

# 《食品化学安全性检测》教学实习

编者：刘邻渭、李巨秀、王敏、白雪莲、姜莉

# 西北农林科技大学食品科学与工程学院

二 00 九年五月

## 《食品化学安全性检测》教学实习计划

### 一、实习目的

(一) 使学生了解食品中添加剂、农药残留和其他化学污染物的来源和检测食品中有害化学物质的检测程序,掌握部分检测方法的样品前处理过程和操作步骤,了解薄层层析、光谱分析、原子吸收、气相色谱等检测技术的原理和仪器使用方法。

(二) 培养学生独立进行分析检验的动手能力,提高其在食品化学安全性检测方面的实验技能,培养和提高学生分析和解决问题的能力,以及撰写实验报告的能力。

(三) 通过对杨凌区技术监督局食品质量与安全检测实验室的参观学习,使学生了解杨凌食品质量和安全的现状及生产和销售中经历的重要检验环节,并了解政府质检部门的工作任务、技术体系和现代质检方法。

(四) 通过对杨凌果蔬生产户和农药零售店的走访,了解杨凌果蔬生产中农药的使用概况,初步了解食品中农药残留的来源及农药残留超标的影响因素。

### 二、指导教师

刘邻渭、李巨秀、王敏、白雪莲、姜莉

### 三、实习班级、人数、时间及地点

实习班级: 食品安全 061~064 班。

实习人数：128

实习时间：2009年5月25日~29日

实习地点：食品科学与工程学院食品质量与安全检测实验室、测试中心和杨陵区技术监督局食品质量与安全检测实验室。

#### 四、实习内容

##### (1) 实验内容

实验一：果汁中苯甲酸、山梨酸的测定（薄层层析法）

实验二：食品中次硫酸氢钠甲醛（吊白块）的检测（分光光度法）

实验三：食品中有机磷农残的测定（气相色谱法）

实验四：食品中铅的测定（原子吸收法）

##### (2) 参观调研内容

集体参观调研：杨陵区技术监督局食品质量与安全检测所的隶属关系、工作性质和任务、服务对象、主要检验项目、主要检验工作环节、检验方法和技术水平、检验依据的法规或标准、不合格品的处理原则。

小组调研：在现有班级内部，按学号顺序组成4-6人的小组，在实习期间的自由支配时间里，走访果农、菜农、果蔬生产基地的技术人员和农药销售人员，了解杨凌地区的主要水果和蔬菜当年用过什么农药、用药方法、采收前的休药期多久。针对所用农药，查找国家制定的农药使用手册，看看实际上是否按照要求用药。同时通过查找国家各种无公害果蔬的农药残留量标准，分析哪些果蔬的农药残留量有较大可能超标，相关的用药方法应当如何改进。

##### (3) 各班实习安排

实习（实验和参观）以学生所在班为单位进行，各班具体的实习进程见表1—4。个人调研以小组形式进行，在班长的组织下，各班同学在本班范围内按学号顺序结合为4—6人的小组，在空闲时间里集体走访农户和零售商。

表1 食品安全2006级1班《食品化学安全性检测》教学实习进程表

	周一	周二	周三	周四	周五
项目	8:00-12:00 果汁中苯甲酸、 山梨酸的测定 地点:学院南楼	8:00-12:00 食品中次硫酸氢 钠甲醛(吊白块) 的检测 地点:学院南楼	8:00-12:00 食品中有机磷农 残的测定 地点:测试中心	8:00-12:00 食品中铅的测定 地点:测试中心	8:00-12:00 参观调查 地点: 技术监督局
教师	刘邻渭	李巨秀	张晓蓉	孙新涛	李巨秀
	14:30-17:30 撰写实验报告	14:30-17:30 撰写实验报告	14:30-17:30 撰写实验报告	14:30-17:30 撰写实验报告	2:30-6:00 撰写调查报告
备注	学生完成当日的实验报告、调查报告后，第二天及时上交指导老师。				

