



# 中华人民共和国国家标准

GB 31604.49—2016

---

## 食品安全国家标准

食品接触材料及制品 砷、镉、铬、铅的测定和砷、镉、铬、镍、铅、锑、锌迁移量的测定

2016-10-19 发布

2017-04-19 实施

---

中华人民共和国  
国家卫生和计划生育委员会 发布

## 前 言

本标准代替 SN/T 2829—2011《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》、SN/T 2597—2010《食品接触材料 高分子材料 铅、镉、铬、砷、锑、锆迁移量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》和 SN/T 2594—2010《食品接触材料 软木塞中铅、镉、铬、砷的测定 电感耦合等离子体质谱法》中砷、镉、铬、镍、铅、锑和锌迁移量及纸制品和软木塞中砷、镉、铬、铅元素含量的测定。

本标准与 SN/T 2829—2011、SN/T 2597—2010 和 SN/T 2594—2010 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品接触材料及制品 砷、镉、铬、铅的测定和砷、镉、铬、镍、铅、锑、锌迁移量的测定”。

# 食品安全国家标准

## 食品接触材料及制品 砷、镉、铬、铅的测定和砷、镉、铬、镍、铅、锑、锌迁移量的测定

### 1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品在食品模拟物中浸泡后砷、镉、铬、镍、铅、锑和锌迁移量测定的电感耦合等离子体质谱法和电感耦合等离子体发射光谱法；规定了纸制品和软木塞中砷、镉、铬、铅元素测定的电感耦合等离子体质谱法。

本标准适用于各类食品接触材料及制品中砷、镉、铬、镍、铅、锑、锌迁移量的测定，以及纸制品和软木塞中砷、镉、铬、铅的测定。

### 第一部分 砷、镉、铬、铅的测定

#### 电感耦合等离子体质谱法

### 2 原理

纸制品及软木塞经粉碎后采用硝酸进行消解，所得溶液经水稀释定容后，经电感耦合等离子体质谱仪测定，与标准系列比较定量。

### 3 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

#### 3.1 试剂

3.1.1 硝酸(HNO<sub>3</sub>)。

3.1.2 氩气(Ar)：纯度≥99.99%，或液氩。

3.1.3 氦气(He)：纯度≥99.995%。

#### 3.2 试剂配制

硝酸溶液(5+95)：量取 50 mL 硝酸，缓慢加入 950 mL 水中，混匀。

#### 3.3 标准品

3.3.1 元素标准储备液(1 000 mg/L 或 100 mg/L)：砷、镉、铬、铅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。

3.3.2 内标元素储备液(1 000 mg/L 或 100 mg/L)：钪、锆、铟、铈、铪、铪等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。

### 3.4 标准溶液配制

3.4.1 混合标准系列溶液: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,用硝酸溶液(5+95)逐级稀释配成混合标准系列溶液,各元素浓度可参考表1。混合标准系列溶液配制后转移至洁净聚乙烯瓶中保存。

注: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。

表1 混合标准系列溶液

序号	元素	标准系列浓度/( $\mu\text{g/L}$ )					
		系列1	系列2	系列3	系列4	系列5	系列6
1	As	0	0.200	1.00	5.00	10.0	20.0
2	Cd	0	0.020 0	0.100	0.500	1.00	2.00
3	Cr	0	0.500	1.00	5.00	10.0	20.0
4	Pb	0	0.500	2.00	10.0	20.0	50.0

3.4.2 内标使用液(1 mg/L):取适量内标单元素储备液或内标多元素储备液,用硝酸溶液(5+95)配制成合适浓度的多元素内标使用液。

注:内标溶液可在配制混合标准系列溶液和待测样品溶液中手动定量加入,亦可由仪器在线加入。若样品进样量与内标进样量为20:1时,内标浓度建议配制为1 mg/L~2 mg/L;若样品进样量与内标进样量为1:1时,内标浓度建议配制为50  $\mu\text{g/L}$ ~100  $\mu\text{g/L}$ 。

