



# 中华人民共和国国家标准

GB 31604.41—2016

---

## 食品安全国家标准

### 食品接触材料及制品 锑迁移量的测定

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 5009.101—2003《食品容器及包装材料用聚酯树脂及其成型品中锑的测定》、GB/T 5009.63—2003《搪瓷制食具容器卫生标准的分析方法》、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》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》中锑的测定方法。

本标准与 GB/T 5009.101—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 锑迁移量的测定”;
- 增加原子荧光光谱法、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 锑迁移量的测定

### 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锑迁移量测定的石墨炉原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、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孔雀绿分光光度法。

本标准适用于食品接触材料及制品锑迁移量的测定。

### 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231.2 nm处测定的吸收值在一定浓度范围内与锑含量成正比,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 磷酸二氢铵( $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ )。
- 3.1.2 盐酸(HCl)。
- 3.1.3 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )。
- 3.1.4 硝酸( $\text{HNO}_3$ )。
- 3.1.5 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 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。
- 3.2.3 盐酸溶液(1+9):量取10 mL盐酸,加水90 mL,混匀。

#### 3.3 标准品

金属锑(Sb,CAS号:7440-36-0):纯度 $>99.99\%$ ,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 锑标准储备液(500 mg/L):准确称取0.25 g(精确至0.000 1 g)金属锑,加25 mL浓硫酸,缓缓加热使其溶解,将此溶液定量转移至盛有约100 mL水的500 mL容量瓶中,以水稀释至刻度。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 铈标准中间液(5.00 mg/L):吸取储备液 1.00 mL,以盐酸溶液(1+9)稀释至 100 mL,混匀。

3.4.3 铈标准使用液(0.500 mg/L):吸取中间液 10.0 mL,以盐酸溶液(1+9)稀释至 100 mL,混匀。

3.4.4 铈标准系列溶液:吸取铈标准使用液(0.500 mg/L) 0 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 至 50mL 容量瓶中,加相应食品模拟物至刻度,混匀。对应的标准系列浓度为 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、线性范围及浸泡液中铈的实际浓度确定标准溶液系列中铈的具体浓度。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,铈空心阴极灯。

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 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  $\mu\text{L}$  铈标准系列溶液和 5  $\mu\text{L}$  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。

注:可根据仪器的灵敏度、线性范围以及样液中铈实际含量确定标准系列溶液中铈的浓度和范围。

#### 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  $\mu\text{L}$  样品溶液和 5  $\mu\text{L}$  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铈的浓度,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铈的迁移量。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 0.4  $\mu\text{g/L}$ , 定量限为 1.2  $\mu\text{g/L}$ 。

## 第二法 原子荧光光谱法

## 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, 浸泡液在盐酸介质中, 用硫脲将试液中的五价锑还原为三价锑, 再加入硼氢化钾与三价锑还原生成锑化氢, 以氩气为载气, 将锑化氢导入原子化器中原子化, 用原子荧光光谱法测定锑的含量。

## 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 规定的二级水。

### 10.1 试剂

- 10.1.1 氢氧化钠(NaOH)。
- 10.1.2 硼氢化钾(KBH<sub>4</sub>)。
- 10.1.3 硫脲(CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>S)。
- 10.1.4 抗坏血酸(C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>)。
- 10.1.5 盐酸(HCl): 优级纯。
- 10.1.6 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 盐酸溶液(1+9): 量取 50 mL 盐酸, 加入 450 mL 水中, 混匀。
- 10.2.2 盐酸溶液(5%): 量取 10 mL 盐酸, 加水至 200 mL, 混匀。现用现配。
- 10.2.3 硼氢化钾碱溶液(20 g/L): 称取 2.5 g 氢氧化钠溶于水, 完全溶解后加入 10 g 硼氢化钾, 加水至 500 mL, 混匀。现用现配。
- 10.2.4 硫脲-抗坏血酸溶液: 分别称取 10 g 硫脲和 10 g 抗坏血酸, 溶于水中, 加水定容至 100 mL。现用现配。
- 10.2.5 食品模拟物: 按照 GB 5009.156 的规定配制。

### 10.3 标准品

金属锑(Sb, CAS 号: 7440-36-0): 纯度 > 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 锑标准储备溶液(500 mg/L): 见 3.4.1。