表2 食品安全2006级2班《食品化学安全性检测》教学实习进程表

	周一	周二	周三	周四	周五
项目	8:00-12:00 食品中次硫酸氢 钠甲醛(吊白块) 的检测 地点:学院南楼	8:00-12:00 果汁中苯甲酸、 山梨酸的测定 地点:学院南楼	8:00-12:00 食品中有机磷农 残的测定 地点:测试中心	8:00-12:00 食品中铅的测定 地点:测试中心	8:00-12:00 参观调查  地点: 技术监督局
教师	王敏	白雪莲	张晓蓉	孙新涛	刘邻渭
	14:30-17:30 撰写实验报告	14:30-17:30 撰写实验报告	14:30-17:30 撰写实验报告	14:30-17:30 撰写实验报告	2:30-6: 00 撰写调查报告
备注	学生完成当日的实验报告、调查报告后,第二天及时上交指导老师。				

表3 食品安全2006级3班《食品化学安全性检测》教学实习进程表

	周一	周二	周三	周四	周五
项目	8:00-12:00 食品中铅的测定  地点:测试中心	8:00-12:00 食品中有机磷农 残的测定 地点:测试中心	8:00-12:00 食品中次硫酸氢 钠甲醛(吊白块) 的检测 地点:学院南楼	8:00-12:00 果汁中苯甲酸、山 梨酸的测定 地点:学院南楼	8:00-12:00 参观调查  地点: 技术监督局
教师	孙新涛	张晓蓉	王敏	白雪莲	王敏
	14:30-17:30 撰写实验报告	14:30-17:30 撰写实验报告	14:30-17:30 撰写实验报告	14:30-17:30 撰写实验报告	2:30-6: 00 撰写调查报告
备注	学生完成当日的实验报告、调查报告后,第二天及时上交指导老师。				

表4 食品安全2006级4班《食品化学安全性检测》教学实习进程表

	周一	周二	周三	周四	周五
项目	8:00-12:00 食品中铅的测定  地点:测试中心	8:00-12:00 食品中有机磷农 残的测定 地点:测试中心	8:00-12:00 果汁中苯甲酸、 山梨酸的测定 地点:学院南楼	8:00-12:00 食品中次硫酸氢 钠甲醛(吊白块) 的检测 地点:学院南楼	8:00-12:00 参观调查  地点: 技术监督局
教师	孙新涛	张晓蓉	白雪莲	王敏	刘邻渭
	14:30-17:30 撰写实验报告	14:30-17:30 撰写实验报告	14:30-17:30 撰写实验报告	14:30-17:30 撰写实验报告	2:30-6: 00 撰写调查报告

备注	学生完成当日的实验报告、调查报告后，第二天及时上交指导老师。
----	--------------------------------

## 五、实习要求和注意事项

(1) 严格遵守作息时间，不迟到，不早退；实习过程中必需穿着实验装，严格按实习规程操作，认真做好实验记录和调查记录；注意安全，讲究文明，讲究卫生，实验完成后及时清理操作台，将所用仪器洗涤干净并整理好后，应报告老师及时核查；留下值日的小组最后彻底打扫整个实验室的卫生，并关闭全部水电开关；经指导老师同意后方可离开。

(2) 小组的划分严格按照学号依次划分。学生独立完成实验报告后，按时交给班长，由班长按学号排齐后，在第二天及时交给指导老师。实验报告内容包括目的、原理、材料、仪器及设备，操作要点、试验结果与分析和小结。

(3) 参观调查项目分班进行，由调查指导教师带队，调查结束后，每人撰写一份实习调查报告。查报告完成后，封皮上应写明姓名、学号、班级、组别、调查项目。报告及时交给班长，由班长按学号和组别排齐后，交给指导老师。

(4) 开始实验前，仔细检查分配给自己小组的实验器材是否有缺失和破损，如有，必须及时报告老师，实验开始后及结束，如发现实验器材有缺失和破损，必须执行赔偿制度。

(5) 实验报告一律用学校规定的实验报告纸书写，调查报告和实习总结一律用 16K 或 A4 纸书写，每份实验报告和调查报告要分别装订。

(6) 实习期间不得擅自缺席和调换时间，万一因公、因病等重要事情需要请假，需要向学院主管部门请假，没有学院批准的假条，不得准假。

## 调查参考方案

### 一、杨陵区技术监督局食品质量与安全检测所参观调查实习方案

#### 1、实习目的

通过学生对杨凌技术监督局食品质量与安全检测所的参观调研，使学生初步了解政府质检部门的工作系统、工作性质、主要科室、技术水平、人员配备、工作环境、方法来源、质检工作通常遇到的问题、大型精密仪器的种类和当前主要进行的检验项目、常规仪器和当前主要进行的检验项目。

