



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.81—2003
代替 GB/T 11681—1989

不锈钢食具容器卫生标准的 分析方法

Method for analysis of hygienic standard of stainless
steel food containers and table wares

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 11681—1989《不锈钢食具容器卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 11681—1989 相比主要修改如下：

——按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由山西省卫生防疫站、辽宁省食品卫生监督检验所负责起草。

本标准主要起草人：栗文元、刘国祥、石崇义、卢桂华、徐民、李敏、张华。

原标准于 1989 年首次发布，本次为第一次修订。

不锈钢食具容器卫生标准的分析方法

1 范围

本标准规定了不锈钢食具容器卫生标准的分析方法。

本标准适用于以不锈钢为原料制成的各种炊具、餐具、食具及其他接触食品的容器、工具、设备等各项卫生指标的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 5009.12 食品中铅的测定
- GB/T 5009.62 陶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

3 试样的制备

3.1 取样方法

按产品数量的0.1%抽取试样,小批量生产,每次取样不少于6件,分别注明产品名称、批号、钢号、取样日期。试样一半供化验用,另一半保存两个月,备作仲裁分析用。

3.2 外观检查

成品器形端正,表面光洁,无蚀斑。

3.3 浸泡条件

3.3.1 试剂

4%(体积分数)乙酸:量取冰乙酸4 mL或36%(体积分数)乙酸11 mL,用水稀释至100 mL。

3.3.2 试样制备

用肥皂水洗刷试样表面污物,自来水冲洗干净,再用蒸馏水冲洗,晾干备用。

器形规则,便于测量计算表面积的食具容器,每批取二件成品,计算浸泡面积并注入水测量容器容积(以容积的2/3~4/5为宜)。记下面积、容积,把水倾去,滴干。

器形不规则、容积较大或难以测量计算表面积的制品,可采其原材料(板材)或取同批制品中(使用同类钢号为原料的制品)有代表性制品裁割一定面积板块作为试样,浸泡面积以总面积计,板材的总面积不要小于50 cm²。每批取样三块,分别放入合适体积的烧杯中,加浸泡液的量按每平方米2 mL计。如两面都在浸泡液中,总面积应乘以2。把煮沸的4%乙酸倒入成品容器或盛有板材的烧杯中,加玻璃盖,小火煮沸0.5 h,取下,补充4%乙酸至原体积,室温放置24 h,将以上试样浸泡液倒入洁净玻璃瓶中供分析用。

在煮沸过程中因蒸发损失的4%乙酸浸泡液应随时补加,容器的4%乙酸浸泡液中金属含量经分析结果计算公式计算亦折为每平方米2 mL浸泡液计。

4 铬、铅、镍的测定

4.1 石墨炉原子吸收分光光度法

4.1.1 原理

试样注入石墨管中,石墨管两端通电流升温,试样经干燥、灰化后原子化。原子化时产生的原子蒸气吸收特定的辐射能量,吸收量与金属元素含量成正比,试样含量与标准系列比较定量。

4.1.2 试剂

4.1.2.1 50 g/L 磷酸二氢铵溶液:称取 5 g 磷酸二氢铵(NH₄H₂PO₄, 优级纯),加水溶解后,稀释至 100 mL。

4.1.2.2 铬标准溶液:精密称取经 105℃~110℃ 烘至恒量的重铬酸钾(K₂Cr₂O₇, 基准试剂) 2.828 9 g,加 50 mL 水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,加 2 mL 硝酸,摇匀,加水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 1 mg 铬。

4.1.2.3 铅标准溶液:精密称取 1.000 0 g 金属铅(Pb, 99.99%),加 5 mL c(HNO₃)=6 mol/L 硝酸溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 1 mg 铅。

4.1.2.4 镍标准溶液:精密称取 1.000 0 g 金属镍(Ni, 99.99%)加 5 mL c(HNO₃)=6 mol/L 硝酸溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 1 mg 镍。

