

上海市食品接触材料协会团体标准

食品接触材料着色剂中盐酸可溶物(锑、砷、钡、镉、铬、铅、汞和硒)的测定

Food contact material Determination of hydrochloric acid soluble matter
(antimony, arsenic, barium, cadmium, chromium, lead, mercury and
selenium) in colorant

(征求意见稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

上海市食品接触材料协会 发布

前 言

本文件参照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由上海市食品接触材料协会提出。

本文件由上海市食品接触材料协会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

食品接触材料 着色剂中盐酸可溶物（锑、砷、钡、镉、铬、铅、汞和硒）的测定

1 范围

本文件规定了食品接触材料着色剂中盐酸可溶物（锑、砷、钡、镉、铬、铅、汞和硒）的测定方法。
本文件规定了食品接触材料着色剂中盐酸可溶物（锑、砷、钡、镉、铬、铅、汞和硒）的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 5009.156 食品安全国家标准食品接触材料及制品迁移试验预处理方法通则

GB 9685 食品安全国家标准食品接触材料及制品用添加剂使用标准

3 原理

在规定条件下，将试样中的可溶性有害元素提取出来，提取液经雾化由载气送入等离子体，在高温和惰性氩气中蒸发、原子化、激发和电离。被测元素的原子或离子被激发，产生特征辐射，在电感耦合等离子体发射光谱仪中，待测元素谱线信号强度与试液中待测元素的浓度成正比，与标准系列比较定量。

4 试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 盐酸（HCl）：分析纯。

4.1.2 水：GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 试剂配制

4.2.1 盐酸溶液：0.1 mol/L，按照 GB 5009.156 的规定配制。

4.2.2 元素储备溶液

元素标准储备液（1000 mg/L或100 mg/L）：锑、砷、钡、镉、铬、铅、汞和硒采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素标准储备液。

4.2.3 标准工作溶液

准确吸取适量单元素标准储备液或多元素混合标准储备液，用0.1 mol/L盐酸逐级稀释配成混合标准系列溶液，汞标准溶液取0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.3 mg/L、0.4 mg/L、0.5mg/L，其它七种取1.0 mg/L、2.0 mg/L、3.0 mg/L、4.0 mg/L、5.0mg/L，在线性相关系数 ≥ 0.995 的情况下，可根据仪器的灵敏度、线性范围以及样液中各元素实际含量确定标准系列溶液中该元素的浓度和范围。

5 仪器和设备

- 5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。
- 5.2 分析天平：精度为 0.1mg。
- 5.3 机械振荡器：振荡频率不低于 60 次/min。

6 分析步骤

6.1 试样提取

称取1g试样（精确至0.1mg）放入50 mL具塞锥形瓶中，加入15mL0.1mol/L的盐酸水溶液，在室温控制在 $23 \pm 3^\circ\text{C}$ 的条件下，将锥形瓶置于机械振荡器上，调节振荡频率至着色剂与盐酸溶液充分混匀，振荡15分钟，随后静置10分钟后过滤取得提取液，随同做空白试验。

6.2 仪器参考条件

- 等离子气体流量：15L/min；
- 辅助气体流量：0.20L/min；
- 雾化气体流量：0.50L/min；
- 射频功率：1300W；

选择测试波长（nm）：铈：206.836；砷：193.606；钡：233.527；镉：228.800；铬：267.716；铅：220.353；汞：194.168；硒：196.026。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。

6.3 标准曲线的制作

按照6.2所列参考条件，测定空白溶液的发射光谱强度后，按顺序由低到高分别测定混合标准系列溶液中各元素的发射光谱强度，根据发射光谱强度和对应的元素浓度绘制标准曲线。

6.4 试样溶液的测定

按照6.2所列参考条件，分别测定试样空白溶液和试样溶液中各被测元素的发射光谱强度，从标准曲线上计算出各被测元素的含量。若测定结果超出标准曲线范围，以相应基质酸溶液稀释后在进行测定。

6.5 分析结果表述

6.5.1 试样中各待测元素的溶出量以单位mg/kg 表示时，试样中各待测元素溶出量按式（1）进行计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中各待测元素溶出量，单位为毫克每千克(mg/kg)；
 c ——由标准曲线求得试样中各待测元素含量，单位为毫克每升 (mg/L)；
 c_0 ——由标准曲线求得空白溶液中各待测元素含量，单位为毫克每升 (mg/L)；
 V ——盐酸提取液体积，单位为毫升 (mL)；
 m ——试样的称样量，单位为克 (g)；
 计算结果保留三位有效数字。

6.5.2 试样中待测元素的含量以单位% 表示时，试样中各待测元素溶出量按式 (2) 进行计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m \times 10000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X ——试样中各待测元素溶出量，单位为(%)；
 c ——由标准曲线求得试样中各待测元素含量，单位为毫克每升 (mg/L)；
 c_0 ——由标准曲线求得空白溶液中各待测元素含量，单位为毫克每升 (mg/L)；
 V ——盐酸提取液体积，单位为毫升 (mL)；
 m ——试样的称样量，单位为克 (g)；
 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10%。

8 其他

各元素检出限见表1。

表1各元素检出限

元素	锑	砷	钡	镉	铬	铅	汞	硒
	Sb	As	Ba	Cd	Cr	Pb	Hg	Se
检出限(mg/kg)	0.1	0.2	0.2	0.02	0.2	0.1	0.2	0.2
定量限(mg/kg)	0.3	0.6	0.6	0.06	0.6	0.3	0.6	0.6