#### 2、调查指导

##### (1) 调查对象

杨凌技术监督局食品质量与安全检测所和其所辖的理化检验试验室、微生物检验试验室、仪器分析实验室及其工作人员。

##### (2) 调查内容

杨凌技术监督局食品质量与安全检测所的隶属关系和发展历史。

杨凌技术监督局食品质量与安全检测所的业务范围和人员配置。

杨凌那些厂家经常来该所进行哪些项目的检测。

理化检验室的主要设备和仪器以及主要做哪些项目的检测。

微生物检验室的主要设备和仪器以及主要做哪些项目的检测。

精密仪器检验室的主要设备和仪器以及主要做哪些项目的检测。

该所检验农兽药残留主要使用什么方法和仪器。

该所检验三聚氰胺的方法、原理、仪器、主要操作步骤和判断是否合格的标准。

该所检验蜂蜜质量的方法、原理、仪器、主要操作步骤和判断是否合格的标准。

根据该所今年的质检结果，该所认为杨凌地区的食品质量总体水平如何？

根据该所人员的工作经验，他们认为出现质量问题较多或较严重的产品是些什么？该所人员经历过的典型质量问题案例。

### 二、杨凌农户蔬菜水果安全生产调查实习方案

#### 1、实习目的

通过学生对杨凌农户蔬菜水果生产基地的现场调查，使学生了解目前杨凌在的农药使用情况；通过阅读相关资料，进一步了解保证蔬菜水果安全生产的方法、措施、法规或政策；并针对杨凌果蔬的生产现状，提出进一步改善当地的果蔬安全生产技术的建议。

## 2、调查指导

### (1) 调查对象

杨凌附近蔬菜水果生产基地及市场上的农药零售店。

### (2) 调查内容

- A: 不同产品上所使用的农药品种（杀虫剂，杀菌剂等等）。
- B: 具体使用时期及使用方法及使用次数。
- C: 有可能造成该农产品农药超标的原因。
- D: 调查农户对目前蔬菜中农药残留的认识程度。
- E: 当地政府对蔬菜安全生产的行政组织及协调监管的重视程度及其他相关信息等等。

附表（1）：

杨凌农户果蔬或鲜奶酸奶安全生产调查表

调查地区	调查时间
调查对象	
调查内容及相关的反馈信息	
通过本次调查谈谈目前杨凌农产品安全生产现状及如何才能进一步确保农产品的安全生产	

调查人：

班级： 第 组

## 实验一 薄层层析法测定饮料中苯甲酸、山梨酸的含量

### 一、原理

将样品酸化后，用乙醚提取苯甲酸和山梨酸，挥去乙醚溶剂，残余物转溶于中性乙醇中，点样于聚酰胺板上，经展开并显色后，与标准点比较可进行定性和概略定量。

### 二、试剂

6 mol/L HCl (1:1)

乙醚：除去过氧化物



#### 4、展开显色

将点样后的薄层板放入预先盛有展开剂的展开槽中，展开槽内壁贴有滤纸，待溶剂前沿上展至 7-10cm, 取出挥干，先放置在 254nm 紫外灯下观察，山梨酸和苯甲酸将呈褐色和暗色斑点，记录结果后，在喷显色剂，然后冷热风交替吹干，山梨酸和苯甲酸将呈斑点黄色，背景蓝色，记录结果。

#### 5、定性与定量

将样品斑点与标准斑点比较，若与标准斑点处在同一位置线上出现样品斑点，说明样品液中存在苯甲酸或山梨酸。然后根据斑点的面积大小及颜色深浅确定样品点的苯甲酸、山梨酸的大致含量，再进行计算。

### 五、计算

$$\text{样品中苯甲酸的含量 (g/kg)} = \frac{A \times 1000}{m \times 10/25 \times V_2/V_1 \times 1000}$$

(山梨酸)

