



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3653—2013

食品接触材料 无机非金属材料 水模拟物中氟离子的测定 离子色谱法

Food contact materials—Inorganic nonmetallic materials—
Determination of fluoride release from water simulants—
Ion chromatography

2013-08-30 发布

2014-03-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：孙明星、高欢、卫碧文、闵红、蔡婧、吴宾芬。

食品接触材料 无机非金属材料 水模拟物中氟离子的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了食品接触材料水模拟物中氟离子的离子色谱测定方法。
本标准适用于食品接触材料水模拟物中氟离子的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的,凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

样品经沸水浸提,在 $(22\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 下静置 24 h,采用离子色谱法测定浸提液中氟离子的含量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 无水碳酸钠, Na_2CO_3 。

4.2 无水碳酸氢钠, NaHCO_3 。

4.3 0.5 mol/L 碳酸钠溶液:称取 53 g 无水碳酸钠(4.1)固体,溶于水,定容至 1 000 mL,抽滤,浓度为 0.5 mol/L。

4.4 0.5 mol/L 碳酸氢钠溶液:称取 42 g 碳酸氢钠(4.2)固体,溶于水,定容至 1 000 mL,抽滤,浓度为 0.5 mol/L。

4.5 淋洗液:准确移取 18 mL 0.5 mol/L 碳酸钠溶液(4.3)和 5.6 mL 0.5 mol/L 碳酸氢钠溶液(4.4)至一个 2 L 的容量瓶中,用水定容至刻度,作为淋洗液,此溶液含 4.5 mmol/L 碳酸钠和 1.4 mmol/L 碳酸氢钠。

4.6 水中氟标准物质,按 GB/T 602 方法进行配制,或者直接使用有标准溶液证书的有效期内的元素溶液。

4.7 标准工作溶液:移取适量的水中氟标准物质,用淋洗液配制成 0.01 $\mu\text{g/mL}$, 0.05 $\mu\text{g/mL}$, 0.1 $\mu\text{g/mL}$, 0.5 $\mu\text{g/mL}$, 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液,此溶液现用现配。

5 仪器和装置

5.1 离子色谱仪:配有数字型电导检测器。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.3 恒温振荡器:可恒温至 $(95\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 器皿:使用不含氟的器皿,如聚乙烯塑料器皿、不锈钢等。

6 取样

从每批产品中分别随机抽取相同装饰的不同器型规格的六件样品代表件进行检验。

7 分析步骤

7.1 试料制备

7.1.1 试样的清洗

试样用浸润过微碱性洗涤剂的软布揩拭表面后,用自来水洗刷干净,再用不含氟的去离子水冲洗,晾干后备用。

7.1.2 试样的萃取

如果试样为容器,加入沸水至 $2/3\sim 4/5$ 容积,加上塑料盖(不含氟离子),置于 95°C 恒温水浴中 30 min 后取出,在 $(22\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 下静置 24 h。不能盛装液体的扁平器皿的浸泡液体积,以器皿表面积每平方厘米加 2 mL 计算。即将器皿划分为若干简单的几何图形,计算出总面积。如将整个器皿放入浸泡液中时,则按两面计算,加入浸泡液的体积应再乘以 2。

7.2 测定

7.2.1 离子色谱的工作条件

离子色谱法的工作条件参数如下:

- a) 色谱柱:高容量阴离子交换柱,250 mm $\times$ 4 mm,或相当者;
- b) 淋洗液:4.5 mmol/L Na_2CO_3 +1.4 mmol/L NaHCO_3 ;
- c) 流速:1.2 mL/min;
- d) 柱温: 30°C ;
- e) 抑制器:电化学自再生抑制模式;
- f) 抑制电流:30 mA;
- g) 检测器:数字型电导检测器;
- h) 进样量:100 μL ;
- i) 分析时间:6 min。

上述工作条件是典型的,可根据不同仪器特点,对给定工作条件作适当调整,以获得最佳效果。

7.2.2 绘制标准工作曲线

待仪器稳定后开始测定,在上述工作条件(7.2.1)下,按浓度由低到高的次序依次测定标准工作溶液,绘制工作曲线。

7.2.3 样品溶液的测定

取样品溶液(7.1.2)按上述分析条件,根据色谱峰的保留时间对氟离子进行定性分析,用外标法进行定量分析。氟离子典型的离子色谱图参见附录 A。

7.2.4 空白试验

按 7.2.3 进行空白试验。

8 结果计算

见式(1)和式(2)。

$$X = (c_1 - c_0) \times F \quad \dots\dots\dots (1)$$

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

式中：

X —— 试样浸泡液中氟离子含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_1 —— 从校正曲线上查得的氟离子含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 —— 空白中氟离子含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

F —— 折算成每平方厘米 2 mL 浸泡液的校正系数;

V —— 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 —— 每平方厘米 2 mL 浸泡液,单位为毫升每平方厘米(mL/cm^2)。

9 测定低限

氟离子的测定低限为 $0.002 \mu\text{g/mL}$ 。

10 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

11 检验报告

检验报告应包括下列内容:

- a) 送样单位、送检日期、检验性质;
- b) 试样名称、编号、要求检验项目;
- c) 检验标准名称、编号;
- d) 检验结果;
- e) 检验者、审核者签名、检验单位盖章;
- f) 检验结果报告日期;
- g) 其他对检验结果有关的说明。

附录 A
(资料性附录)
氟离子典型离子色谱图

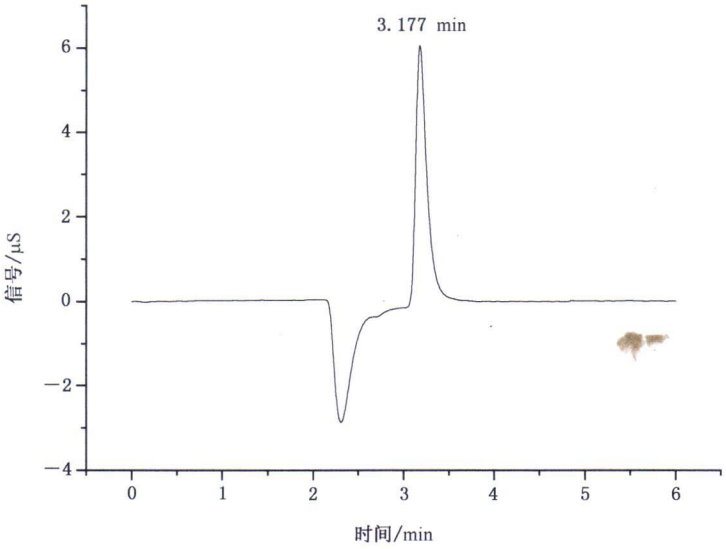


图 A.1 氟离子典型离子色谱图($c=1.0\ \mu\text{g/mL}$)