3.4.3 仪器调谐使用液:依据仪器操作说明要求,取适量仪器调谐储备液,用硝酸溶液(5+95)配制合适浓度的调谐溶液。

## 4 仪器和设备

注:所有玻璃器皿及聚四氟乙烯消解内罐均需用硝酸溶液(1+5)浸泡过夜,用超纯水冲洗干净备用。

- 4.1 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)。
- 4.2 分析天平:感量为0.1 mg。
- 4.3 微波消解仪:配有聚四氟乙烯消解内罐。
- 4.4 压力消解器:配有聚四氟乙烯消解内罐。
- 4.5 恒温干燥箱(烘箱)。
- 4.6 控温电热板。
- 4.7 超声水浴箱。
- 4.8 样品粉碎设备。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

取适量样品,用切割研磨机将样品切割或研磨成粉末,混匀。

### 5.2 试样消解

#### 5.2.1 微波密闭消解

称取0.5 g经粉碎的试样(精确至0.1 mg),置于聚四氟乙烯消解内罐中,加入5 mL~8 mL硝酸,

加盖放置 1 h,将消解罐密封后置于微波消解系统中,按照微波消解仪标准操作步骤进行消解,可参照 A.6 的消解条件进行消解。消解结束后,将消解罐移出消解仪,待消解罐完全冷却后再缓慢开启内盖,用少量水分两次冲洗内盖合并于消解罐中。将消解罐放在控温电热板上于 140 °C 加热 30 min,或置于超声水浴箱中超声脱气 5 min,将消解液全部转移至 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀,待测。同时做试样空白。

### 5.2.2 压力密闭消解

称取 0.5 g 经粉碎的试样(精确至 0.1 mg),置于聚四氟乙烯消解内罐中,加入 5 mL~8 mL 硝酸,加盖放置 1 h,将消解内罐密封于不锈钢外罐中,放入恒温干燥箱中消解,可参照 A.6 的消解条件进行消解。消解结束后,待消解罐完全冷却后再缓慢开启内盖,用少量水分两次冲洗内盖合并于消解罐中。将消解罐放在控温电热板上于 140 °C 加热 30 min,或置于超声水浴箱中超声脱气 5 min,将消解液全部转移至 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀,待测。同时做试样空白。

### 5.3 仪器参考条件

5.3.1 采用仪器调谐使用液,优化仪器工作条件,仪器参考条件见 A.1,元素参考分析模式见 A.2。

注:对没有合适消除干扰模式的仪器,需采用干扰校正方程对砷、镉、铅测定结果进行校正,干扰校正方程可参见 A.3。

5.3.2 在所选择的仪器工作条件下,编辑测定方法、选择待测元素及内标元素质荷比,参考条件见 A.1 和 A.2。

### 5.4 标准曲线的制作

测定空白溶液的质谱信号强度后,按顺序由低到高分别测定混合标准溶液系列中各元素的质谱信号强度,根据待测元素与其内标元素质谱信号强度比值和对应的元素浓度绘制标准曲线。

### 5.5 试样溶液的测定

分别测定试样溶液和试样空白溶液各被测元素与其内标元素的质谱信号强度比值,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的线性范围,以相应基质酸溶液稀释后再进行测定。

## 6 分析结果的表述

试样中待测元素的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $X$  ——试样中待测元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $\rho$  ——试样溶液中待测元素的浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );
- $\rho_0$  ——试样空白溶液中待测元素的浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );
- $V$  ——试样消化液的定容体积,单位为毫升(mL);
- $f$  ——试样溶液稀释倍数;
- $m$  ——试样质量,单位为克(g);
- 1 000 ——换算系数。

当待测元素含量 $\geq 1.00$  mg/kg 时,计算结果保留三位有效数字,当含量 $< 1.00$  mg/kg 时,计算结果

保留两位有效数字。

## 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

以称样量 0.5 g, 定容至 50 mL 计算, 各元素的检出限见表 2。

表 2 本方法各元素的检出限

元素	As	Cd	Cr	Pb
检出限/(mg/kg)	0.01	0.000 5	0.02	0.02

各元素的定量限见表 3。

表 3 本方法各元素的定量限

元素	As	Cd	Cr	Pb
定量限/(mg/kg)	0.04	0.002	0.05	0.05

## 第二部分 砷、镉、铬、镍、铅、锑、锌迁移量的测定

### 第一法 电感耦合等离子体质谱法

## 9 原理

采用食品模拟物浸泡食品接触材料及制品中预期与食品接触的部分, 浸泡液经雾化由载气送入等离子体炬管中, 在高温和惰性氩气中蒸发、解离、原子化及离子化后进入质谱仪, 质谱仪根据质荷比进行分离和定性, 对于一定的质荷比, 其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。

