



中华人民共和国国家标准

GB/T 13120—1996

食品容器及包装材料用聚酯树脂及其 成型品中锑的测定方法

Method for determination of antimony in polyester resin
and products for food containers and packaging materials

1996-06-19 发布

1996-09-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准是对原 GB 13120—91 食品容器及包装材料用聚酯树脂及其成型品中锑的测定方法(孔雀绿分光光度法)的充实和修订。补充了石墨炉原子吸收光谱法,并将其列为第一法,而将原有孔雀绿分光光度法 GB 13120—91 列为第二法,以满足不同分析要求的需要。

本标准从实施之日起,同时代替 GB 13120—91。

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准负责起草单位:上海市食品卫生监督检验所;参加起草单位:辽宁省食品卫生监督检验所、上海市卢湾区卫生防疫站。

本标准主要起草人:第一篇:王旋、沈文、李敏、劳宝法,第二篇:沈文、方亚敏、张翠花。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。

中华人民共和国国家标准

食品容器及包装材料用聚酯树脂及其 成型品中锑的测定方法

GB/T 13120—1996

代替 GB 13120—91

Method for determination of antimony in polyester resin
and products for food containers and packaging materials

1 范围

本标准规定了食品容器及包装材料用聚酯树脂及其成型品中微量锑的测定方法——石墨炉原子吸收光谱法和孔雀绿分光光度法。

本标准适用于热可塑性聚酯树脂及其成型品中锑的测定。也可用于搪瓷餐具、容器中锑的测定。

第一篇 石墨炉原子吸收光谱法

2 原理

在盐酸介质中,经碘化钾还原后的三价锑和吡咯烷二硫代甲酸铵(APDC)络合,以4-甲基戊酮-[2](甲基异丁基酮 MIBK)萃取后,用石墨炉原子吸收分光光度计测定。

3 试剂

本标准所用试剂均为分析纯试剂,实验用水为蒸馏水或同等纯度的水。

- 3.1 4%乙酸:量取4 mL 乙酸,加水稀释至100 mL。
- 3.2 6 mol/L 盐酸:量取50 mL 盐酸,加水稀释至100 mL。
- 3.3 100 g/L 碘化钾溶液:称取10 g 碘化钾,加水至100 mL(临用前配制)。
- 3.4 5 g/L 吡咯烷二硫代甲酸铵(APDC):称取0.5 g APDC 置250 mL 具塞锥形瓶内,加水100 mL,振摇1 min,过滤,滤液备用(临用前配制)。
- 3.5 4-甲基戊酮-[2](MIBK)。
- 3.6 锑标准储备液:称取0.250 0 g 锑粉(99.99%),加25 mL 浓硫酸,缓缓加热使其溶解,将此液定量转移至盛有约100 mL 水的500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。此储备液每毫升相当于0.5 mg 锑。
- 3.7 锑标准中间液:取储备液1.00 mL,以水稀释至100.0 mL。此中间液每毫升相当于5 μ g 锑。
- 3.8 锑标准使用液:取中间液10.0 mL,以水稀释至100.0 mL。此使用液每毫升相当于0.5 μ g 锑。

4 仪器

- 4.1 原子吸收分光光度计。
- 4.2 石墨炉原子化器。

5 分析步骤

5.1 样品处理

中华人民共和国卫生部1996-06-19批准

1996-09-01实施

5.1.1 树脂(材质粒料)

称取 4.00 g(精确至 0.01 g)试样于 250 mL 具回流装置的烧瓶中,加入 90 mL 乙酸(3.1),接好冷凝管,在沸水浴上加热回流 2 h,立即用快速滤纸过滤,并用少量乙酸(3.1)洗涤滤渣,合并滤液后定容至 100 mL,备用。

5.1.2 成型品

按成型品表面积 1 cm² 加入 2 mL 的比例,以乙酸(3.1)于 60℃ 浸泡 30 min(受热容器则 95℃, 30 min),取浸泡液作为试样溶液,备用。