A——点样用样液中苯甲酸（山梨酸）的含量 mg

M——称取的样品质量 g

V<sub>1</sub>——溶解残渣时加乙醇体积 mL

V<sub>2</sub>——点样的体积 mL

### 实验二、食品中次硫酸氢钠甲醛（吊白块）的检测方法

#### 一、原理

样品经酸化后，次硫酸氢钠甲醛中的甲醛被释放出来，经水蒸气蒸馏，收集后的吸收液中的甲醛与乙酰丙酮及铵离子反应生成黄色物质，与标准系列比较定量。

#### 二、试剂

没有特殊标明，试剂均为分析纯，水均为蒸馏水。

(1) 磷酸溶液：吸取 10ml 磷酸（85%），加蒸馏水至 100ml。

(2) 硅油。

(3) 淀粉溶液：称取 1g 可溶性淀粉用少量水调成糊状，缓缓倾入 100ml 沸水，随加随搅拌，煮沸，放冷备用，此溶液临用时现配。

(4) 乙酰丙酮溶液：在 100ml 蒸馏水中加入醋酸铵 25g，冰醋酸 3ml 和乙酰丙酮 0.40ml 振摇促溶，储备于棕色瓶中，此液可保存 1 个月。

(5) 碘溶液：C (1/2I<sub>2</sub>) = 0.1mol/l。

(6) 硫代硫酸钠标准滴定溶液：C (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) =0.1000mol/l。

(7) 氢氧化钾溶液：C (KOH) =1mol/l。

(8) 10%硫酸溶液：取 10mlH<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (浓)，缓缓加入 90ml 蒸馏水。

(9) 甲醛标准储备液：取甲醛 1g 放入盛有 5ml 蒸馏水的 100ml 容量瓶中精密称量后，加水至刻度，从该溶液中吸取 10.0ml 放入碘量瓶中，加 0.1mol/l 碘溶液 50.0ml，1mol/lKOH 溶液 20ml，在室温放置 15min 后，加 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>10%溶液 15ml，用 0.1000mol/lNa<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 标准滴定溶液滴定，滴定至溶液为淡黄色时，加入 1ml 淀粉溶液，继续滴定至无色，同时取 10.0ml 蒸馏水进行空白试验。

甲醛标准储备液浓度的计算：

$$X = (V_0 - V_1) \times C \times 15 \times 1000 / (10 \times 1000)$$

X——甲醛标准储备液的浓度，mg/ml；

V<sub>0</sub>——滴定空白溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，ml；

V<sub>1</sub>——滴定样品溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，ml；

C——标准硫代硫酸钠溶液的摩尔浓度；

15——甲醛 (1/2HCHO) 的摩尔质量，g/mol；

10——滴定时吸取甲醛标准储备液的体积，ml。

(10) 甲醛标准使用液：将标定后的甲醛标准储备液用蒸馏水稀释至 5 μg/ml。

### 3. 仪器

(1) 分光光度计；

(2) 水蒸气蒸馏装置。

### 4. 操作方法

(1) 样品处理：准确称取 5g~10g 样品（根据样品中含有次硫酸氢钠甲醛的量而定）置于 500ml 蒸馏瓶中，加入蒸馏水 20ml（与样品混匀），硅油 2 滴~3 滴和磷酸溶液 10ml，立即连通水蒸气蒸馏装置，进行蒸馏，冷凝管下口应插入盛有约 20ml 蒸馏水并且置于冰水浴中的 250ml 容量瓶中，待蒸馏液约达 250ml 时取出，放至室温后，加水至刻度，混匀。另作空白（不加样品）蒸馏。

(2) 测定：根据样品中次硫酸氢钠甲醛的含量，准确吸取样品蒸馏液 2ml~10ml 于 25ml 带刻度的具塞比色管中，补充蒸馏水至 10ml。另取甲醛标准使用液 0、0.50ml、1.00ml、3.00ml、5.00ml、7.00ml、10.0ml（相当于 0.00、2.50 μg、5.00 μg、15.00 μg、25.00 μg、35.00 μg、50.00 μg 甲醛）分别置于 25ml 带刻度具塞比色管中，补充蒸馏

水至 10ml。

在样品及标准系列管中分别加入乙酰丙酮溶液 1ml，摇匀，置沸水浴中 3min，用 1cm 比色杯以零管溶液调节零点，于波长 435nm 处测吸光度，绘制标准曲线，并记录样品吸光度值，扣除空白液吸光度值，查标准曲线计算结果。

