



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4131—2015

---

## 日用陶瓷器皿钡溶出量的测定方法

Testing methods for barium extracted from domestic ceramicware

2015-02-09 发布

2015-09-01 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 和 GB/T 20001.4—2001 给出的规则起草。

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：中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国湖南出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：张丽、张苗、贺鹏、项海波、孙计赞、王克刚、许宏民、倪荣军、王乐、陶琳。

# 日用陶瓷器皿钡溶出量的测定方法

**警告**——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本标准规定了用原子吸收分光光度法和电感耦合等离子体发射光谱法测定日用陶瓷制品钡溶出量的测定方法。

本标准适用于日用陶瓷器皿中钡溶出量测定(包括日用陶瓷制品与食物接触面及饮料容器唇边处)。

## 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 5000 日用陶瓷名词术语

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 术语和定义

GB/T 5000 确立的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**与食物接触面** **surfaces contact with foods**

用于或可用于调制、盛放或贮存食品或饮料的陶瓷制品在使用时与食物直接接触的表面。

### 3.2

**唇边** **lip and rim area**

与嘴唇接触的饮用容器(如:杯、大杯、奶杯、小碗等)上边缘宽 $(20.0 \pm 1.0)$ mm 的外表面。

### 3.3

**A 类制品** **ceramic ware A**

与食物接触并能盛装溶液的日用陶瓷制品(如:杯类、碗类、盘类、壶类、罐等类)。

### 3.4

**B 类制品** **ceramic ware B**

与食物接触但不能盛装溶液的日用陶瓷制品(如:陶瓷铲、多孔烤盘、蛋糕座等)。

### 3.5

**饮用容器** **drinking vessel**

日用陶瓷中的一种,用于盛装饮料或汤料的陶瓷制品(如:杯、小汤碗等)。

## 4 原理

用4%(体积分数)乙酸溶液,在 $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下避光浸泡 $24\text{ h} \pm 10\text{ min}$ ,萃取陶瓷制品表面及陶瓷饮用容器制品唇边溶出的钡,用原子吸收分光光度计和电感耦合等离子体发射光谱法测试萃取液中的钡含量。

## 5 试剂与标准物质

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 中规定的二级水或以上规格。

- 5.1 洗涤剂:使用普通的市售中性或微碱性洗涤剂,按产品说明在自来水中溶解。
- 5.2 冰乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ):密度  $1.05\text{ g/cm}^3$ ,纯度 $\geq 99.5\%$ ,避光保存。
- 5.3 乙酸溶液:4%(体积分数),冰乙酸与水体积混合比为 1:24,即用即配。
- 5.4 钡标准储备溶液:市售的  $1\,000\text{ }\mu\text{g/mL}$  的标准溶液。
- 5.5 钡标准工作储备溶液:准确移取钡标准储备溶液(5.4)100 mL 于  $1\,000\text{ mL}$  容量瓶中,以 4%(体积分数)乙酸溶液稀释至刻度,摇匀。此溶液浓度为  $100\text{ mg/L}$ 。
- 5.6 钡标准工作溶液(火焰原子吸收分光光度法):准确移取  $0.00\text{ mL}$ 、 $1.00\text{ mL}$ 、 $2.50\text{ mL}$ 、 $5.00\text{ mL}$ 、 $7.50\text{ mL}$ 、 $10.00\text{ mL}$  钡标准储备溶液(5.4),分别置于  $100\text{ mL}$  容量瓶中,以 4%(体积分数)乙酸溶液稀释至刻度,摇匀;此溶液  $1\text{ mL}$  分别含钡  $0.00\text{ }\mu\text{g}$ 、 $10.00\text{ }\mu\text{g}$ 、 $25.00\text{ }\mu\text{g}$ 、 $50.00\text{ }\mu\text{g}$ 、 $75.00\text{ }\mu\text{g}$ 、 $100.00\text{ }\mu\text{g}$ ,置冰箱在低温  $15\text{ }^\circ\text{C}$  保存。
- 5.7 钡标准工作溶液(电感耦合等离子体发射光谱法):准确移取  $0.00\text{ mL}$ 、 $1.00\text{ mL}$ 、 $2.00\text{ mL}$ 、 $3.00\text{ mL}$ 、 $5.00\text{ mL}$ 、 $10.00\text{ mL}$  钡标准工作溶液(5.5),分别置于  $100\text{ mL}$  容量瓶中,以 4%(体积分数)乙酸溶液稀释至刻度,摇匀;此溶液  $1\text{ mL}$  分别含钡  $0.0\text{ }\mu\text{g}$ 、 $1.00\text{ }\mu\text{g}$ 、 $2.00\text{ }\mu\text{g}$ 、 $3.00\text{ }\mu\text{g}$ 、 $5.00\text{ }\mu\text{g}$ 、 $10.00\text{ }\mu\text{g}$ ,置冰箱在低温  $15\text{ }^\circ\text{C}$  保存。
- 5.8 器皿:具有耐化学腐蚀且不含钡物质的硼硅质玻璃或聚乙烯等类似器皿。
- 5.9 密封材料:石蜡、硅酮密封等不影响检验结果的材料,无纯度要求。
- 5.10 燃气:溶解乙炔气,纯度不小于  $99.998\%$ ,水分小于  $5\text{ mg/kg}$ 。
- 5.11 氩气( $\geq 99.99\%$ )。