5.2 标准曲线制作

取铈标准使用液 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL(相当于 0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 μg 铈),分别置于预先加有 20 mL 乙酸(3.1)的 125 mL 分液漏斗中,以乙酸(3.1)补足体积至 50 mL。分别依次加入 2 mL 碘化钾溶液,3 mL 盐酸(3.2),混匀后放置 2 min,然后分别加入 10 mL APDC 溶液,混匀,各加 10 mL MIBK。剧烈振摇 1 min,静置分层,弃除水相,以少许脱脂棉塞入分液漏斗下颈部,将 MIBK 层经脱脂棉滤至 10 mL 具塞试管中,取 20 μL 有机相按仪器工作条件测定(仪器参考工作条件见表 1、2,萃取后 4 h 内完成测定),作吸光度-铈含量标准曲线。

表 1 仪器工作条件(供参考)

分析波长 nm	灯电流 mA	狭缝 nm	背景校正方式	测量方式	积分时间 s
231.2	20	L 0.7	塞曼/氘灯	峰面积	5

表 2 石墨炉工作条件(供参考)

步骤	温度,℃	升温时间,s	保持时间,s	气体流量,mL/min
干燥	120	10	10	300
灰化	1 000	10	10	300
原子化	2 650	3	2	0
清扫	2 650	1	1	300

5.3 样品测定

取 5.1 条中的试样溶液 50 mL,置 125 mL 分液漏斗中,另取 50 mL 乙酸(3.1)作试剂空白,以下可按 5.2 项中“分别依次加入 2 mL 碘化钾溶液……”操作。

5.4 计算

$$X = \frac{A - A_0}{V} \times F \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: X——浸泡液或回流液中铈的含量,μg/mL;

A——所取样液中铈测得质量,μg;

A₀——试剂空白液中铈测得质量,μg;

V——所取试样溶液的体积,mL;

F——浸泡液或回流液稀释倍数(不稀释时 F 为 1)。

6 允许差

同一实验室平行测定或重复测定结果相对偏差绝对值≤20%。

第二篇 孔雀绿分光光度法

7 原理

五价铈离子能与三苯基甲烷染料孔雀绿(malachite green)形成有色络合物,在一定 pH 介质中能被乙酸异戊酯萃取。然而只有五价铈才有可能与孔雀绿染料形成络合物。因此有必要先将体系中的铈离子,全部还原成三价铈,然后再氧化为五价铈离子,达到定量络合萃取测定的目的。

8 试剂

- 8.1 无水硫酸钠:分析纯。
- 8.2 乙酸异戊酯:分析纯。
- 8.3 氯化亚锡溶液:称取 12 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),加 10 mL 浓盐酸加热溶解后,加水至 100 mL。
- 8.4 亚硝酸钠溶液:称取 20 g 亚硝酸钠(NaNO_2)加水溶解并稀释至 100 mL。
- 8.5 脲素水溶液(1+1)。
- 8.6 稀盐酸溶液:5 份浓盐酸加 1 份水。
- 8.7 孔雀绿溶液:称取 0.2 g 孔雀绿,加水溶解并稀释至 100 mL。
- 8.8 柠檬酸钠溶液:称取 20 g 柠檬酸钠($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$),加水溶解并稀释至 100 mL。
- 8.9 稀硫酸溶液:1 份浓硫酸加入 5 份水中。
- 8.10 磷酸:分析纯。
- 8.11 铈标准储备液:称取 0.250 0 g 铈粉,精确至 0.000 1 g,在小烧杯中加 25 mL 浓硫酸,缓缓加热使其溶解,定量转移至 500 mL 容量瓶,以水稀释至刻度,此储备液铈的浓度为 0.5 mg/mL。
- 8.12 铈标准使用液:取储备液 2 mL,以稀硫酸稀释至 100 mL,此使用液铈的浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 。