## 10 试剂和材料

除非另有说明, 本方法所用试剂均为优级纯, 水为 GB/T 6682 规定的一级水。

### 10.1 试剂

10.1.1 氩气(Ar): 纯度 $\geq 99.99\%$ , 或液氩。

10.1.2 硝酸(HNO<sub>3</sub>)。

10.1.3 氦气(He): 纯度 $\geq 99.995\%$ 。

10.1.4 配制食品模拟物所需试剂: 依据 GB 31604.1 的规定。

## 10.2 试剂配制

10.2.1 食品模拟物:按照 GB 5009.156 的规定配制。

10.2.2 硝酸溶液(5+95):量取 50 mL 硝酸,加入到 950 mL 水中,混匀。

## 10.3 标准品

10.3.1 元素标准储备液(1 000 mg/L 或 100 mg/L):砷、镉、铬、镍、铅、锑和锌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。

10.3.2 内标元素储备液(1 000 mg/L 或 100 mg/L):钐、锗、铟、铯、铷、铍等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。

## 10.4 标准溶液配制

10.4.1 混合标准工作溶液: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,用相应食品模拟物逐级稀释配成混合标准系列溶液,各元素浓度见表 4。混合标准系列溶液配制后转移至洁净聚乙烯瓶中保存。

注: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。若所选食品模拟物为中性或碱性,则需添加适量硝酸使该溶液中硝酸浓度约为 5%(体积分数)。

表 4 混合标准系列溶液

序号	元素	标准系列浓度/( $\mu\text{g/L}$ )					
		系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6
1	As	0	0.500	5.00	10.0	50.0	100
2	Cd	0	0.200	1.00	2.00	5.00	10.0
3	Cr	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
4	Ni	0	0.500	5.00	10.0	50.0	100
5	Pb	0	0.500	5.00	10.0	50.0	100
6	Sb	0	0.100	1.00	10.0	50.0	100
7	Zn	0	0.500	5.00	10.0	50.0	100

10.4.2 内标使用液(1 mg/L):取适量内标单元素储备液或内标多元素储备液,用硝酸溶液(5+95)配制成合适浓度的多元素内标使用液。

注:内标溶液可在配制混合标准系列溶液和待测样品溶液中手动定量加入,亦可由仪器在线加入。若样品进样量与内标进样量为 20:1 时,内标浓度建议配制为 1 mg/L~2 mg/L;若样品进样量与内标进样量为 1:1 时,内标浓度建议配制为 50  $\mu\text{g/L}$ ~100  $\mu\text{g/L}$ 。

10.4.3 仪器调谐使用液:依据仪器操作说明要求,取适量仪器调谐储备液,用硝酸溶液(5+95)配制成合适浓度的调谐溶液。

## 11 仪器和设备

注:所有玻璃器皿及塑料器皿均需硝酸溶液(1+5)浸泡过夜,用超纯水冲洗干净备用。

11.1 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)。

11.2 分析天平:感量 0.1 mg。

## 12 分析步骤

### 12.1 试样制备

根据待测样品的预期用途和使用条件,按照 GB 5009.156 和 GB 31604.1 规定的迁移试验方法及试验条件进行迁移试验。浸泡液经充分混匀后,取部分浸泡试液用于分析。若浸泡试液为中性或碱性,则添加适量硝酸使试液中硝酸浓度约为 5%(体积分数)。同时做试样空白试验。

