取填料为亚氨基二乙酸型树脂作为铅固相萃取柱的填料，并编制了高盐试样的前处理方法。采用有证标准物质和加标回收考察方法准确性，测定了酱油有证标准物质，测定值均在标准值范围内；采用腌黄瓜、腊肠、酱油、食盐、咸鱼、盐渍肠衣等高盐食品进行了检测，总体加标回收率为 77.3%~103.9%，RSD 为 2.3%~8.5%。采用石墨炉原子吸收光谱法检测，结果满意。

另外，针对 GB 2762-xxxx 食品中污染物限量修订稿中部分食品类别铅的限量已经下调至 GB 5009.12-2017 第一法石墨炉原子吸收光谱法的定量限以下，本修订增加了生乳、巴氏杀菌乳、灭菌乳，果蔬汁类及其饮料 [含浆果及小粒水果的果蔬汁类及其饮料、浓缩果蔬汁（浆）除外]和液态婴幼儿配方食品等产品的检出限和定量限，当称样量为 2g(或 2mL)，定

容体积为 10mL 时，方法的检出限为 0.005 mg/kg(或 0.005mg/L)，定量限为 0.01 mg/kg(或 0.01mg/L)。对 5 种不同品牌的牛奶样品中的铅进行了检测，总体加标回收率：75.0%~105.0%，RSD：5.6%~9.0%。对 3 种果蔬汁饮料等样品中的铅进行了检测，总体加标回收率：79.0%~105.0%，RSD：4.1%~6.9%。

五家实验室间的方法验证结果指标也均符合 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范食品理化检测》中附录 F 规定的检测方法确认的技术要求。实验表明方法适用于高盐食品中铅的测定。

三、国内外相关法规标准情况

为了控制人体对铅的合理摄入量，正在修订中的《GB 2762-2017 食品中污染物限量》征求意见稿中对部分食品的铅限量进行了调整，其中果蔬汁类及其饮料 [含浆果及小粒水果的果蔬汁类及其饮料、浓缩果蔬汁（浆）除外]限量由 0.05 mg/kg 下调为 0.03 mg/kg；生乳、巴氏杀菌乳、灭菌乳限量由 0.05 mg/kg 下调为 0.02 mg/kg、调制乳、发酵乳下调为 0.04mg/kg；油脂及其制品限量由 0.1 mg/kg 下调为 0.08 mg/kg；婴幼儿配方食品由 0.15 mg/kg 下调为 0.08 mg/kg（液态婴幼儿配方食品根据 8:1 的比例折算其限量）。部分食品的限量已下调至 GB5009.12-2017 所规定的定量限（0.04 mg/kg）以下。

欧盟 COMMISSION REGULATION (EC) No 1881/2006 对铅在各类食品中的限量提出规定。而且其中乳制品 ≤ 0.02 mg/kg；婴幼儿配方食品 ≤ 0.02 mg/kg；畜肉 ≤ 0.1 mg/kg；鱼肉 ≤ 0.3 mg/kg；蒸馏酒 ≤ 0.2 mg/kg，均低于我国 GB 2762 修订版制定的限量标准。

国外发布的食品中铅的标准检测方法包括：欧盟发布了《EN 14082-2003 Foodstuffs –Determination of trace elements – Determination of lead, cadmium, zinc, copper, iron and chromium by atomic absorption spectrometry (AAS) after ash drying》、《EN 14083-2003 Foodstuffs –Determination of trace elements – Determination of lead, cadmium, chromium and molybdenum by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS) after pressure digestion》，美国食品药品监督管理局（USFDA）发布的 Elemental Analysis Manual 中，第 4.4 部分《INDUCTIVELY COUPLED PLASMA ATOMIC EMISSION SPECTROMETRIC DETERMINATION OF ELEMENTS IN FOOD USING MICROWAVE ASSISTED DIGESTION》。

国外发布的相关检测标准都未涉及到高盐食品的前处理，涉及到国内的相关检测标准如表 1。

表 1、国内相关检测标准

序号	来源国家或组织	标准号	标准名称	前处理	测定方法	检测范围/适用基质	与修订标准的关系
1	中国	GB 5009.12-2017	食品安全国家标准 食品中铅的测定	湿式消解、微波消解、压力罐消解	石墨炉原子吸收光谱法、电感耦合等离子体质谱法、火焰原子吸收光谱法、二硫腈比色法	铅/食品	非等效
2	中国	GBT 13025.9-2012	制盐工业通用试验方法 法铅的测定	直接水溶解、有机溶剂萃取	氢化物原子荧光光谱法、氢化物原子吸收分光光度法、火焰原子吸收分光光度法、二硫腈比色法	铅/盐产品	非等效
3	中国	GB 5009.42-2016	食品安全国家标准食盐 指标的测定	有机溶剂萃取	石墨炉原子吸收光谱法	铅/食盐	非等效
4	中国	GB5009.268- 2016	食品安全国家标准食品 中多元素的测定	微波消解、压力罐消解	电感耦合等离子体质谱法	铅/食品	等效

四、其他需要说明的事项

无。