



中华人民共和国国家标准

GB 31604.33—2016

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 镍迁移量的测定

2016-10-19 发布

2017-04-19 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 5009.81—2003《不锈钢食具容器卫生标准的分析方法》和 SN/T 2829—2011《食品接触材料 金属材料 食品模拟物中重金属含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》中镍的迁移量测定方法。

本标准与 GB/T 5009.81—2003 中镍的测定方法相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品接触材料及制品 镍迁移量的测定”;
- 增加电感耦合等离子体质谱法和电感耦合等离子体发射光谱法。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 镍迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品在食品模拟物中浸泡后镍迁移量测定的石墨炉原子吸收光谱法、电感耦合等离子体质谱法、电感耦合等离子体发射光谱法和丁二酮肟比色法。

本标准适用于食品接触材料及制品中镍迁移量的测定。

第一法 石墨炉原子吸收光谱法

2 原理

采用食品模拟物浸泡食品接触材料及制品中预期与食品接触的部分,浸泡液经石墨炉原子化,在232.0 nm处测定的吸收值在一定浓度范围内与镍含量成正比,与标准系列比较定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为GB/T 6682规定的二级水。

3.1 试剂

3.1.1 硝酸(HNO_3)。

3.1.2 磷酸二氢铵($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$)。

3.1.3 配制食品模拟物所需试剂:依据GB 31604.1的规定。

3.2 试剂配制

3.2.1 硝酸溶液(1+1):量取250 mL硝酸,加入250 mL水中,混匀。

3.2.2 硝酸溶液(5+95):量取50 mL硝酸,加入950 mL水中,混匀。

3.2.3 食品模拟物:按照GB 5009.156的规定配制。

3.2.4 磷酸二氢铵溶液(20 g/L):称取2.0 g磷酸二氢铵,用水溶解,定容至100 mL。

3.3 标准品

金属镍(Ni,CAS号:7440-02-0):纯度 $\geq 99.99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 镍标准储备液(1 000 mg/L):准确称取1 g金属镍(精确至0.001 g),加少量硝酸溶液(1+1),加热直至镍完全溶解,然后转入1 000 mL容量瓶,加水至刻度,混匀。或采用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液稀释。

3.4.2 镍标准中间液(10.0 mg/L):吸取镍标准储备液 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5+95)稀释至刻度,混匀。

3.4.3 镍标准使用液(1.00 mg/L):吸取镍标准储备液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5+95)稀释至刻度,混匀。

3.4.4 镍标准系列溶液:准确吸取镍标准使用液(1.00 mg/L)0 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 分别置于 50 mL 容量瓶中,用相应食品模拟物稀释至刻度,混匀,浓度为 0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、40.0 $\mu\text{g/L}$ 、60.0 $\mu\text{g/L}$ 、80.0 $\mu\text{g/L}$ 。

注:可根据仪器的灵敏度、线性范围以及样液中镍实际含量确定标准系列溶液中镍的浓度和范围。若所选食品模拟物为中性或碱性,则需添加适量硝酸使该溶液中硝酸浓度约为 5%(体积分数)。

4 仪器和设备

注:所有玻璃器皿均需用硝酸溶液(1+5)浸泡过夜,用水冲洗干净备用。

4.1 原子吸收光谱仪:配石墨炉原子化器,镍空心阴极灯。

4.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5 分析步骤

5.1 试样的预处理

根据待测样品的预期用途和使用条件,按照 GB 5009.156 和 GB 31604.1 规定的迁移试验方法及试验条件进行迁移试验。浸泡液经充分混匀后,取部分浸泡试液用于分析。若浸泡试液为中性或碱性,则添加适量硝酸使试液中硝酸浓度约为 5%(体积分数)。同时做试样空白试验。

5.2 测定

5.2.1 仪器测试条件

仪器参考条件见表 A.1。

5.2.2 标准曲线的制作

按浓度由低到高的顺序分别吸取 10 μL 镍标准系列溶液和 5 μL 磷酸二氢铵溶液(20 g/L)(可根据所使用的仪器确定最佳进样量)同时注入石墨炉中,经原子化后测定其吸光值,以标准系列浓度为横坐标,对应的吸光值为纵坐标绘制标准曲线。

