

# 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 (六价铬) 的测定

Food contact material Determination of hydrochloric acid soluble  
matter (hexavalent chromium) in colorants

(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(六价铬)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(六价铬)的测定方法。

本文件适用于食品接触材料着色剂中盐酸可溶物(六价铬)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

采用0.1mol/L盐酸溶液将试样中六价铬提取出来,提取液中六价铬在酸性条件下与二苯碳酰二肼反应。在该反应中六价铬被还原成三价铬,而二苯碳酰二肼则被氧化成二苯偶氮碳酰肼,然后三价铬与二苯偶氮碳酰肼进一步反应,生成一种紫红色络合物,在波长540 nm处进行吸光度测定,吸收值在一定浓度范围内与六价铬含量成正比,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 无水氯化镁(MgCl<sub>2</sub>): 分析纯。

4.1.3 磷酸氢二钾(K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>): 分析纯。

4.1.4 磷酸二氢钾(KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>): 分析纯。

4.1.5 Triton X: 分析纯。

4.1.6 二苯碳酰二肼(C<sub>13</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O): 分析纯。

4.1.7 丙酮(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O): 分析纯。

4.1.8 水: GB/T 6682规定的一级水。

### 4.2 试剂配制

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

4.2.2 磷酸盐缓冲溶液：称取 87.09 g 磷酸氢二钾和 68.04 g 磷酸二氢钾，溶解到 700 mL 的水中，然后移至 1000 mL 的容量瓶中加水稀释至刻度，此溶液含有 0.5 mol/L 的磷酸氢二钾和 0.5 mol/L 的磷酸二氢钾，溶液 pH=7。

4.2.3 二苯碳酰二肼溶液(显色剂)：称取 0.25g 二苯碳酰二肼溶于 50mL 丙酮中，保存在棕色瓶中。使用前应检查溶液是否变色，若溶液褪色时则应弃去，并重新配制。

### 4.3 标准溶液

4.3.1 六价铬标准储备液（100 mg/L 或其他浓度）：采用经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的标准储备液。

4.3.2 六价铬标准使用液(5.0mg/L):吸取六价铬标准储备液 2.5mL 于 50mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

4.3.3 标准工作溶液：准确吸取一定量的六价铬标准使用液至 50 mL 的容量瓶中，加入 15mL 的 0.1mol/L 盐酸溶液、2.0 mL 的二苯碳酰二肼溶液，然后用水定容至刻度，摇匀，配制成浓度从 0.0 mg/L 到 1.0mg/L 系列校准溶液，静置 5 min~10 min 让其充分显色。可根据仪器的灵敏度、线性范围以及样液中六价铬实际含量确定标准使用溶液的浓度和范围，通常情况下至少使用 5 个浓度点（除空白外）。六价铬标准使用溶液应现配现用。如果样品溶液中六价铬的浓度超出了原来的校准曲线范围，可稀释后再进行测定或重新建立适合的标准曲线。

## 5 仪器和设备

5.1 紫外-可见分光光度计。

5.2 机械振荡器：振荡频率不低于 60 次/min。

5.3 分析天平：精度为 0.1 mg。

5.4 滤膜(0.45 $\mu$ m)：以纤维质或聚碳酸酯膜为宜。

5.5 C18 固相萃取柱。

5.6 玻璃器皿：不能用铬酸洗涤液浸泡。必要时，所用玻璃器皿（烧杯、过滤漏斗、容量瓶等）可在稀硝酸中浸泡 12 h 以上，再用水冲洗干净后使用。

## 6 分析步骤

### 6.1 试样提取和显色

#### 6.2.1 试样提取

1) 准确称取 1g(精确至 0.1mg, 若样品中六价铬的含量过高或过低, 则称取样品质量可相应变化) 试样放入 50 mL 具塞锥形瓶中, 加入 15mL 0.1mol/L 的盐酸溶液、0.5 mL 缓冲液、2 滴 Triton X、约 200 mg 无水氯化镁, 充分摇匀, 塞上磨口塞。

2) 室温控制在 23 $\pm$ 3 $^{\circ}$ 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。

3) 用 0.45  $\mu$ m 的滤膜过滤提取液, 用水将锥形瓶冲洗 3 次, 并把冲洗液过滤。用水冲洗抽滤瓶内壁和滤膜, 然后将滤液和冲洗液移至干净的烧杯中。同时做样品空白试验。

**注：**如果提取溶液浑浊或含有絮状沉淀, 用 0.45  $\mu$ m 的滤膜过滤; 如果溶液有颜色, 在加入二苯碳酰二肼溶液前用 C18 固相萃取柱过滤。若浑浊或颜色无法消除, 则将有颜色或浑浊溶液定量转移至 50 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度, 摇匀。取 5 mL 用紫外分光光度计测量其吸光度( $A_0$ )以

**做背景扣除。****6.2.2 显色反应**

将提取液转移至 50 mL 容量瓶中，加 2.0 mL 二苯碳酰二肼溶液于样品提取液中，用 0.1mol/L 盐酸溶液调节 pH 值至  $2.0 \pm 0.5$ 。用水定容至刻度，摇匀，然后静置 5-10 min 以显色完全，

**6.2 测定****6.2.1 标准溶液的测定**

取适量的显色后标准溶液置于 1 cm 的吸收池中，用紫外分光光度计测量其在 540 nm 处的吸光度，通过扣除空白样品吸光度修正吸光度读数。

以校正后的吸光度和六价铬的浓度值(mg/L)作一条校准曲线，应用线性回归或二次方程拟合来绘制校准曲线。曲线的相关系数( $R^2$ )应大于 0.995，否则应重新建立。

**6.2.2 样品的测定**

取适量的显色后样品溶液置于 1 cm 的吸收池中，用紫外分光光度计测量其在 540 nm 处的吸光度（应在显色后 30 min 内完成测量）。通过减去空白样品在显色过程中的吸光度修正样品吸光度读数，对于有颜色或浑浊的溶液，应减去  $A_0$  修正吸光度。根据校正后的吸光度，通过校准曲线可以得到样品溶液所含六价铬浓度。

**7 分析结果的表述**

7.1 试样中六价铬溶出量以单位 mg/kg 表示时，按式（1）进行计算：

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times F}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：X——试样中六价铬的溶出量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

C——由标准曲线求得试样中六价铬含量，单位为毫克每升(mg/L)；

$C_0$ ——由标准曲线求得空白溶液中六价铬含量，单位为毫克每升(mg/L)；

F——稀释倍数；

V——提取液的定容体积，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。

7.2 试样中六价铬溶出量以单位% 表示时，按式（2）进行计算：

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times F}{m} \times 10^{-4} \dots\dots\dots (2)$$

式中：X——试样中六价铬的溶出量，单位为克每百克(%)；

C——由标准曲线求得试样中六价铬含量，单位为毫克每升(mg/L)；

$C_0$ ——由标准曲线求得空白溶液中六价铬含量，单位为毫克每升(mg/L)；

F——稀释倍数；

V——提取液的定容体积，单位为毫升(mL)；

m——试样的称样量，单位为克(g)。

T/SAFCM XXXXX

计算结果保留三位有效数字。

## 8 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%。

## 9 其他

本方法检出限为2mg/kg，定量限为10mg/kg。

---