SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2829—2011

出口食品接触材料　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

Food contact materials for export—Metal materials—Determination of migrant heavy metals in food simulant—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

2011-02-25 发布　　2011-07-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中华人民共和国厦门出入境检验检疫局、中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：萧达辉、赵泉、钟志光、翟翠萍、周明辉、郑建国、刘莹峰、陈少鸿。

出口食品接触材料　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

1　范围

本标准规定了金属材料类食品接触材料在食品模拟液中重金属含量的电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定方法。

本标准适用于金属材料类食品接触材料(搪瓷制品、不锈钢制品和铝制品)于4%乙酸食品模拟液中砷(As)、镉(Cd)、铬(Cr)、铜(Cu)、汞(Hg)、镍(Ni)、铅(Pb)、锑(Sb)和锌(Zn)含量的测定。

2　规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本使用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 5009.63　搪瓷制食具容器卫生标准的分析方法

GB/T 5009.72　铝制食具容器卫生标准的分析方法

GB/T 5009.81　不锈钢食具容器卫生标准的分析方法

GB/T 6682　分析实验室用水规格和试验方法

JJG 015　电感耦合等离子体原子发射光谱仪检定规程

3　方法原理

对金属材料类食品接触材料(搪瓷制品、不锈钢制品和铝制品)经4%乙酸食品模拟液浸泡后,采用ICP-OES法测定模拟液中重金属含量。

4　试剂

除本标准特殊规定外,均使用优级纯试剂和符合GB/T 6682中规定的一级水。

4.1　4%乙酸:量取4 mL乙酸,加水稀释至100 mL。

4.2　标准储备液:

4.2.1　砷标准溶液,含As浓度为1 000 μg/mL。

4.2.2　镉标准溶液,含Cd浓度为1 000 μg/mL。

4.2.3　铬标准溶液,含Cr浓度为1 000 μg/mL。

4.2.4　铜标准溶液,含Cu浓度为1 000 μg/mL。

4.2.5　汞标准溶液,含Hg浓度为1 000 μg/mL。

4.2.6　镍标准溶液,含Ni浓度为1 000 μg/mL。

4.2.7　铅标准溶液,含Pb浓度为1 000 μg/mL。

4.2.8　锑标准溶液,含Sb浓度为100 μg/mL。

4.2.9 锌标准溶液，含 Zn 浓度为 1 000 μg/mL。

4.3 氩气，纯度≥99.99%。

5 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪，符合 JJG 015 检定要求。

6 浸泡条件

6.1 搪瓷制品

按照 GB/T 5009.63 对试样进行浸泡。

6.2 铝制品

按照 GB/T 5009.72 对试样进行浸泡。

6.3 不锈钢制品

按照 GB/T 5009.81 对试样进行浸泡。

7 分析步骤

7.1 校准曲线的绘制

准确吸取相应体积的标准储备液(4.2)，分别移入 6 只 100 mL 容量瓶中，以 4%乙酸(4.1)定容。使各元素浓度如表 1 和表 2 所列。

表 1 混合标准系列溶液

单位为毫克每升

标准系列	元素浓度							
	As	Cd	Cr	Cu	Ni	Pb	Sb	Zn
0	0	0	0	0	0	0	0	0
1	0.02	0.01	0.01	0.5	0.5	0.1	0.03	0.5
2	0.04	0.02	0.05	1.0	1.0	0.2	0.05	1.0
3	0.10	0.05	0.10	5.0	3.0	0.5	0.10	3.0
4	0.50	0.10	0.20	10	5.0	1.0	0.25	5.0
5	1.0	0.50	0.50	20	10	10	0.50	10

表 2 汞标准系列溶液

单位为毫克每升

标准系列	0	1	2	3	4
Hg 元素浓度	0	0.05	0.10	0.50	1.0

启动 ICP-OES，调整仪器的工作条件和测量参数至最佳状态(参见附录 A)。

将标准溶液系列依次导入等离子体发射光谱仪，测量各元素分析波长(参见附录 A)的光谱信号，以

强度为 Y 轴，每个标准溶液中各被测元素的浓度(mg/L)为 X 轴，得到各元素的工作曲线，并作线性回归方程，计算相关系数。

各待测元素工作曲线的线性相关系数应大于 0.995。

7.2 样品测定

将试液液导入等离子体发射光谱仪，分别测量各待测元素的光谱强度，依据工作曲线，可得出各相应元素的浓度。超过曲线线性范围时试液应进行稀释。随同作空白试验。

8 结果计算

模拟液中各元素含量按式(1)计算：

$$X=(c-c_0)\times F \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X ——模拟液中待测元素的含量，单位为毫克每升(mg/L)；

c ——仪器测得试液中待测元素的含量，单位为毫克每升(mg/L)；

c_0 ——空白溶液中待测元素的含量，单位为毫克每升(mg/L)；

F ——试液稀释倍数(不稀释时 F 为 1)。

结果取两次测量结果的算术平均值，保留两位有效数字。

9 测定低限

各重金属的测定低限如表 3 所示。

表 3 本方法各重金属的测定低限

单位为毫克每升

元 素	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Sb	Zn
测定低限	0.02	0.01	0.01	0.05	0.02	0.05	0.10	0.02	0.05

10 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超过算术平均值的 10%。

SN/T 2829—2011

附 录 A
（资料性附录）
仪器参考工作条件及各元素推荐分析波长

A.1 ICP-OES测定食品接触材料重金属迁移量的参考工作条件见表A.1。

表A.1 ICP-OES参考工作条件

仪器参数	工作条件
射频功率	1 150 W
观测方向	水平观测
雾化气流量	0.40 L/min
辅助气流量	0.80 L/min
冷却气流量	13 L/min
蠕动泵转速	60 rpm
积分时间	短波：15 s
	长波：25 s

注：不同型号仪器根据实际情况而定，上述仪器参数和工作条件仅供参考。

A.2 测定中各种金属元素的推荐分析波长见表A.2。

表A.2 元素推荐分析波长 单位为纳米

分析元素	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Sb	Zn
分析波长	189.042 193.759	214.438 226.502	267.716 283.563	324.754 327.396	184.950 194.227	221.647 231.604	220.353 283.306	206.833 217.581	202.548 213.856

注：考虑到不同型号仪器存在个体差异，具体分析波长可根据实际情况选定。