## 6 仪器与材料

### 6.1 火焰原子吸收分光光度计

配有背景校正的原子吸收分光光度计。使用空气-乙炔火焰。

钡空心阴极灯。

### 6.2 电感耦合等离子体发射光谱仪

光源:等离子体光源,使用功率  $750\text{ W}\sim 1\,750\text{ W}$ 。

## 7 试样

将 6 件试样及一个空白对照烧杯,用洗涤剂洗涤,然后用自来水反复冲洗,再用水清洗干净,在干燥箱内或无尘处干燥。清洗后的试样及空白对照烧杯浸泡面不得再沾污到其他有可能影响检测结果的物质。

## 8 测定步骤

### 8.1 浸泡

#### 8.1.1 浸泡条件

温度  $22\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ ,避光浸泡时间  $24\text{ h}\pm 10\text{ min}$ ,用适当的方法或器皿将试样遮盖,以防止溶液蒸

发。每次浸泡试样时,均应将一空白对照烧杯在与试样相同的浸泡环境、相同的时间内进行浸泡。

### 8.1.2 A类制品

将4%乙酸溶液注入试样,直至离溢出边缘约4 mm~5 mm处(沿试样表面测量,而非垂直距离),如果距试样边缘5 mm内有装饰、颜色或者容积小于20 mL的试样,则用4%乙酸溶液注至溢出边缘。必要时记录每一试样所用乙酸溶液体积,准确到±2%。

### 8.1.3 B类制品

先将试样不接触食物的一面涂盖抗4%(体积分数)乙酸反应的石蜡保护层,将试样放入一高度高于被测试样10 mm以上,直径约为被测试样1.2倍左右的平底无钡玻璃或白胎陶瓷容器内,将4%乙酸溶液注入容器内,使乙酸溶液完全浸没试样的食物接触面。也可用硅酮密封胶(玻璃胶)在试样边缘圈上涂成密封圈以形成可加溶液的容器,将4%乙酸溶液注入容器内,使乙酸溶液完全浸没试样的食物接触面。记录每一试样所用乙酸溶液体积 $V$ ,准确到±2%。

### 8.1.4 日用陶瓷饮用容器唇边

在距试样口沿 $(20.0 \pm 1.0)$  mm高度处用石蜡涂层或硅酮密封胶涂层做一刻度标线,将试样口朝下扣置于高度至少为25 mm,直径约为被测试样1.5倍左右的平底无钡玻璃、塑料等材质的容器内,必要时稍加以重压,然后注入4%乙酸溶液至刻度标线处,记录每一试样所用乙酸溶液的体积( $V_1$ ),准确到±2%;测量试样的容量( $V_2$ ),准确到±2%。