10.4.2 铈标准中间液(10.0 mg/L):移取 2.00 mL 铈标准储备液(500 mg/L),置于 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(1+9)稀释至刻度,混匀。

10.4.3 铈标准使用液(0.100 mg/L):准确移取 1.00 mL 铈标准中间液(10.0 mg/L)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,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 原子荧光光谱仪:附铈空心阴极灯。

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 试液预还原

取 5.1 中试样浸泡溶液 20 mL 于 50 mL 容量瓶,加入 2.5 mL 盐酸和 5 mL 硫脲-抗坏血酸溶液,用水定容至 50 mL,混匀,放置 30 min 后待测。

### 12.3 测定

#### 12.3.1 仪器测试条件

原子荧光光谱仪测定铈的工作条件参见表 B.1。

#### 12.3.2 标准曲线的制作

准确移取铈标准使用液(0.100 mg/L)0 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入 20 mL 相应的食品模拟物,2.5 mL 盐酸和 5 mL 硫脲-抗坏血酸溶液,用水定容至刻度,制成质量浓度分别为 0  $\mu\text{g/L}$ 、1.00  $\mu\text{g/L}$ 、2.00  $\mu\text{g/L}$ 、4.00  $\mu\text{g/L}$ 、8.00  $\mu\text{g/L}$ 、10.0  $\mu\text{g/L}$  的铈标准系列溶液,摇匀后放置 30 min 后上机,以硼氢化钾溶液作为还原剂,以盐酸溶液(5%)为载流溶液,用原子荧光光谱仪依次测定标准系列溶液的荧光强度,以标准系列浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标绘制标准曲线。

注:可根据仪器的灵敏度、线性范围以及样液中铈实际含量确定标准系列溶液中铈的浓度和范围。

#### 12.3.3 试样测定

与标准曲线制作同样仪器条件下测量试样浸泡液的荧光强度,与标准工作曲线比较定量。同时测定试样空白。

## 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 0.3 μg/L, 定量限为 0.8 μg/L。

### 第三法 电感耦合等离子体质谱法

见 GB 31604.49。

### 第四法 电感耦合等离子体发射光谱法

见 GB 31604.49。

### 第五法 孔雀绿分光光度法

## 16 原理

将试液中的锑全部氧化成五价锑, 五价锑离子在一定的 pH 条件下能与三苯基甲烷染料孔雀绿形成绿色络合物, 生成的络合物用乙酸异戊酯萃取后, 萃取液在 628 nm 波长处的吸光度值与锑含量成正比。

## 17 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。

### 17.1 试剂

- 17.1.1 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )。
- 17.1.2 乙酸异戊酯 $[\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2]$ 。
- 17.1.3 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )。
- 17.1.4 亚硝酸钠( $\text{NaNO}_2$ )。
- 17.1.5 盐酸( $\text{HCl}$ )。
- 17.1.6 孔雀绿( $\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{N}_2\text{Cl}$ )。
- 17.1.7 柠檬酸钠( $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )。
- 17.1.8 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ): 优级纯。
- 17.1.9 磷酸( $\text{H}_3\text{PO}_4$ )。

### 17.2 试剂配制

- 17.2.1 氯化亚锡溶液(12%): 称取 12 g 氯化亚锡, 加 10 mL 盐酸加热溶解后, 加水至 100 mL。

- 17.2.2 亚硝酸钠溶液(20%):称取 20 g 亚硝酸钠,加水溶解并稀释至 100 mL。
- 17.2.3 尿素溶液(1 000 g/L):称取 50 g 尿素,加水溶解并稀释至 50 mL。
- 17.2.4 盐酸溶液(5+1):量取 200 mL 盐酸,加 40 mL 水,混匀。
- 17.2.5 孔雀绿溶液(0.2%):称取 0.20 g 孔雀绿,加水溶解并稀释至 100 mL。
- 17.2.6 柠檬酸钠溶液(20%):称取 20 g 柠檬酸钠,加水溶解并稀释至 100 mL。
- 17.2.7 硫酸溶液(1+5):量取 20 mL 硫酸,缓慢加入 100 mL 水中,混匀。

### 17.3 标准品

金属锑(Sb,CAS号:7440-36-0);纯度>99.99%。或经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

