



中华人民共和国国家标准

GB 31604.38—2016

食品安全国家标准 食品接触材料及制品 砷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 5009.68—2003《食品容器内壁过氯乙烯涂料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》、SN/T 2900—2011《出口食品接触材料 纸、再生纤维材料 砷的测定 原子荧光光谱法》、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》、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》、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》中砷的测定和迁移量的测定。

本标准与 GB/T 5009.68—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 砷的测定和迁移量的测定”;
- 增加了砷的测定;
- 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;
- 删除银盐法,砷斑法。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品

砷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砷迁移量及纸制品、软木塞中砷测定的氢化物原子荧光光谱法、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。

本标准适用于食品接触材料及制品中砷迁移量及纸制品、软木塞中砷的测定。

第一部分 砷的测定

第一法 氢化物原子荧光光谱法

2 原理

纸制品、软木塞等经粉碎后采用干灰化消解，消解液加入硫脲使五价砷预还原为三价砷，再与还原态氢生成砷化氢，由氙气载入石英原子化器中分解为原子态砷，在砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光，其荧光强度与被测液中的砷浓度成正比，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分析纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 氢氧化钾(KOH)。
- 3.1.2 硼氢化钾(KBH₄)。
- 3.1.3 硫脲(CN₂H₄S)。
- 3.1.4 抗坏血酸(C₆H₈O₆)。
- 3.1.5 硝酸(HNO₃):优级纯。
- 3.1.6 盐酸(HCl):优级纯。
- 3.1.7 六水合硝酸镁[Mg(NO₃)₂·6H₂O]。
- 3.1.8 氧化镁(MgO)。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 氢氧化钾溶液(5 g/L):称取 5 g 氢氧化钾用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 3.2.2 硼氢化钾碱溶液(10 g/L):称取硼氢化钾 10 g,用氢氧化钾溶液(5 g/L)溶解,并定容至 1 000 mL。该溶液现配现用。
- 3.2.3 预还原剂溶液:称取 5.0 g 硫脲,加约 80 mL 水溶解后,加入 5.0 g 抗坏血酸,完全溶解后,用水稀

释至 100 mL,混匀,现用现配。

3.2.4 盐酸溶液(5+95):量取 50 mL 盐酸倒入 950 mL 水中,混匀。

3.2.5 盐酸溶液(1+1):量取 50 mL 盐酸倒入 50 mL 水中,混匀。

3.2.6 硝酸镁溶液(150 g/L):称取 16.13 g 六水合硝酸镁用水稀释至 100 mL,混匀。

3.3 标准品

三氧化二砷(As_2O_3 ,CAS号:1327-53-3):纯度>99.99%,或一定浓度的经国家认证并授予标准物质证书的砷标准溶液。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 砷标准储备液(1 000 mg/L):使用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液或按 GB/T 602 规定制备。

3.4.2 砷标准中间液(1.00 mg/L):准确吸取砷标准储备液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,加盐酸溶液(5+95)至刻度,混匀。再准确吸取该砷标准溶液 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加盐酸溶液(5+95)至刻度,混匀。

3.4.3 砷标准系列溶液:分别吸取砷标准中间液 0 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加盐酸溶液(5+95)至刻度,混匀。此砷标准系列溶液浓度分别为 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、线性范围及浸泡液中砷的实际浓度确定标准溶液系列中砷的具体浓度。

4 仪器设备

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 原子荧光光度计:附砷空心阴极灯。

4.2 马弗炉。

4.3 分析天平:感量 1 mg。

5 分析步骤

5.1 试样的预处理

取适量试样,粉碎混匀。称取试样 1 g~3 g(精确至 0.001 g)于带盖坩埚中,加 10 mL 硝酸镁溶液(150 g/L),混匀,低热蒸干,将氧化镁 1 g 仔细覆盖在干渣上,于电炉上炭化至无黑烟,移入 550 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉灰化 4 h。取出放冷,小心加入 10 mL 盐酸溶液(1+1)以中和氧化镁并溶解灰分,转入 25 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(5+95)分次涮洗坩埚后转出合并于容量瓶中,最后用水定容至刻度,混匀备用。

5.2 测定

5.2.1 仪器测试条件

调整仪器性能至最佳状态,仪器参考条件:光电倍增管电压:400 V;砷空心阴极灯电流:35 mA;原子化器:温度 820 $^{\circ}\text{C}$ ~850 $^{\circ}\text{C}$;高度:8 mm;氩气流速:载气 400 mL/min。