4.1.2.5 铬、镍、铅标准使用液:使用前分别把铬、镍、铅标准溶液逐步稀释成每毫升相当于 1 μg 的金属标准使用液。

4.1.3 仪器

4.1.3.1 石墨炉原子吸收分光光度计。

4.1.3.2 热解石墨管及高纯度氩气。

4.1.3.3 微量取液器。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 配制试样和混合标准系列

吸取试样浸泡液 0.50 mL~1.00 mL 于 10 mL 容量瓶;另取 6 个 10 mL 容量瓶,分别吸取金属标准使用液,铬:0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mL;镍:0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL;铅:0、0.30、0.60、0.90、1.20、1.50 mL。试样和标准管中加 1.0 mL 50 g/L 磷酸二氢铵溶液,用水稀释至刻度,混匀。配好的标准系列金属含量分别为,铬:0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 μg;镍:0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 μg;铅:0、0.30、0.60、0.90、1.20、1.50 μg。

4.1.4.2 仪器工作条件

铬、镍、铅均使用灵敏分析线(铬 357.9 nm;镍 232.0 nm;铅 283.3 nm),狭缝宽度,镍为 0.19 nm,铬、铅为 0.38 nm,测定方式为 BGC,峰值记录,内气流量 1 L/min 进样量为 20 μL,原子化时停气,石墨炉升温程序如表 1 所示。

表 1 石墨炉升温程序

元 素	程 序		
	干燥 ℃/s	灰化 ℃/s	原子化 ℃/s
铬	150/30	800/30	2 700/6
镍	150/30	600/30	2 600/6
铅	150/30	500/30	1 600/7

4.1.4.3 测定

用微量取液器分别吸取试剂空白、标准系列和试样溶液注入石墨炉原子化器进行测定,根据峰值记录结果绘制校正曲线,从校正曲线上查出试样金属含量(μg)。

4.1.5 结果计算

见式(1)和式(2)。

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 1\,000}{V_1 \times 1\,000} \times F \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$F = \frac{V_2}{2S} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X——试样浸泡液中金属的含量,单位为毫克每升(mg/L);
- m_1 ——从校正曲线上查得的试样测定管中金属质量,单位为微克(μg);
- m_2 ——试剂空白管中金属质量,单位为微克(μg);
- V_1 ——测定时所取试样浸泡液体积,单位为毫升(mL);
- F——折算成每平方米 2 mL 浸泡液的校正系数;
- V_2 ——试样浸泡液总体积,单位为毫升(mL);
- S——与浸泡液接触的试样面积,单位为平方厘米(cm^2);
- 2——每平方米 2 mL 浸泡液,单位为毫升每平方米(mL/cm^2)。

4.2 二苯碳酰二肼比色法(铬的测定)

4.2.1 原理

以高锰酸钾氧化低价铬为高价铬(Cr^{6+}),加氢氧化钠沉淀铁,加焦磷酸钠隐蔽剩余铁等,利用二苯碳酰二肼与铬生成红色络合物,与标准系列比较定量。

4.2.2 试剂

- 4.2.2.1 硫酸: $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2.5 \text{ mol/L}$ 。取 70 mL 优级纯硫酸边搅拌边加入水中,放冷后加水至 500 mL。
- 4.2.2.2 3 g/L 高锰酸钾溶液:称取 0.3 g 高锰酸钾加水溶解至 100 mL。
- 4.2.2.3 200 g/L 尿素溶液:称取 20 g 尿素加水溶解至 100 mL。
- 4.2.2.4 100 g/L 亚硝酸钠溶液:称取 10 g 亚硝酸钠加水溶解至 100 mL。
- 4.2.2.5 饱和氢氧化钠溶液。
- 4.2.2.6 50 g/L 焦磷酸钠溶液:称取 5 g 焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$),加水溶解至 100 mL。
- 4.2.2.7 二苯碳酰二肼溶液:称取 0.5 g 二苯碳酰二肼溶于 50 mL 丙酮中,加水 50 mL,临用时配制,保存于棕色瓶中,如溶液颜色变深则不能使用。
- 4.2.2.8 铬标准溶液:配制方法同 4.1.2.2,使用液浓度为每毫升相当于 10 μg 铬。