### 12.2 仪器参考条件

12.2.1 采用仪器调谐使用液,优化仪器工作条件,仪器参考工作条件见 A.1,元素参考分析模式见 A.2。

注:对没有合适消除干扰模式的仪器,需采用干扰校正方程对砷、镉、铅测定结果进行校正,干扰校正方程可参见 A.3。

12.2.2 在所选择的仪器工作条件下,编辑测定方法、选择待测元素及内标元素质荷比,参考条件见 A.1 和 A.2。

### 12.3 标准曲线的制作

测定空白溶液的质谱信号强度后,按顺序由低到高分别测定混合标准溶液系列中各元素的质谱信号强度,根据待测元素与其内标元素质谱信号强度比值和对应的元素浓度绘制标准曲线。

### 12.4 试样溶液的测定

分别测定试样空白溶液和试样溶液中各被测元素的质谱信号强度,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再进行测定。

## 13 分析结果的表述

由标准曲线得到试样溶液中某种待测元素的浓度,扣除空白值或按照 GB 5009.156 进行迁移量计算,得到食品接触材料及制品中某种元素的迁移量。计算结果保留三位有效数字。

## 14 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%。

## 15 其他

各元素的检出限见表 5。

表 5 本方法各元素的检出限

元素	As	Cd	Cr	Ni	Pb	Sb	Zn
检出限/( $\mu\text{g/L}$ )	0.2	0.1	1	0.3	0.3	0.03	0.2

各元素的定量限见表 6。



表 6 本方法各元素的定量限

元素	As	Cd	Cr	Ni	Pb	Sb	Zn
定量限/( $\mu\text{g/L}$ )	0.6	0.3	3	0.8	0.9	0.1	0.6

## 第二法 电感耦合等离子体发射光谱法

### 16 原理

采用食品模拟物浸泡食品接触材料及制品中预期与食品接触的部分,浸泡液经雾化由载气带入等离子体,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。

### 17 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

#### 17.1 试剂

17.1.1 硝酸( $\text{HNO}_3$ )。

17.1.2 氩气(Ar):纯度 $\geq 99.99\%$ ,或液氩。

17.1.3 配制食品模拟物所需试剂:依据 GB 31604.1 的规定。

#### 17.2 试剂配制

食品模拟物:按照 GB 5009.156 的规定配制。

#### 17.3 标准品

元素标准储备液(1 000 mg/L 或 100 mg/L):砷、镉、铬、镍、铅、锑和锌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。

#### 17.4 标准溶液的制备

混合标准工作溶液: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,用相应食品模拟物逐级稀释配成混合标准系列溶液,各元素质量浓度见表 7。混合标准系列溶液配制后转移至洁净聚乙烯瓶中保存使用。

注: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。若所选食品模拟物为中性或碱性,则添加适量硝酸使该溶液中硝酸浓度约为 5%(体积分数)。

表 7 混合标准系列溶液

序号	元素	标准系列质量浓度/(mg/L)					
		系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6
1	As	0	0.020 0	0.040 0	0.100	0.500	1.00
2	Cd	0	0.005 00	0.010 0	0.020 0	0.050 0	0.100
3	Cr	0	0.020 0	0.040 0	0.100	0.500	1.00
4	Ni	0	0.020 0	0.040 0	0.100	0.500	1.00
5	Pb	0	0.020 0	0.040 0	0.100	0.500	1.00
6	Sb	0	0.020 0	0.040 0	0.100	0.500	1.00
7	Zn	0	0.020 0	0.040 0	0.100	0.500	1.00

## 18 仪器和设备

注：所有玻璃器皿及塑料器皿均需用硝酸(1+5)浸泡过夜，用超纯水冲洗干净备用。

18.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)。

18.2 分析天平：感量 0.1 mg。

## 19 分析步骤

### 19.1 试样制备

同 12.1。

### 19.2 测定

#### 19.2.1 仪器参考条件

同 A.4 和 A.5。

#### 19.2.2 标准曲线的制作

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。

#### 19.2.3 试样溶液的测定

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再进行测定。

## 20 分析结果的表述

由标准曲线得到试样溶液中某种待测元素的浓度，扣除空白值后按 GB 5009.156 进行迁移量计算，得到食品接触材料及制品中某种元素的迁移量。计算结果保留三位有效数字。

