



中华人民共和国国家标准

GB 31604.34—2016

食品安全国家标准 食品接触材料及制品 铅的测定和迁移量的测定

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 5009.78—2003《食品包装用原纸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》、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》和 SN/T 2594—2010《食品接触材料 软木塞中铅、镉、铬、砷的测定 电感耦合等离子体质谱法》中铅的测定和迁移量的测定。

本标准与 GB/T 5009.62—2003 相比,主要变化如下:

- 标准名称改为“食品安全国家标准 食品接触材料及制品 铅的测定和迁移量的测定”;
- 增加了铅的测定;
- 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;
- 删除了二硫脲比色法。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品

铅的测定和迁移量的测定

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铅迁移量及纸制品、软木塞中铅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铅迁移量及纸制品、软木塞中铅的测定。

第一部分 铅的测定

第一法 石墨炉原子吸收光谱法

2 原理

纸制品、软木塞等经粉碎后,采用干法消解,消解液经石墨炉原子化,在 283.3 nm 处测定的吸收值在一定浓度范围内与铅含量成正比,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 硝酸钯[Pd(NO₃)₂]。

3.2 试剂配制

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

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

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

3.2.4 磷酸二氢铵-硝酸钯溶液:称取 0.020 g 硝酸钯,加少量硝酸溶液(1+9)溶解后,再加入 2.0 g 磷酸二氢铵,溶解后用硝酸溶液(5+95)定容至 100 mL,混匀。

3.3 标准品

硝酸铅[Pb(NO₃)₂,CAS 号:10099-74-8]: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铅标准溶液。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 铅标准储备液(1 000 mg/L):准确称取 1.598 5 g(精确至 0.000 1 g)硝酸铅,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 铅标准中间液(1.00 mg/L):吸取铅标准储备液 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 铅标准系列溶液:分别吸取铅标准中间液(1.00 mg/L)0 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5+95)至刻度,混匀。此铅标准系列溶液的浓度分别为 0 $\mu\text{g/L}$ 、5.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、30.0 $\mu\text{g/L}$ 、40.0 $\mu\text{g/L}$ 。

注:可根据仪器的灵敏度、线性范围及样品中铅的实际含量确定标准溶液系列中铅的具体浓度。

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 原子吸收光谱仪:配石墨炉原子化器,附铅空心阴极灯。

4.2 可调式电热板。

4.3 马弗炉。

4.4 分析天平:感量为 0.1 mg 和 1 mg。

5 分析步骤

5.1 试样的消解

取适量样品,粉碎混匀。称取试样 1 g~5 g(精确至 0.001 g)于坩埚中,先小火在可调式电热板上炭化至无烟,移入马弗炉 500 $^{\circ}\text{C}$ 灰化 6 h~8 h,冷却。若个别试样灰化不彻底,则加 1 mL 硝酸在可调式电热板上小火加热,反复多次直到消化完全,放冷,用硝酸溶液(1+1)将灰分溶解,并转移入 25 mL 容量瓶中,用水少量多次洗涤坩埚,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 测定

5.2.1 仪器测试条件

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将 10 μL 铅标准系列溶液和 5 μL 硝酸钡-磷酸二氢铵溶液(可根据所使用的仪器确定最佳进样量)同时注入石墨炉,原子化后测其吸光度值,以浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,制作标准曲线。

5.2.3 试样测定

将 10 μL 空白溶液或试样溶液和 5 μL 硝酸钡-磷酸二氢铵溶液(可根据所使用的仪器确定最佳进样量)同时注入石墨炉,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

试样中铅的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——试样中铅的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——试样溶液中铅的含量,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

ρ_0 ——空白溶液中铅的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——试样消化液的定容总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