5.2.3 试样测定

在与测定标准溶液相同的试验条件下,吸取 10 μL 样品溶液和 5 μL 磷酸二氢铵溶液(20 g/L)(可根据所使用的仪器确定最佳进样量)同时注入石墨炉中,经原子化后测定其吸光度值,与标准系列比较定量。同时测试试样空白溶液。

6 分析结果的表述

由标准曲线得到试样溶液中镍的浓度,扣除空白值后按 GB 5009.156 进行迁移量计算,得到食品接触材料及制品中镍的迁移量。计算结果保留三位有效数字。

7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

8 其他

本方法检出限为 1 $\mu\text{g/L}$, 定量限为 3 $\mu\text{g/L}$ 。

第二法 电感耦合等离子体质谱法

见 GB 31604.49。

第三法 电感耦合等离子体发射光谱法

见 GB 31604.49。

第四法 丁二酮肟比色法

9 原理

食品模拟物试液中的镍在弱碱性条件下,与丁二酮肟反应生成红色络合物,用三氯甲烷萃取。向三氯甲烷萃取液中加入稀盐酸反萃取,向稀盐酸萃取液中加入溴水,再加氨水脱色,然后与碱性丁二酮肟反应生成红色络合物,与标准系列比较定量。

10 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

10.1 试剂

- 10.1.1 枸橼酸氢二铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7]$ 。
- 10.1.2 丁二酮肟 $[(\text{CH}_3)_2\text{C}_2(\text{NOH})_2]$ 。
- 10.1.3 乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)。
- 10.1.4 三氯甲烷(CHCl_3)。
- 10.1.5 溴水(Br_2)。
- 10.1.6 氢氧化钠(NaOH)。
- 10.1.7 盐酸(HCl)。
- 10.1.8 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。
- 10.1.9 硝酸(HNO_3):优级纯。
- 10.1.10 配制食品模拟物所需试剂:依据 GB 31604.1 的规定。

10.2 试剂配制

- 10.2.1 枸橼酸氢二铵溶液(100 g/L):称取 10 g 枸橼酸氢二铵溶于水至 100 mL。

- 10.2.2 乙醇溶液(95+5):向 95 mL 乙醇中加入 5 mL 水,混匀。
- 10.2.3 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L):称取 1 g 丁二酮肟溶于 100 mL 乙醇溶液(95+5)中,混匀。如有不溶解物,过滤,滤液备用。
- 10.2.4 氢氧化钠溶液(0.2 mol/L):称取 1.0 g 氢氧化钠溶于 125 mL 水中。
- 10.2.5 碱性丁二酮肟溶液(10 g/L):称取 1 g 丁二酮肟溶于 100 mL 氢氧化钠溶液(0.2 mol/L)中,混匀。
- 10.2.6 氢氧化钠溶液(20%):称取 20 g 氢氧化钠用水定容至 100 mL。
- 10.2.7 盐酸溶液(0.5 mol/L):量取 20.9 mL 盐酸,用水稀释至 500 mL,混匀。
- 10.2.8 氨水溶液(5 mol/L):量取 33.8 mL 氨水,用水稀释至 100 mL,混匀。
- 10.2.9 氨水溶液(2 mol/L):量取 13.5 mL 氨水,用水稀释至 100 mL,混匀。
- 10.2.10 氨水溶液(0.3 mol/L):量取 20.3 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 10.2.11 硝酸溶液(1+1):量取 100 mL 硝酸,缓慢加入 100 mL 水中,混匀。
- 10.2.12 硝酸溶液(5+95):量取 10 mL 硝酸,缓慢加入 190 mL 水中,混匀。
- 10.2.13 食品模拟物:按照 GB 5009.156 的规定配制。

10.3 标准品

金属镍(Ni,CAS号:7440-02-0):纯度 $\geq 99.99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

10.4 标准溶液配制

- 10.4.1 镍标准储备液(1 000 mg/L):准确称取 1 g 金属镍(精确至 0.001 g),加少量硝酸溶液(1+1),加热直至镍完全溶解,然后转入 1 000 mL 容量瓶,加水至刻度,混匀。或采用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液稀释。
- 10.4.2 镍标准使用液(10.0 mg/L):吸取镍标准储备液(1 000 mg/L)1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5+95)稀释至刻度,混匀。