#### 5. 计算

$$X = (A \times 1000 \times V_2) / (m \times V_1 \times 1000 \times 1000)$$

X——样品中游离甲醛的含量，g/kg；

A——测定用样品液中甲醛的质量， $\mu\text{g}$ ；

m——样品质量，g；

V<sub>1</sub>——测定用样品溶液体积，ml；

V<sub>2</sub>——蒸馏液总体积，ml。

#### 6. 说明

- (1) 水蒸气蒸馏过程中，回收瓶底部要稍稍加热，促使样品酸化过程中反应完全。
- (2) 平行测定结果用算术平均值表示，保留两位有效数字。
- (3) 方法最小检出量为 2mg/kg（以游离甲醛计）。
- (4) 该试验结果以游离甲醛计，若以次硫酸氢钠甲醛计，可乘以系数值 5.133。
- (5) 部分产品原材料中可能含有醛糖类物质，经酸化处理后测出含有甲醛，但浓度很低（<20mg/kg），所以，当测试值 >20mg/kg 时，才考虑样品中是否加入吊白块。

### 实验三 蔬菜和水果中有机磷农药多残留检测（气相色谱法）

参见 NY/T 761-2004—蔬菜和水果中有机磷农药多残留检测方法。

#### 一、目的与要求

通过实验了解蔬菜水果中农药残留检测的一般程序，掌握农药残留测定的样品前处理、气相色谱仪器结构原理、检测方法等。

#### 二、实验原理

样品中残留的有机磷类农药用乙腈提取，提取液经脱水、浓缩、用气相色谱仪火焰光度检测器（FPD）检测。含有机磷的试样在富氢焰上燃烧，以 HPO 碎片的形式，放射出 526nm 的特性光，通过滤光片后，由光电倍增管接收，转换成电信号，经微电流放大器放大后被记录下来。试样在色谱柱中的保留时间与农药标准的保留时间比较而进行定性，残留农药的色谱峰面积与农药标准的色谱峰面积比较而进行定量。

### 三、仪器设备与试剂

#### 1、仪器

组织捣碎机；高速匀浆机；水浴锅；气相色谱仪（附火焰光度检测器）；其它实验室常用玻璃器皿、仪器设备。

#### 2、试剂

乙腈：分析纯；

丙酮：分析纯；

氯化钠：分析纯；

农药标准使用溶液。

### 四、实验内容与步骤

#### 1、样品制备

取不少于 1kg 的蔬菜样品，将可食部分用干净纱布轻轻擦去表面附着物，混匀或采用对角线分割法取对角部分，切碎，放入组织捣碎机中粉碎成匀浆，转移放入 250mL 烧杯中备用。

#### 2、提取

准确称取 25.0g 粉碎好的试样，放入 200mL 烧杯中，加入 50.0mL 乙腈，在高速匀浆机中匀浆 2min 后，用滤纸过滤到装有 5g~7g 氯化钠的 100mL 具塞量筒中，盖上塞子，用手震荡 1min 左右，静置 10min，使乙腈和水分层。

#### 3、浓缩

从上述具塞量筒中吸取 10.0mL 上层乙腈相溶液，放入 100mL 烧杯中，将烧杯放在通风橱内 80℃ 水浴锅顶上加温，使乙腈挥发近干。然后分次用少量丙酮溶解烧杯内样品，无损转移至 5mL 具塞试管中，重复洗几次，最后用丙酮定容至 5mL，盖上塞子，摇匀静置后待测。

#### 4、测定

##### 4.1 色谱条件

色谱柱：DB-17，30m×0.53mm×1.5 μ m。

温度：进样口 240℃；检测器 200℃；柱温 220℃。

气体及流量：载气（高纯 N<sub>2</sub>）恒流 5mL/min；压缩空气 115mL/min；氢气 90 mL/min。

##### 4.2 色谱分析

等仪器达到设定条件后，用 10μL 微量进样器，从进样口向色谱柱内注入 1μL 样品前处理定容液，由色谱工作站记录色谱信号（包括保留时间、峰面积等）。

在相同仪器状态条件下由进样口注入农药标准使用液 1μL，由色谱工作站记录色谱信号。

以样品色谱峰的保留时间与农药标准的保留时间比较而判断样品中是否含有该种农药残留，以样品残留农药色谱峰面积与农药标准色谱峰面积比较而定量计算样品中农药残留

量。

#### 5、定量计算

样品中被测农药残留量以质量分数  $\omega$  计，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按以下公式计算。