9 仪器

分光光度计。

10 操作方法

10.1 样品处理

按 5.1 进行。

10.2 标准曲线制作

取铈标准使用液(8.12)0,0.1,0.3,0.5,0.7,1.0 mL(相当于 0,1,3,5,7,10 μg 铈),分别置于预先加有 4 mL 水、4 mL 稀盐酸溶液(8.6)的 125 mL 分液漏斗中,加入氯化亚锡溶液(8.3)2 滴,混匀,放置 5 min,加入 1 mL 亚硝酸钠溶液(8.4),混匀,并用橡胶吸球吹气,赶尽分液漏斗中的棕色氮氧化物气体,然后加入 2.5 mL 脲素水溶液(8.5),充分振摇混匀,然后放置溶液中再无气泡逸出。加入孔雀绿溶液(8.7)1 mL,加入 10 mL 柠檬酸钠溶液(8.8),然后加入 5 mL 乙酸异戊酯(8.2),充分振摇 30 s,放置分层,弃除水相,有机相通过预先置有少许无水硫酸钠的小漏斗,经脱水后的有机相收集在小试管中,以零管作空白,用 1 cm 光程比色皿,在 628 nm 波长处进行测定,作吸光度-铈浓度标准曲线。

10.3 样品测定

取 5.1 条中的试样溶液 50 mL,置蒸发皿中,加磷酸(8.10)2 滴,在微沸水浴上蒸发至近干(约残存 0.5 mL),用 4 mL 稀盐酸溶液(8.6)分次洗皿内容物至预先已有 1 mL 水的分液漏斗中,再以 3 mL 水分次洗皿,洗涤液合并入分液漏斗中,加氯化亚锡溶液(8.3)2 滴,混匀后放置 5 min,以下可按 10.2 条中“加入 1 mL 亚硝酸钠溶液(8.4)……”操作。同时以 50 mL 4% 乙酸作试剂空白。

10.4 计算

$$X = \frac{A - A_0}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中: X——浸泡液中铈的含量, $\mu\text{g/mL}$;

A——所取样液中铈测得质量, μg ;

A_0 ——试剂空白中铈测得质量, μg ;

V——所取试样溶液的体积, mL。

11 允许差及最小检出量

同一实验室平行测定或重复测定结果相对偏差绝对值 $\leq 20\%$, 本法的最小检出量为 $0.02 \mu\text{g/mL}$ 。

附 录 A

(提示的附录)

食品包装材料用聚酯树脂及其成型品中锑的测定方法
(石墨炉原子吸收光谱法)

A1 方法评价

本方法具有设计合理、操作简便,灵敏度、精密度和准确度高等优点。经验证符合原设计要求,可作为国家标准方法用于测定食品包装材料用聚酯树脂及其成型品中锑的含量。

A2 方法研制及验证结果

单位	上海市食品卫生 监督检验所	辽宁省食品卫生 监督检验所	上海市卢湾区卫生 防疫站
仪器型号	P-E 塞曼 5000	PHILIPS PU9100X	日立 180-50
1%吸收灵敏度, $\mu\text{g/L}$	0.55	0.2	1.03
检出限, $\mu\text{g/L}$	0.62	0.21	1.4
线性范围, $\mu\text{g/L}$	5~70	2~70	2~70
标准曲线相关系数	0.999 2	0.999 6	0.999 2
相对标准偏差 RSD, %	5.1	5.1	6.2
回收率, %	87.0~99.6	93.0~99.0	96.0~100

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食品容器及包装材料用聚酯树脂及其
成型品中锑的测定方法

GB/T 13120—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 10 千字

1996 年 12 月第一版 1996 年 12 月第一次印刷

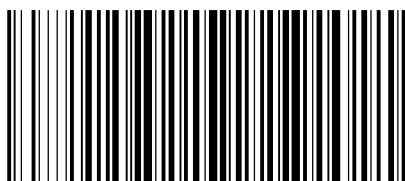
印数 1—2 000

*

书号: 155066 • 1-13369 定价 10.00 元

*

标 目 301—26



GB/T 13120-1996