5.2.2 标准曲线的制作

取 25 mL 比色管 6 支,依次准确加入砷标准系列溶液 20 mL,各加预还原剂溶液 5 mL,混匀,放置

30 min 后待测。将标准系列溶液按浓度由低到高的顺序分别导入原子荧光光度计后测其荧光强度值，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

取试样消解液 20 mL 于 25 mL 比色管中，加入预还原剂溶液 5 mL，混匀，放置 30 min 后上机测定，与标准系列比较定量，同时做空白试验。

6 分析结果的表述

试样中砷的含量按式(1)计算：

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

式中：

- X —— 试样中砷的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；
- ρ —— 测定试样消解液中砷的浓度，单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)；
- ρ_0 —— 空白液中砷的浓度，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。

当砷含量 ≥ 1.00 mg/kg 时，计算结果保留三位有效数字，当砷含量 < 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 0.5 g，定容至 25 mL 计算，方法检出限为 0.05 mg/kg，定量限为 0.15 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 砷迁移量的测定

第一法 氢化物原子荧光光谱法

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,浸泡液加入硫脲使五价砷还原为三价砷,再与还原态氢生成砷化氢,由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷,在砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,其荧光强度与被测液中的砷浓度成正比,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分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

10.1 试剂

- 10.1.1 氢氧化钾(KOH)。
- 10.1.2 硼氢化钾(KBH₄)。
- 10.1.3 硫脲(CN₂H₄S)。
- 10.1.4 抗坏血酸(C₆H₈O₆)。
- 10.1.5 盐酸(HCL):优级纯。
- 10.1.6 硝酸(HNO₃):优级纯。
- 10.1.7 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 氢氧化钾溶液(5 g/L):称取 5 g 氢氧化钾用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 10.2.2 硼氢化钾碱溶液(10 g/L):称取硼氢化钾 10 g,用氢氧化钾溶液(5 g/L)溶解,并定容至 1 000 mL。该溶液现配现用。
- 10.2.3 预还原剂溶液:称取 5.0 g 硫脲,加约 80 mL 水溶解后,加入 5.0 g 抗坏血酸,完全溶解后,用水稀释至 100 mL,混匀。该溶液现配现用。
- 10.2.4 食品模拟物:按照 GB 5009.156 的规定配制。
- 10.2.5 盐酸溶液(5+95):量取 50 mL 盐酸倒入 950 mL 水中,混匀。

10.3 标准品

三氧化二砷(As₂O₃,CAS号:1327-53-5):纯度>99.99%,或一定浓度的经国家认证并授予标准物质证书的砷标准溶液。

10.4 标准溶液配制

- 10.4.1 砷标准储备液(1 000 mg/L):使用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液或按 GB/T 602 规定制备。
- 10.4.2 砷标准中间液(1.00 mg/L):准确吸取砷标准储备液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,加盐酸溶液(5+95)至刻度,混匀。再准确吸取该砷标准溶液 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加盐酸溶液(5+95)至刻度,混匀。

10.4.3 砷标准系列溶液:分别吸取砷标准中间液 0 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL于 100 mL 容量瓶中,加相应食品模拟物至刻度,混匀。此砷标准系列溶液浓度分别为 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、线性范围及浸泡液中砷的实际浓度确定标准溶液系列中砷的具体浓度。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 原子荧光光度计:附砷空心阴极灯。

11.2 分析天平:感量为 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 仪器测试条件

调整仪器性能至最佳状态,仪器参考条件:光电倍增管电压:400 V;砷空心阴极灯电流:35 mA;原子化器:温度 820 $^{\circ}\text{C}$ ~850 $^{\circ}\text{C}$;高度:8 mm;氩气流速:载气 400 mL/min。

12.2.2 标准系列的制作

取 25 mL 比色管 6 支,依次准确加入砷标准系列溶液 20 mL,各加预还原剂溶液 5 mL,混匀,放置 30 min 后待测。将标准系列溶液按浓度由低到高的顺序分别导入原子荧光光度计后测其荧光强度值,以浓度为横坐标,吸光度值为纵坐标,制作标准曲线。

12.2.3 试样测定

取试样浸泡液 20 mL 于 25 mL 比色管中,加入预还原剂溶液 5 mL,混匀,放置 30 min 后上机测定,与标准系列比较定量,同时做空白试验。

13 分析结果的表述

由标准曲线得到试样溶液中砷的浓度,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砷的迁移量。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 0.001 mg/L,定量限为 0.003 mg/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。