11 仪器和设备

注:所有玻璃器皿均需用硝酸溶液(1+5)浸泡过夜,用水冲洗干净备用。

- 11.1 分光光度计:配 1 cm 比色杯。
- 11.2 分析天平:感量 0.1 mg。

12 分析步骤

12.1 试样的预处理

同 5.1。

12.2 测定

12.2.1 标准曲线的制作

分别吸取镍标准使用液(10.0 mg/L)0 mL、0.250 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 至 100 mL 容量瓶中,加食品模拟物定容至刻度,对应的浓度系列为 0 $\mu\text{g/L}$ 、25.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 、200 $\mu\text{g/L}$ 、300 $\mu\text{g/L}$ 、400 $\mu\text{g/L}$ 、500 $\mu\text{g/L}$ 。加氢氧化钠溶液(20%)调至中性或弱碱性,放置 2 h,过滤,滤液移入 250 mL 分液漏斗中,加 2 mL 枸橼酸氢二铵溶液(100 g/L),加

数滴氨水溶液(2 mol/L)调溶液 pH 为 8~9。加 2 mL 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L),加 10 mL 三氯甲烷,剧烈振摇 1 min,静置,将三氯甲烷分离至 60 mL 分液漏斗中。向水层加三氯甲烷 5 mL 按上述操作反复进行两次,合并三氯甲烷液,弃去水层。用 10 mL 氨水溶液(0.3 mol/L)洗涤三氯甲烷层,剧烈振摇 30 s,静置,分离三氯甲烷层于另一 60 mL 分液漏斗中,向该漏斗中加 10 mL 盐酸溶液(0.5 mol/L),剧烈振摇 1 min,静置,分离三氯甲烷层于另一分液漏斗中;加 5 mL 盐酸溶液(0.5 mol/L)同上操作,合并盐酸液,移入 25 mL 具塞比色管中,加 2 mL 溴水,振摇。静置 1 min,加氨水溶液(5 mol/L)至无色,再多加 2 mL 氨水溶液(5 mol/L),在流水中冷至室温;加 2 mL 碱性丁二酮肟溶液(10 g/L),加水至 25 mL 充分混合,放置 20 min,于 540 nm 处测定吸光度。以吸光度为纵坐标,标准浓度为横坐标,绘制标准曲线。

12.2.2 试样测定

取试样浸泡液 100 mL,加氢氧化钠溶液(20%)调至中性或弱碱性,放置 2 h,过滤,滤液移入 250 mL 分液漏斗中,加 2 mL 枸橼酸氢二铵溶液(100 g/L),加数滴氨水溶液(2 mol/L)调溶液 pH 为 8~9。加 2 mL 丁二酮肟乙醇溶液(10 g/L),加 10 mL 三氯甲烷,剧烈振摇 1 min,静置,将三氯甲烷分离至 60 mL 分液漏斗中。向水层加三氯甲烷 5 mL 按上述操作反复进行两次,合并三氯甲烷液,弃去水层。用 10 mL 氨水溶液(0.3 mol/L)洗涤三氯甲烷层,剧烈振摇 30 s,静置,分离三氯甲烷层于另一 60 mL 分液漏斗中,向该漏斗中加 10 mL 盐酸溶液(0.5 mol/L),剧烈振摇 1 min,静置,分离三氯甲烷层于另一分液漏斗中;加 5 mL 盐酸溶液(0.5 mol/L)同上操作,合并盐酸液,移入 25 mL 具塞比色管中,加 2 mL 溴水,振摇。静置 1 min,加氨水溶液(5 mol/L)至无色,再多加 2 mL 氨水溶液(5 mol/L),在流水中冷至室温;加 2 mL 碱性丁二酮肟溶液(10 g/L),加水至 25 mL 充分混合,放置 20 min,于 540 nm 处测定吸光度。另取 100 mL 食品模拟物,同时测定试剂空白。

13 分析结果的表述

同 6。

14 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

15 其他

本方法检出限为 0.03 mg/L,定量限为 0.09 mg/L。

附 录 A

石墨炉原子吸收光谱仪参考升温程序

石墨炉原子吸收光谱仪参考升温程序见表 A.1。

表 A.1 石墨炉原子吸收光谱仪参考升温程序

元素	波长 nm	狭缝 nm	灯电流 mA	内气流量 L/min	干燥		灰化		原子化	
					温度/℃	时间/s	温度/℃	时间/s	温度/℃	时间/s
镍	232.0	0.2	5~7	0.3	85~130	30~50	500~750	20	2 600	4~5