### 8.1.5 浸泡液的萃取

将符合5.8的玻璃棒将萃取液搅拌均匀(搅拌时应避免萃取液的损失),然后将混匀后的萃取液移入容器中保存,并尽快进行测定,以免溶液中的钡被器壁吸附和萃取液的蒸发。

## 8.2 测定

### 8.2.1 方法的选择

优先选择电感耦合等离子体发射光谱法(8.2.3)。

对于浸泡液钡含量低于 $3.96 \mu\text{g/mL}$ 的须选用电感耦合等离子体发射光谱法(8.2.3),浸泡液钡含量高于 $3.96 \mu\text{g/mL}$ 的也可以选用火焰原子吸收分光光度法(8.2.2)。

### 8.2.2 火焰原子吸收分光光度法

#### 8.2.2.1 仪器工作条件

波长:553.6 nm,狭缝1.0 nm,灯电流为18.0 mA,燃烧器高度为15 mm,乙炔气流量力2.8 L/min,空气流量为13.53 L/min,要求仪器的灵敏度优于 $3.18 \mu\text{g/mL}$ 。

#### 8.2.2.2 标准工作曲线

选择5.6中全部的钡标准工作溶液,在火焰原子吸收分光光度计上,按仪器工作条件操作,测量其吸光度,绘制吸光度-浓度标准曲线,标准曲线的相关系数不应低于0.99。

#### 8.2.2.3 样品测定

在相同的仪器工作条件下测量试样浸泡液的吸光度,直接由标准曲线上查得试样萃取液中钡的浓度,同时测定空白(即空白对照烧杯)。如果浸泡液中钡含量高于 $100.00 \text{ mg/L}$ ,用4%乙酸溶液稀释后

SN/T 4131—2015

再测定,使用氘灯扣背景方式对仪器背景进行校正。

### 8.2.3 电感耦合等离子体发射光谱法

#### 8.2.3.1 仪器工作条件

辅助气流量:1.5 r/min,冷却气流量:12 r/min,雾化气流量:0.75 r/min。要求仪器的灵敏度优于 0.02  $\mu\text{g/mL}$ 。

#### 8.2.3.2 标准工作曲线

选择 5.7 中全部的钡标准工作溶液,在电感耦合等离子体发射光谱仪上按仪器工作条件操作,测量其谱线强度,绘制强度-浓度标准曲线,且标准曲线的相关系数不应低于 0.99。

#### 8.2.3.3 样品的测定

在相同的仪器工作条件下测量试样浸泡液中钡的发射强度,直接由标准曲线上查得试样萃取液中钡的浓度,同时测定空白(即空白对照烧杯)。如果浸泡液中钡含量高于 10.00  $\text{mg/L}$ ,用 4%乙酸溶液稀释后再测定。

## 9 结果计算

### 9.1 A 类制品

9.1.1 A 类制品钡溶出量以毫克每升( $\text{mg/L}$ )表示的,直接取 8.2 扣除空白后的检测结果。钡测定结果修约到 0.01  $\text{mg/L}$ 。

9.1.2 A 类制品中扁平器类型的钡溶出量以单位面积钡溶出量来表示,按式(1)计算,将试样与食物接触面放在有面积刻度的方格纸上,沿边缘画下轮廓,记下这个参考面积( $A_k$ ),以平方分米( $\text{dm}^2$ )表示,计算公式如下:

$$A = \frac{(C - C_0) \times V}{A_k \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A —— 试样中钡的溶出量,单位为毫克每平方分米( $\text{mg}/\text{dm}^2$ );

C —— 8.2 中试样萃取液中钡含量,单位为毫克每升( $\text{mg/L}$ );

$C_0$  —— 8.2 中空白萃取液中钡含量,单位为毫克每升( $\text{mg/L}$ );

V —— 乙酸浸泡液体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$A_k$  —— 试样与食物接触面投影面积,单位为平方分米( $\text{dm}^2$ )。