4.2.3 仪器

- 4.2.3.1 分光光度计、3 cm 比色杯。
- 4.2.3.2 25 mL 具塞比色管。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 标准曲线的绘制

吸取铬标准使用液 0、0.25、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00 mL,分别移入 100 mL 烧杯中,加 4%(体积分数)乙酸至 50 mL。以下同试样操作。以吸光度为纵坐标,标准浓度为横坐标,绘制标准曲线。

4.2.4.2 测定

取试样浸泡液 50 mL 放入 100 mL 烧杯中,加玻璃珠 2 粒,2.5 mol/L 硫酸(4.2.2.1)2 mL,3 g/L 高锰酸钾溶液数滴,混匀,加热煮沸至约 30 mL(微红色消失时,再加 3 g/L 高锰酸钾液呈微红色),放冷,加 25 mL 200 g/L 尿素溶液,混匀,滴加 100 g/L 亚硝酸钠溶液至微红色消失,加饱和氢氧化钠溶液呈碱性($\text{pH}=9$),放置 2 h 后过滤,滤液加水至 100 mL,混匀,取此液 20 mL 于 25 mL 比色管中,加

1 mL 2.5 mol/L 硫酸(4.2.2.1), 1 mL 50 g/L 焦磷酸钠溶液, 混匀, 加 2 mL 5 g/L 二苯碳酰二肼溶液, 加水至 25 mL, 混匀, 放置 5 min, 于 540 nm 处测定吸光度, 另取 4% 乙酸溶液 100 mL 同上操作, 作为试剂空白, 调节零点。

4.2.5 结果计算

见式(3)。

$$X = \frac{m}{50 \times \frac{20}{100}} \times F \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X——试样浸泡液中铬含量, 单位为毫克每升(mg/L);

m——测定时样液中相当于铬的质量, 单位为微克(μg);

F——同 4.1.5。

4.3 丁二酮肟比色法(镍的测定)

4.3.1 原理

镍在弱碱性条件下, 与丁二酮肟生成红色络合物, 用三氯甲烷提取, 此三氯甲烷提取液用稀盐酸反提, 向稀盐酸提取液中加溴水, 再加氨水脱色, 与碱性丁二酮肟生成红色物质, 与标准系列比较定量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 100 g/L 枸橼酸氢二铵溶液: 称取 10 g 枸橼酸氢二铵[(NH₄)₂HC₆H₅O₇]溶于水至 100 mL。

4.3.2.2 10 g/L 丁二酮肟乙醇溶液: 称取 1 g 丁二酮肟[(CH₃)₂C₂(NOH)₂]溶于乙醇[95%(体积分数)]中至 100 mL, 如有不溶解物, 过滤, 滤液备用。

4.3.2.3 10 g/L 碱性丁二酮肟溶液: 称取 1 g 丁二酮肟溶于 c(NaOH)=0.2 mol/L 氢氧化钠溶液中至 100 mL。

4.3.2.4 盐酸: c(HCl)=0.5 mol/L。

4.3.2.5 4%(体积分数)乙酸。

4.3.2.6 氨水: c(NH₄OH)=5 mol/L。

4.3.2.7 氨水: c(NH₄OH)=2 mol/L。

4.3.2.8 氨水: c(NH₄OH)=0.3 mol/L。

4.3.2.9 20%(体积分数)氢氧化钠溶液。

4.3.2.10 镍标准溶液: 配制方法同 4.1.2.4, 使用液浓度为每毫升相当于 10 μg 镍。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 分光光度计, 1 cm 比色杯。

4.3.3.2 25 mL 具塞比色管。

4.3.3.3 125 mL, 60 mL 分液漏斗。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 标准曲线的绘制