## 21 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%。

## 22 其他

各元素的检出限见表 8。

表 8 本方法各元素的检出限

元素	As	Cd	Cr	Ni	Pb	Sb	Zn
检出限/(mg/L)	0.01	0.001	0.01	0.002	0.01	0.01	0.02

各元素的定量限见表 9。

表 9 本方法各元素的定量限

元素	As	Cd	Cr	Ni	Pb	Sb	Zn
定量限/(mg/L)	0.03	0.003	0.03	0.006	0.03	0.03	0.06

## 附录 A

## 仪器参考工作条件及各元素推荐质荷比或分析波长

A.1 ICP-MS 测定食品接触材料各元素迁移量的参考工作条件见表 A.1。

表 A.1 ICP-MS 参考工作条件

仪器参数	数值	仪器参数	数值
射频功率	1 500 W	雾化器	同心圆或高盐型
等离子体气流量	15 L/min	采样锥/截取锥	镍锥或铂锥
载气流量	0.80 L/min	采集模式	跳峰(Spectrum)
辅助气流量	0.40 L/min	测定点数	1~3
氦气流量	4 mL/min	检测方式	自动
雾化室温度	2 °C	重复次数	2~3

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 ICP-MS 测定中各种金属元素推荐的质荷比、内标元素及分析模式见表 A.2。

表 A.2 待测元素推荐质荷比、内标元素和分析模式

分析元素	As	Cd	Cr	Ni	Pb	Sb	Zn
质荷比	75	111 114	52 53	60	208	121 123	64 66
内标元素	<sup>72</sup> Ge/ <sup>115</sup> In	<sup>103</sup> Rh/ <sup>115</sup> In	<sup>45</sup> Sc/ <sup>72</sup> Ge	<sup>45</sup> Sc/ <sup>72</sup> Ge	<sup>185</sup> Re/ <sup>209</sup> Bi	<sup>103</sup> Rh/ <sup>115</sup> In	<sup>72</sup> Ge/ <sup>103</sup> Rh
分析模式	普通/碰撞 反应池	普通/碰撞 反应池	碰撞 反应池	普通/碰撞 反应池	普通/碰撞 反应池	普通/碰撞 反应池	普通/碰撞 反应池

A.3 ICP-MS 测定中砷、镉、铅元素推荐采用的干扰校对方程见表 A.3。

表 A.3 元素干扰校对方程

同位素	推荐的校对方程
<sup>75</sup> As	$[^{75}\text{As}] = [75] - 3.1278 \times [77] + 1.0177 \times [78]$
<sup>111</sup> Cd	$[^{111}\text{Cd}] = [111] - 1.0728 \times [108] + 0.7638 \times [106]$
<sup>114</sup> Cd	$[^{114}\text{Cd}] = [114] - 1.6285 \times [108] - 0.0149 \times [118]$
<sup>208</sup> Pb	$[^{208}\text{Pb}] = [206] + [207] + [208]$

注 1：[X]为质荷比 X 处的质谱信号强度——离子每秒计数值(CPS)。  
注 2：对于同量异位素干扰能够通过仪器的碰撞/反应模式得以消除的情况下，除铅元素外，其他元素可不采用干扰校对方程。  
注 3：低含量铬元素测定需要采用碰撞/反应模式。

A.4 ICP-OES 测定食品接触材料各元素迁移量的参考工作条件见表 A.4。

表 A.4 ICP-OES 参考工作条件

仪器参数	工作条件
射频功率	1 200 W
观测方向	轴向观测或双向观测
雾化气流量	0.70 L/min
辅助气流量	1.00 L/min
等离子体气流量	12 L/min
分析泵速	1.0 mL/min
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.5 ICP-OES 测定各种金属元素的推荐分析波长见表 A.5。

表 A.5 元素推荐分析波长

单位为纳米

分析元素	As	Cd	Cr	Ni	Pb	Sb	Zn
分析波长	188.980	214.438	267.716	221.647	220.353	206.833	202.548
	193.759	226.502		231.604		217.581	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。

A.6 纸制品和软木塞样品消解参考条件见表 A.6。

表 A.6 样品消解参考条件

消解方式	步骤	控制温度 ℃	升温时间 min	恒温时间
微波消解	1	120	5	5 min
	2	150	5	10 min
	3	190	5	20 min
压力罐消解	1	80	—	2 h
	2	120	—	2 h
	3	150	—	4 h

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。