钡测定结果修约到 0.01  $\text{mg}/\text{dm}^2$ 。

### 9.2 B 类制品

B 类制品钡溶出量结果用毫克每件( $\text{mg}/\text{件}$ )表示,按式(2)计算:

$$A = \frac{(C - C_0) \times V_1}{1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A —— 每件试样的钡溶出总量,单位为毫克每件( $\text{mg}/\text{件}$ );

C —— 8.2 中试样萃取液中钡含量,单位为毫克每升( $\text{mg/L}$ );

$C_0$  —— 8.2 中空白萃取液中钡含量,单位为毫克每升( $\text{mg/L}$ );



$V_1$ ——乙酸浸泡液体积,单位为毫升(mL)。  
钡测定结果修约到 0.01 mg。

9.3 日用陶瓷饮用容器唇边

9.3.1 日用陶瓷饮料容器唇边钡溶出总量同 9.2,结果用毫克每件(mg/件)表示,按式(2)计算,钡测定结果修约到 0.01 mg。

9.3.2 日用陶瓷饮用容器唇边相对容积钡溶出量结果用毫克每升(mg/L)表示,按式(3)计算:

$$A = \frac{(C - C_0) \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (3)$$

式中:  
 $A$  ——每件试样的钡溶出量,单位为毫克每升(mg/L);  
 $C$  ——8.2 中试样萃取液中钡含量,单位为毫克每升(mg/L);  
 $C_0$  ——8.2 中空白萃取液中钡含量,单位为毫克每升(mg/L);  
 $V_1$  ——乙酸浸泡液体积,单位为毫升(mL);  
 $V_2$  ——试样的容积,单位为毫升(mL)。  
钡测定结果修约到 0.01 mg/L。

9.3.3 日用陶瓷饮用容器唇边以单位面积钡溶出量(mg/dm<sup>2</sup>)来表示,按式(4)计算,其中应先测算出日用陶瓷饮用容器唇边的表面积( $A_k$ ),以平方分米(dm<sup>2</sup>)表示,计算公式如下:

$$A = \frac{(C - C_0) \times V_1}{A_k \times 1\,000} \dots\dots\dots (4)$$

式中:  
 $A$  ——试样中钡的溶出量,单位为毫克每平方分米(mg/dm<sup>2</sup>);  
 $C$  ——8.2 中试样萃取液中钡含量,单位为毫克每升(mg/L);  
 $C_0$  ——8.2 中空白萃取液中钡含量,单位为毫克每升(mg/L);  
 $V_1$  ——乙酸浸泡液体积,单位为毫升(mL);  
 $A_k$  ——饮料容器口沿的表面积,单位为平方分米(dm<sup>2</sup>)。  
钡测定结果修约到 0.01 mg/dm<sup>2</sup>。  
注: 以上结果计算方法同时适用于 8.2 中的两种检测方法。

10 精密度及最小定量限

10.1 精密度

精密度数据是依据 6 个验证实验室分别对 2 个方法的 3 个测试水平的实验数据分析得到的,火焰原子吸收分光光度法见表 1,电感耦合等离子体发射光谱法见表 2。

表 1 火焰原子吸收分光光度法钡溶出量测定精密度

测试水平/(mg/L)	重复性	再现性
10	1.214	0.588
20	1.247	0.807
50	2.160	1.293

SN/T 4131—2015

表 2 电感耦合等离子体发射光谱法钡溶出量测定精密度

测试水平/(mg/L)	重复性	再现性
1.00	0.043	0.041
3.00	0.057	0.038
5.00	0.096	0.080

10.2 最小定量限

火焰原子吸收分光光度法测定日用陶瓷器皿中钡溶出量的最小定量限为 3.96 mg/L;电感耦合等离子体发射光谱法测定日用陶瓷器皿中钡溶出量的最小定量限为 0.05 mg/L。

11 检验报告

检验报告应包括下列内容:

- a) 试样名称、编号、要求检验项目;
- b) 检验标准名称、编号;
- c) 每个样品的检验结果;
- d) 其他与检验结果有关的说明。