吸取镍标准使用液 0、0.25、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 加 4% 乙酸至 100 mL, 移入 125 mL 分液漏斗中, 以下同试样操作, 以吸光度为纵坐标, 标准浓度为横坐标, 绘制标准曲线。

4.3.4.2 测定

取试样浸泡液 100 mL, 加 20% 氢氧化钠溶液调至中性或弱碱性, 放置 2 h, 过滤, 滤液移入 125 mL 分液漏斗中, 加 2 mL 枸橼酸氢二铵溶液, 加数滴 2 mol/L 氨水(4.3.2.7)调溶液 pH 值为 8~9。加 2 mL 丁二酮肟乙醇溶液, 加 10 mL 三氯甲烷, 剧烈振摇 1 min, 静置, 将三氯甲烷分离至 60 mL 分液漏斗中。向水层加三氯甲烷 5 mL 按上述操作反复进行两次, 合并三氯甲烷液, 弃去水层。用 10 mL 0.3 mol/L 氨水(4.3.2.8)洗涤三氯甲烷层, 剧烈振摇 30 s, 静置, 分离三氯甲烷层于另一 60 mL 分液漏

斗中,向该漏斗中加 10 mL 0.5 mol/L 盐酸(4.3.2.4),剧烈振摇 1 min,静置,分离三氯甲烷层于另一分液漏斗中;加 5 mL 0.5 mol/L 盐酸(4.3.2.4)同上操作,合并盐酸液,移入 25 mL 具塞比色管中,加 2 mL 饱和溴水,振摇。静置 1 min,加 5 mol/L 氨水(4.3.2.6)至无色,再多加 2 mL 5 mol/L 氨水(4.3.2.6),在流水中冷至室温,加 2 mL 碱性丁二酮肟溶液,加水至 25 mL 充分混合,放置 20 min,于 540 nm 处测定吸光度。另取 4% 乙酸液 100 mL,同上操作,作为试剂空白,调节零点。

4.3.5 结果计算

见式(4)。

$$X = \frac{m}{V} \times F \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

X——试样浸泡液中镍含量,单位为毫克每升(mg/L);

m——测定时试样液中相当于镍的质量,单位为微克(μg);

V——测定时取样液的体积,单位为毫升(mL);

F——同 4.1.5。

4.4 双硫脲法(铅的测定)

4.4.1 原理

同 GB/T 5009.12—2003 中第 20 章。

4.4.2 试剂、仪器

同 GB/T 5009.12—2003 中第 21 章,第 22 章。

铅标准溶液按 GB/T 5009.12—2003 配制。

4.4.3 分析步骤

量取 10.0 mL 试样浸泡液。加水准确稀释至 50 mL,取 25 mL 带塞比色管两只,一只加入 10.0 mL 浸泡稀释液,一只加入 2.0 mL 铅标准溶液(相当 2 μg)及 1 mL 4% 乙酸,再加水至 10 mL,于两管内分别加 1.0 mL 枸橼酸铵溶液,0.5 mL 盐酸羟胺溶液和 1 滴酚红指示液,混匀后滴加氨水至红色再多加 1 滴,然后加入 1.0 mL 氰化钾溶液。摇匀。再各加 5.0 mL 双硫脲-三氯甲烷液,振摇 2 min。静置后进行比色,试样管的红色不得深于标准管,否则用 1 cm 比色杯,以三氯甲烷调节零点,于波长 510 nm 处测吸光度,进行比较定量。

4.4.4 结果计算

同 4.1.5。

5 镉的测定

5.1 原理、试剂、仪器、标准曲线制备

同 GB/T 5009.62—2003 中第 7 章。

5.2 测定

吸取 50 mL 试样浸泡液于烧杯中,电热板上加热浓缩后转移定容于 10 mL 容量瓶。喷入火焰进行测定,与标准曲线比较定量。

5.3 结果计算

同 4.1.5。

6 砷的测定

按 GB/T 5009.72—2003 的规定进行操作。

结果计算同 4.1.5。