$$\omega = \frac{V_1 \times A \times V_3}{V_2 \times A_S \times m} \times \psi$$

式中：

$\psi$ —农药标准使用液中农药的浓度，mg/L；

$A$ —样品中被测农药的峰面积；

$A_S$ —农药标准溶液中被测农药的峰面积；

$V_1$ —提取溶剂的总体积，50mL；

$V_2$ —吸取出用于检测的提取溶液的体积，10mL；

$V_3$ —样品定容体积，5mL；

$m$ —样品的质量，g。

### 实验四、食品中铅的测定（原子吸收法）

具体方法参见 GB/T 5009.12-1996 食品中铅的测定方法（原子吸收光谱法）

#### 一、实验目的与要求

- （一）了解重金属的来源及对人体的危害
- （二）掌握原子吸收光谱仪的工作原理
- （三）熟悉样品预处理和消解的几种方法

#### 二、实验原理

样品经处理后，铅离子在一定 pH 条件下，导入原子吸收光谱仪中，火焰原子化后，吸收 217.0nm 共振线，其吸收量与铅含量成正比，与标准系列比较定量。

#### 三、实验试剂

分析过程中全部用水均使用去离子水，所使用的化学试剂均为优级纯以上。

3.1 硝酸。

3.2 过硫酸铵。

3.3 过氧化氢(30%)。

3.4 高氯酸。

3.5 硝酸(1+1)：取 50mL 硝酸慢慢加入 50mL 水中。

3.6 硝酸(0.5mol/L)：取 3.2mL 硝酸加入 50mL 水中，稀释至 100mL。

3.7 硝酸(1mol/L)：取 6.4mL 硝酸加入 50mL 水中，稀释至 100mL。

3.8 磷酸铵溶液(20g/L)：称取 2.0g 磷酸铵，以水溶解稀释至 100mL。

3.9 混合酸：硝酸+高氯酸(4+1)。取 4 份硝酸与 1 份高氯酸混合。

3.10 铅标准储备液：准确称取 1.000g 金属铅(99.99%)，分次加少量硝酸(1+1)，加热溶解，总量不超过 37mL，移入 1000mL 容量瓶，加水至刻度。混匀。此溶液每毫升含 1.0mg 铅。

3.11 铅标准使用液：每次吸取铅标准储备液 1.0mL 于 100mL 容量瓶中，加硝酸(0.5mol/L)或硝酸(1mol/L)至刻度。如此经多次稀释成每毫升含 100.0, 200.0, 500.0, 1000.0, 2000ng 铅的标准使用液。

#### 四、实验仪器

所用玻璃仪器均需以硝酸(1+5)浸泡过夜，用水反复冲洗，最后用去离子水冲洗干净。

4.1 Solaar M6 原子吸收分光光度计(附火焰原子化器及铅空心阴极灯)。

4.2 马弗炉

4.3 干燥恒温箱。

4.4 瓷坩埚。

4.5 压力消解器、压力消解罐或压力溶弹。

4.6 可调式电热板、可调式电炉。

#### 五、实验步骤

5.1 样品预处理

5.1.1 在采样和制备过程中，应注意不使样品污染。

5.1.2 粮食、豆类去杂物后，磨碎，过 20 目筛，储于塑料瓶中，保存备用。

5.1.3 蔬菜、水果、鱼类、肉类及蛋类等水分含量高的鲜样，用食品加工机或匀浆机打成匀浆，储于塑料瓶中，保存备用。

5.2 样品消解(可根据实验条件选用以下任何一种方法消解)

5.2.1 压力消解罐消解法：称取 1.00~2.00g 样品(干样、含脂肪高的样品<1.00g, 鲜样<2.0g 或按压力消解罐使用说明书称取样品)于聚四氟乙烯内罐，加硝酸 2~4mL 浸泡过夜。再加过氧化氢(30%)2~3mL(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，120~140℃保持3~4h，在箱内自然冷却至室温，用滴管将消化液洗入或过滤入(视消化后样品的盐分而定)10~25mL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。