1 000——换算系数。

当铅含量 ≥ 1.00 mg/kg时,计算结果保留三位有效数字,当铅含量 < 1.00 mg/kg时,计算结果保留两位有效数字。

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

以称样量1.0 g,定容至25 mL计算,方法检出限为0.05 mg/kg,定量限为0.10 mg/kg。

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。

第二部分 铅迁移量的测定

第一法 石墨炉原子吸收光谱法

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,浸泡液经石墨炉原子化,在283.3 nm处测定的吸光度值在一定浓度范围内与铅含量成正比,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(HNO₃)。

10.1.2 磷酸二氢铵(NH₄H₂PO₄)。

10.1.3 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(5+95):量取 50 mL 硝酸,加至 950 mL 水中,混匀。

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

10.2.4 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。

10.3 标准品

硝酸铅[Pb(NO₃)₂,CAS 号:10099-74-8]: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铅标准溶液。

10.4 标准溶液配制

10.4.1 铅标准储备液(1 000 mg/L):准确称取 1.598 5 g(精确至 0.000 1 g)硝酸铅,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 铅标准中间液(1.00 mg/L):吸取铅标准储备液 1.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5+95)至刻度,混匀。

10.4.3 铅标准系列溶液:分别吸取铅标准中间液(1.00 mg/L)0 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加相应食品模拟物至刻度,混匀。此铅标准系列溶液的浓度分别为 0 μg/L、5.00 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、40.0 μg/L、60.0 μg/L。

注:可根据仪器的灵敏度、线性范围及浸泡液中铅的实际浓度确定标准溶液系列中铅的具体浓度。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 石墨炉原子吸收光谱仪:配石墨炉原子化器,铅空心阴极灯。

11.2 分析天平:感量为 0.1 mg。

12 分析步骤

12.1 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。

12.2 测定

12.2.1 仪器参考条件

仪器参考条件见表 A.1。

12.2.2 标准曲线的制作

按浓度由低到高的顺序分别将 10 μL 铅标准系列溶液和 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,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。

12.2.3 试样溶液测定

将 10 μL 空白溶液或试样溶液浸与 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,原子化后测其吸光度值,与标准系列比较定量。

13 分析结果的表述

由标准曲线得到试样溶液中铅的浓度,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铅的迁移量。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 20%。

15 其他

方法检出限为 0.6 $\mu\text{g/L}$,定量限为 2.0 $\mu\text{g/L}$ 。

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

16 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 283.3 nm 处测定的吸收值在一定浓度范围内与铅含量成正比,与标准系列比较定量。

17 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。

17.1 试剂

17.1.1 硝酸(HNO₃)。

17.1.2 配制食品模拟物所需试剂:依据 GB 31604.1 的规定。

17.2 试剂配制

17.2.1 食品模拟物:按照 GB 5009.156 的规定配制。

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

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

17.3 标准品

硝酸铅[Pb(NO₃)₂,CAS 号:10099-74-8]: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铅标准溶液。

17.4 标准溶液配制

17.4.1 铅标准储备液(1 000 mg/L):准确称取 1.598 5 g(精确至 0.000 1 g)硝酸铅,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。

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

17.4.3 铅标准系列溶液:分别吸取铅标准中间液(10.0 mg/L)0 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 于 10.0 mL 容量瓶中,加相应食品模拟物至刻度,混匀。此铅标准系列溶液的浓度分别为 0 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、4.00 mg/L。

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

18 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。

18.1 火焰原子吸收光谱仪:配火焰原子化器,铅空心阴极灯。

18.2 分析天平:感量 0.1 mg。

19 分析步骤

19.1 试样的预处理

同 5.1。

19.2 测定

19.2.1 仪器参考条件

仪器参考条件见表 B.1。

19.2.2 标准曲线的制作

按浓度由低到高的顺序将铅标准系列溶液在火焰原子吸收光谱仪上测定,得到吸光值。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。

19.2.3 试样溶液测定

将空白溶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。

20 分析结果的表述

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

21 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%。

22 其他

方法检出限为 0.07 mg/L,定量限为 0.2 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
铅	283.3	0.5	5~7	0.3	85~130	30~50	500~700	20	1 900~2 200	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
铅	283.3	0.5	6~8	13.5	2.0
