

The People's Republic of China

EDICT OF GOVERNMENT

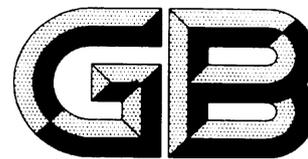
In order to promote public education and public safety, equal justice for all, a better informed citizenry, the rule of law, world trade and world peace, this legal document is hereby made available on a noncommercial basis, as it is the right of all humans to know and speak the laws that govern them.

GB 5009-63 (2010) (Chinese): National Food
Safety Standard: Method for analysis of
hygienic standard of enamel for food
containers



BLANK PAGE





中华人民共和国国家标准

GB 5009.63—XXXX

食品安全国家标准 搪瓷制食具容器分析方法

National food safety standard

Method for the analysis of the enamel food containers and utensils

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.63—2003《搪瓷制食具容器卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009.63—2003 相比主要修改如下：

——GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第四部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

——对元素锑的测定，增加原子荧光光度法为第一法。

本标准所替代的历次版本发布情况为：

——GB5009.63-1985、GB5009.63-2003。

食品安全国家标准

搪瓷制食具容器分析方法

1 范围

本标准规定了直接接触食品的搪瓷食具、容器等安全指标的测定方法。

本法适用于以钛白、锑白混合涂搪原料加工成的直接接触食品的各种搪瓷食具、容器以及食品用工具各项安全指标的测定。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 采样方法

按产品批量数量的0.1%抽取试样，小批量生产，每次不少于6只（以500 mL/只计，小于500 mL/只的试样相应增加试样量），注明产品名称、批号、取样日期。其中一半供化验用，另一半保存两个月备作仲裁分析用。

4 浸泡条件

同 GB/T 5009.62 中第 5 章。

5 铅

同 GB/T 5009.62 中第 6 章。

6 镉

同 GB/T 5009.62 中第 7 章。

7 锑

7.1 原子荧光光度法

7.1.1 原理

加入硫脲将浸泡液中的锑还原为三价锑，在酸性条件下，硼氢化钾或硼氢化钠所产生的新生态的氢与之发生反应，生成锑化氢，由氩气石英原子化器中分解为原子态锑，在特制锑空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光，其荧光强度在固定条件下与被测液中的锑浓度成正比，与标准系列比较定量。

7.1.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂。

7.1.2.1 过氧化氢 (H₂O₂) (30%)

7.1.2.2 氢氧化钾 (KOH) 溶液 (5 g/L)

称取 5 g 氢氧化钾，溶于 1000 mL 水中，混匀。7.1.2.2 硼氢化钾 (KBH₄) 溶液 (20 g/L)：称取硼氢化钾 20 g，溶于 5 g/L 1000 mL 氢氧化钾溶液中，混匀。此液于冰箱可保存 10d，取出后应当日使用。

7.1.2.3 硫脲 [(NH₂)₂CS] 溶液 (50 g/L)

称取硫脲 50 g，溶于 1000 mL 水中，混匀。现用现配。

7.1.2.4 盐酸 (HCl) 溶液 (1+9)

量取盐酸 100 mL，小心倒入 900 mL 水中，混匀，此溶液为 (1+9) 盐酸(HCl)溶液。

7.1.2.5 盐酸 (HCl) 溶液 (5+1)

量取盐酸 500 mL，小心倒入 100 mL 水中，混匀，此溶液为 (5+1) 盐酸(HCl)溶液。

7.1.2.7 铈标准储备溶液

精密称取 0.1000 g 纯铈于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 盐酸 (5+1)，并滴加少量 30% 过氧化氢加速溶解，再加热除去溶液中过氧化氢后冷却，移入 1000 mL 容量瓶中以盐酸 (5+1) 稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升相当于 100 μg 铈。

7.1.2.8 铈标准液

含铈 100 ng/mL。吸取 0.10 mL 铈标准储备液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。此液应当日配制使用。

7.1.3 仪器

原子荧光光度计 (附空心阴极编码灯)。

7.1.4 分析步骤

7.1.4.1 试样与标准系列制备

取 10.00 mL 试样浸泡液于 25 mL 比色管或容量瓶中，向容量瓶或比色管中加入 50 g/L 硫脲 2.5 mL，用 (1+9) 盐酸定容至 25 mL 刻度，混匀。

