



中华人民共和国国家标准

GB 31604.24—2016

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 镉迁移量的测定

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 5009.62—2003《陶瓷制食具容器卫生标准的分析方法》、GB/T 5009.63—2003《搪瓷制食具容器卫生标准的分析方法》、GB/T 5009.72—2003《铝制食具容器卫生标准的分析方法》、GB/T 5009.81—2003《不锈钢食具容器卫生标准的分析方法》、GB/T 3534—2002《日用陶瓷器铅、镉溶出量的测定方法》、GB 8058—2003《陶瓷烹调器铅、镉溶出量允许极限和检测方法》、GB/T 21170—2007《玻璃容器 铅、镉溶出量的测定方法》、SN/T 2597—2010《食品接触材料 高分子材料 铅、镉、铬、砷、锑、锆迁移量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》、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》和 SN/T 2886—2011《出口食品接触材料 玻璃容器类模拟物中铅、镉溶出测定 火焰原子吸收光谱法》中镉迁移量的测定。

本标准与 GB/T 5009.62—2003 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品接触材料及制品 镉迁移量的测定”;
- 增加了石墨炉原子吸收光谱法;
- 增加了电感耦合等离子体质谱法;
- 增加了电感耦合等离子体发射光谱法;
- 删除二硫脲比色法。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 镉迁移量的测定

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镉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火焰原子吸收光谱法。

本标准适用于食品接触材料及其制品中镉迁移量的测定。

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228.8 nm处测定的吸收值在一定浓度范围内与镉含量成正比,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(HNO₃)。

3.1.2 磷酸二氢铵(NH₄H₂PO₄)。

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 食品模拟物:按照GB 5009.156的规定配制。

3.2.2 硝酸溶液(1+9):量取10 mL硝酸,加至90 mL水中,混匀。

3.2.3 硝酸溶液(5+95):吸取50 mL硝酸,加至950 mL水中,混匀。

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

氯化镉(CdCl₂ · $\frac{5}{2}$ H₂O, CAS号:7790-78-5):纯度>99.99%,或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的镉标准溶液。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 镉标准储备液(100.0 mg/L):准确称取0.203 2 g(精确至0.000 1 g)氯化镉,用少量硝酸溶液(1+9)溶解,移入1 000 mL容量瓶,加水至刻度,混匀。

3.4.2 镉标准中间液(100 μg/L):吸取镉标准储备液1.00 mL于1 000 mL容量瓶中,加硝酸溶液(5+

95)至刻度,混匀。

3.4.3 镉标准系列溶液:分别吸取镉标准中间液($100\ \mu\text{g}/\text{L}$) $0\ \text{mL}$ 、 $0.500\ \text{mL}$ 、 $1.00\ \text{mL}$ 、 $2.00\ \text{mL}$ 、 $3.00\ \text{mL}$ 、 $4.00\ \text{mL}$ 于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中,加相应的食品模拟物至刻度,混匀。使标准溶液系列浓度分别为 $0\ \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $0.500\ \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $1.00\ \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $2.00\ \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $3.00\ \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $4.00\ \mu\text{g}/\text{L}$ 。

注:可根据仪器的灵敏度、线性范围及浸泡液中镉的实际浓度确定标准溶液系列中镉的具体浓度。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:所有玻璃器皿均需硝酸溶液(1+5)浸泡过夜,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净。

4.1 石墨炉原子吸收光谱仪:配石墨炉原子化器,镉空心阴极灯。

4.2 分析天平:感量 $0.1\ \text{mg}$ 。

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 仪器参考条件

仪器参考条件见表 A.1。

5.2.2 标准曲线制作

按浓度由低到高的顺序分别取 $10\ \mu\text{L}$ 镉标准系列溶液和 $5\ \mu\text{L}$ 磷酸二氢铵溶液($20\ \text{g}/\text{L}$)(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制作标准曲线。

5.2.3 试样溶液测定

分别取 $10\ \mu\text{L}$ 空白溶液、试样浸泡液和 $5\ \mu\text{L}$ 磷酸二氢铵溶液($20\ \text{g}/\text{L}$)(可根据所使用的仪器确定最佳进样量),同时注入石墨炉中,原子化后测其吸光度值,与标准系列比较定量。

6 分析结果的表述

由标准曲线得到试样溶液中镉的浓度,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镉的迁移量。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

方法检出限为 0.03 $\mu\text{g/L}$, 定量限为 0.1 $\mu\text{g/L}$ 。

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 火焰原子吸收光谱法

9 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, 浸泡液经火焰原子化, 在 228.8 nm 处测定的吸收值在一定浓度范围内与镉含量成正比, 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优级纯, 水为 GB/T 6682 规定的二级水。

10.1 试剂

10.1.1 硝酸(HNO_3)。

10.1.2 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 食品模拟物: 按照 GB 5009.156 的规定配制。

10.2.2 硝酸溶液(1+9): 量取 50 mL 硝酸, 加至 450 mL 水中, 混匀。

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

10.3 标准品

氯化镉($\text{CdCl}_2 \cdot \frac{5}{2} \text{H}_2\text{O}$, CAS 号: 7790-78-5): 纯度 $> 99.99\%$, 或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的镉标准溶液。

10.4 标准溶液配制

10.4.1 镉标准储备液(100.0 mg/L): 准确称取 0.203 2 g(精确至 0.000 1 g)氯化镉, 用少量硝酸溶液(1+9)溶解, 移入 1 000 mL 容量瓶, 加水至刻度, 混匀。

10.4.2 镉标准中间液(10.0 mg/L): 吸取镉标准储备液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加硝酸溶液(5+95)至刻度, 混匀。

10.4.3 镉标准系列溶液:分别吸取镉标准中间液(10.0 mg/L)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL于100 mL容量瓶中,加相应食品模拟物至刻度,混匀。使标准溶液系列浓度分别为0 mg/L、0.100 mg/L、0.200 mg/L、0.400 mg/L、0.600 mg/L、0.800 mg/L。

注:可根据仪器的灵敏度、线性范围及浸泡液中镉的实际浓度确定标准溶液系列中镉的具体浓度。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)。

11 仪器和设备

注:所有玻璃器皿均需硝酸溶液(1+5)浸泡过夜,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净。

11.1 火焰原子吸收光谱仪:配火焰原子化器、镉空心阴极灯。

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 仪器参考条件

仪器参考条件见B.1。

12.2.2 标准曲线制作

按浓度由低到高的顺序将镉标准系列溶液在火焰原子吸收光谱仪上测定,测得吸光值。以标准系列溶液浓度为横坐标,对应的吸光值为纵坐标制作标准曲线。

12.2.3 试样溶液测定

将空白液和试样浸泡液分别导入火焰原子吸收光谱仪中测定,与标准曲线比较定量。

13 分析结果的表述

由标准曲线得到试样溶液中镉的浓度,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镉的迁移量。计算结果保留三位有效数字。

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10%。

15 其他

方法检出限为0.007 mg/L,定量限为0.02 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
镉	228.8	0.5	2~10	0.3	85~130	30~50	400~550	20	1 800~2 100	4~5

附 录 B

火焰原子吸收光谱仪操作参考条件

火焰原子吸收光谱仪操作参考条件见表 B.1。

表 B.1 火焰原子吸收光谱仪操作参考条件

元素	波长 nm	狭缝 nm	灯电流 mA	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min
镉	228.8	0.5	2~10	13.5	2.0