### 17.4 标准溶液配制

- 17.4.1 锑标准储备液(500 mg/L):同 3.4.1。
- 17.4.2 锑标准使用液(10.0 mg/L):取锑标准储备液 2 mL,以硫酸溶液(1+5)稀释至 100 mL。

## 18 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。

- 18.1 分光光度计:配 1 cm 比色杯。
- 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 标准曲线的制作

取锑标准使用液 0 mL、0.300 mL、0.400 mL、0.600 mL、0.800 mL、1.00 mL(相当于 0 μg、3.00 μg、4.00 μg、6.00 μg、8.00 μg、10.0 μg 锑),分别置于预先加有 4 mL 水、4 mL 盐酸溶液(5+1)的分液漏斗中,加入氯化亚锡溶液(12%)2 滴,混匀,放置 5 min,加入 1 mL 亚硝酸钠溶液(20%),混匀,并用橡胶吸球吹气,赶尽分液漏斗中的棕色氮氧化物气体,然后加入 2.5 mL 尿素溶液(1 000 g/L),充分振摇混匀,放至溶液中再无气泡逸出。加入孔雀绿溶液(0.2%)1 mL,加入 10 mL 柠檬酸钠溶液(20%),然后加入 5 mL 乙酸异戊酯,充分振摇 30 s,放置分层,弃除水相,有机相通过预先置有少许无水硫酸钠的小漏斗,经脱水后的有机相收集在小试管中,以零管作空白,用 1 cm 光程比色皿,在 628 nm 波长处进行测定,作吸光度-锑浓度标准曲线。

#### 19.2.2 试样测定

取试样溶液 50 mL,至蒸发皿中,加磷酸 2 滴,在微沸水浴上蒸发至近干(约残存 0.5 mL),用 4 mL 盐酸溶液(5+1)分次洗蒸发皿内容物至预先已有 1 mL 水的分液漏斗中,再以 3 mL 水分次洗蒸发皿,洗涤液合并入分液漏斗中,加氯化亚锡溶液(12%)2 滴,混匀后放置 5 min。加入 1 mL 亚硝酸钠溶液(20%),混匀,并用橡胶吸球吹气,赶尽分液漏斗中的棕色氮氧化物气体,然后加入 2.5 mL 尿素溶液(1 000 g/L),充分振摇混匀,放至溶液中再无气泡逸出。加入孔雀绿溶液(0.2%)1 mL,加入 10 mL 柠



柠檬酸钠溶液(20%),然后加入 5 mL 乙酸异戊酯,充分振摇 30 s,放置分层,弃除水相,有机相通过预先置有少许无水硫酸钠的小漏斗,经脱水后的有机相收集在小试管中,用 1 cm 光程比色皿,在 628 nm 波长处进行测定。同时取 50 mL 食品模拟物作试剂空白实验。

## 20 分析结果的表述

### 20.1 食品模拟物试液中锑的浓度

食品模拟物试液中锑的浓度按式(1)计算:

$$X = \frac{m - m_0}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $X$  ——食品模拟物试液中锑的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $m$  ——测定试样浸泡液中锑的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $m_0$  ——测定空白液中锑的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $V$  ——试样浸泡液体积,单位为毫升(mL)。

### 20.2 锑迁移量的计算

由 20.1 得到的食品模拟物试液中锑的浓度,按 GB 5009.156 进行迁移量的计算,得到食品接触材料及制品中锑的迁移量。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 20%。

## 22 其他

本方法检出限为 0.02 mg/L,定量限为 0.06 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		清除	
					温度/℃	时间/s	温度/℃	时间/s	温度/℃	时间/s	温度/℃	时间/s
铈	231.2	0.5	8~12	0.3	85~130	30~50	800~1 000	20	2 400	4~5	2 650	2

**附 录 B**  
**原子荧光光谱仪参考工作条件**

原子荧光光谱仪参考工作条件见表 B.1。

**表 B.1 原子荧光光谱仪参考工作条件**

参数名称	参考值	参数名称	参考值
负高压/ V	300	灯电流/mA	60
原子化器高度/ mm	8	读数时间/s	10
载气流量/(mL/min)	300	延迟时间/s	2
屏蔽气流量/(mL/min)	900	积分方式	峰面积