取 25 mL 容量瓶或比色管 6 支，依次准确加入 100 ng/mL 铈标准液 (8.1.2.7) 0.0、0.25、0.50、1.00、2.00、2.50 mL (各相当于铈含量 0、25、50、100、200、250ng) 各加入 50 g/L 硫脲 2.5 mL，用 (1+9) 盐酸定容至 25 mL 刻度，混匀。

7.1.4.2 测定

仪器参考条件：光电倍增管电压：300 V；铈空心阴极灯电流：80 mA；原子化器高度：8.00 mm；氩气流速：载气 400 mL/min；屏蔽气 1100 mL/min；测量方式：荧光强度或浓度直读；读数方式：峰面积；读数延迟时间：1 s；读数时间：11 s。

7.1.5 分析结果的表述

$$X_1 = \frac{m}{V \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_1 —浸泡液中铈的含量，单位为毫克每升 (mg/L)；

m —样品管中铈的质量，单位为纳克 (ng)；

V —测定时所取试样浸泡液的体积，单位为毫升 (mL)；

计算结果表示两位有效数字。

7.1.6 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%。

7.1.7 准确度

试样测试液的回收率为 90%~105%。

7.2 孔雀绿法

7.2.1 原理

将锑还原为三价锑，然后再氧化成五价锑，五价锑离子在 pH7 时能与孔雀绿作用形成绿色络合物，生成的络合物用苯提取后，用外标法定量。

7.2.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂。

7.2.2.1 苯 (C₆H₆)

7.2.2.2 磷酸溶液 (1+1)

量取磷酸 500 mL，小心倒入 500 mL 水中，混匀。

7.2.2.3 氯化亚锡—盐酸溶液 (100 g/L)

称取 10 g 氯化亚锡 (SnCl₂·2H₂O) 溶于 40 mL 浓盐酸中，并加纯水稀释至 100 mL，投入数粒金属锡粒。

7.2.2.4 亚硝酸钠 (20 g/L)

7.2.2.5 尿素溶液 (500 g/L)

称取尿素 50 g，溶于 100 mL 水中，混匀。

7.2.2.6 孔雀绿 [C₂₃H₂₅N₂Cl] 溶液 (2 g/L)

称取孔雀绿 0.2 g，溶于 100 mL 水中。混匀定期检查更换。

7.2.2.7 锑标准使用液

吸取 (8.1.2.6) 锑标准储备液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用盐酸 (5+1) 定容至刻度，混匀。此溶液每毫升相当于 10.0 μg 锑。

7.2.3 仪器

可见光分光光度计。

7.2.4 分析步骤

取 50.00 mL 试样浸泡液于蒸发皿中，加浓盐酸 1 滴，置沸水浴上蒸干，冷却后以 6 mL 盐酸 (5+1) 分两次洗涤，将洗液移于 125 mL 分液漏斗中，并以 6 mL 水洗蒸发皿，洗液并入分液漏斗中，滴加 2 滴氯化亚锡—盐酸溶液 (100 g/L) 混匀后，静置 5 min。

吸取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 锑标准使用液 (相当 0、10、20、30、40、50 μg 锑)，分别置于 125 mL 分液漏斗中，各加 6 mL 盐酸 (5+1) 及 6 mL 水混匀，再各加 2 滴氯化亚锡—盐酸溶液 (100 g/L) 混匀后，静置 5 min。于各分液漏斗中加 1 mL 亚硝酸钠溶液 (200 g/L) 混匀，再加 2 mL 尿素溶液 (500 g/L)，振摇直至气泡逸完。再各准确加入 10.0 mL 苯、5 mL 磷酸 (1+1)、0.5 mL 孔雀绿溶液及 10 mL 水，振摇 2 min。静置分层后，弃去水层，用干燥脱脂棉过滤苯层至 1 cm 比色杯内，以零管调节零点，于波长 620 nm 处测定吸光度，绘制标准曲线比较定量。

7.2.5 分析结果的表述

$$X_2 = \frac{m \times 1000}{V \times 1000} \dots \dots \dots (2)$$

式中:

X_2 —浸泡液中铈的含量,单位为毫克每升(mg/L);

m —测定时所取试样液中铈的质量,单位为微克(μg);

V —测定时所取试样浸泡液的体积,单位为毫升(mL);

计算结果表示两位有效数字。

7.2.6 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

本法原子荧光光度法检出限为0.069 $\mu\text{g/L}$,孔雀绿分光光度法的检出限为0.02 $\mu\text{g/mL}$ 。