5.2.2 干法灰化：称取5.00~10.00g(根据铅含量而定)样品于瓷坩埚中，先小火在可调式电热板上炭化至无烟，移入马弗炉500℃灰化6~8h时，冷却。若个别样品灰化不彻底，则加1mL混合酸在可调式电炉上小火加热，反复多次直到消化完全，放冷，用硝酸(0.5mol/L)将灰分溶解，用滴管将样品消化液洗入或过滤入(视消化后样品的盐分而定)10~25mL容量瓶中，用水少量多次洗涤瓷坩埚，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。

5.2.3 过硫酸铵灰化法：称取5.00~10.00g样品于瓷坩埚中，加2~4mL硝酸浸泡1h以上，先小火炭化，冷却后加2.00~3.00g过硫酸铵盖于上面，继续炭化至不冒烟，转入马弗炉，500℃恒温2h，再升至800℃，保持20min，冷却，加2~3mL硝酸(1.0mol/L)，用滴管将样品消化液洗入或过滤入(视消化后样品的盐分而定)10~25mL容量瓶中，用水少量多次洗涤瓷坩埚，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。

5.2.4 湿式消解法：称取样品10.00~20.00g于三角瓶或高脚烧杯中，放数粒玻璃珠，加10mL混合酸(或再加1~2mL硝酸)，加盖浸泡过夜，加一小漏斗电炉上消解，若变棕黑色，再加混合酸，直至冒白烟，消化液呈无色透明或略带黄色，放冷用滴管将样品消化液洗入或过滤入(视消化后样品的盐分而定)10~25mL容量瓶中，用水少量多次洗涤三角瓶或高脚烧杯，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。

#### 5.2.5 萃取分离

视样品情况，吸取25~50mL上述制备的样液及试剂空白液，分别置于125mL分液漏斗中，补加水至60mL。加2mL柠檬酸铵溶液，溴百里酚蓝指示剂3~5滴，用氨水(1+1)调PH至溶液由黄变蓝，加硫酸铵溶液10mL，DDTC溶液10mL，摇匀。放置5min左右，加入10.0mL MIBK，剧烈振摇提取1min，静置分层后，弃去水层，将MIBK层放入10mL带塞刻度管中，备用。

#### 5.3 测定

饮品、酒类及包装材料浸泡液可经萃取直接进样测定。

萃取液进样，可适当减小乙炔气的流量。

5.3.1 仪器条件：参考条件为：波长217.0nm，狭缝0.5nm，灯电流5~7mA，空气流量0.8~1.0L/min；燃烧器高度7mm；BCD方式。

5.3.2 标准曲线绘制：配制铅标准使用液 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0mg/L 各 100mL, 注入火焰原子化器, 测得其吸光值并求得吸光值与浓度关系的一元线性回归方程。

5.3.3 样品测定：分别吸取样液和试剂空白液, 注入火焰原子化器, 测得其吸光值, 代入标准系列的一元线性回归方程中求得样液中铅含量。

5.3.4 基体改进剂的使用：对有干扰样品, 则注入适量的基体改进剂, 如磷酸铵溶液 (20g/L) (一般为 5%) 消除干扰。绘制铅标准曲线时也要加入与样品测定时等量的基体改进剂磷酸铵溶液。

## 六、 计算

$$X_2 = \frac{(m_4 - m_5) \times 1\,000}{m_6 \times V_5 / V_4 \times 1\,000} \dots\dots\dots(2)$$

式中：X<sub>2</sub>——样品中铅的含量, mg/kg 或 mg/L;

m<sub>4</sub>——测定用样品液中铅的质量, μg;

m<sub>5</sub>——试剂空白液中铅的质量, μg;

m<sub>6</sub>——样品质量(体积), g(mL);

V<sub>4</sub>——样品处理液的总体积, mL;

V<sub>5</sub>——测定用样品处理液的总体积, mL。

结果的表述：报告算术平均值的二位有效数字。

## 七、 允许差

相对相差 ≤ 20%。

### 注意：

- 1、使用浓酸、浓碱, 必须极为小心的操作, 防止溅失。用吸管量取这些试剂时, 必须使用橡皮球, 绝对不能用口吸。若不慎溅在实验台或地面, 必须及时用湿抹布擦洗干净。如果触及皮肤, 应立即治疗, (本实验所用试剂如触及皮肤, 用水立即冲洗即可。)