



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.127—2003
代替 GB/T 15205—1994

食品包装用聚酯树脂及其成型品中 锗的测定

Determination of germanium in polyester resin
and products for food packaging

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 15205—1994《食品包装用聚酯树脂及其成型品中锆的测定方法》。

本标准与 GB/T 15205—1994 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《食品包装用聚酯树脂及其成型品中锆的测定》；
- 按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准起草单位：上海市食品卫生监督检验所、广西壮族自治区食品卫生监督检验所、上海卢湾区卫生防疫站。

本标准主要起草人：方亚敏、沈文、劳宝法、赵林。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

食品包装用聚酯树脂及其成型品中锆的测定

1 范围

本标准规定了经四氯化碳萃取,苯芴酮络合分光光度法测定锆。

本标准适用于食品包装用聚酯树脂及其成型品中锆的测定。

本方法的检出限为 0.020 $\mu\text{g/mL}$ 。

2 原理

聚酯树脂塑料的乙酸浸泡液,在酸性介质中,经四氯化碳萃取,然后与苯芴酮络合,在 510 nm 下分光光度测定。

3 试剂

3.1 盐酸。

3.2 硫酸。

3.3 乙醇。

3.4 四氯化碳。

3.5 1+1 盐酸溶液:量取 50 mL 盐酸,加水稀释至 100 mL。

3.6 1+6 硫酸溶液:量取 60 mL 水,慢慢沿烧杯壁小心加入 10 mL 硫酸。

3.7 4%(体积分数)乙酸溶液:量取 4 mL 乙酸,加水稀释至 100 mL。

3.8 400 g/L 氢氧化钠溶液:称取 40 g 氢氧化钠,加水稀释至 100 mL。

3.9 8 mol/L 盐酸溶液:量取 400 mL 盐酸,加水稀释至 600 mL。

3.10 0.4 g/L 苯芴酮溶液:称取 0.04 g 苯芴酮,加 75 mL 乙醇溶液,加硫酸(1+6)5 mL,并微微加热使充分溶解,冷却后,加乙醇至总体积为 100 mL。

3.11 锆的贮备液:在小烧杯中称取 0.050 g 锆,加 2 mL 浓硫酸,加 0.2 mL 过氧化氢,小心加热煮沸,再补加 3 mL 浓硫酸,加热至冒白烟。冷却后,加 3 mL 400 g/L 氢氧化钠溶液。锆全部溶解后,小心滴加 2 mL 浓硫酸,使溶液变成酸性,定量转移至 100 mL 容量瓶中,并加水稀释至刻度,此溶液含锆 0.5 mg/mL。

3.12 锆标准使用液:取锆标准贮备液 5.0 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加盐酸(1+1)2 mL,加水至刻度,此溶液含锆 25 $\mu\text{g/mL}$,再取此溶液 10 mL 置于 50 mL 容量瓶中,加 1 mL 盐酸,并加水至刻度。此溶液含锆为 5 $\mu\text{g/mL}$ 。

3.13 过氧化氢

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 标准曲线制作

取标准使用液 0.0、0.4、0.8、1.2、1.6、2.0 mL(相当于锆含量 0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 μg)。分别置于预先已有 50 mL 8 mol/L 盐酸溶液的 6 只分液漏斗中,加入 10 mL 四氯化碳,充分振摇 1 min,静止分层。取有机相 5 mL,置于 10 mL 具塞比色管中,加入 1 mL 0.4 g/L 苯芴酮溶液,然后加乙醇至刻

度,充分混匀后,在 510 nm 波长下,用 0 管校正仪器零点。用 1 cm 光程比色皿测定吸光度。并以锆浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

5.2 分析步骤

5.2.1 树脂(材质粒料)

精密称取约 4 g 试样于 250 mL 回流装置的烧瓶中,加入 90 mL 4% 乙酸,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 4% 乙酸洗涤滤渣,合并滤液后定容至 100 mL,备用。

5.2.2 成型品

以 2 mL/cm² 比例将成型品浸泡在 4% 乙酸溶液中,于 60℃ 下浸泡 30 min,取浸泡液作为试样溶液备用。

5.3 测定

取 5.2.1 或 5.2.2 条中试样溶液 50 mL 置 100 mL 瓷蒸发皿,加热蒸发至近干,用 8 mol/L 盐酸溶液 50 mL,分次洗残渣至分液漏斗中,然后加入 10 mL 四氯化碳,充分振摇 1 min,然后按 5.1 中“……静止分层。取有机相 5 mL,……”记下测得的吸光度值,从标准曲线查出相应的锆含量。

5.4 结果计算

5.4.1 成型品按式(1)计算:

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

式中:

- X——成型品中锆含量,单位为毫克每升(mg/L);
- A——测定时所取试样浸泡液中锆的含量,单位为微克(μg);
- V——测定时所取试样浸泡液体积,单位为毫升(mL);
- F——换算成 2 mL/cm² 的系数。

5.4.2 树脂按式(2)计算:

$$X = \frac{A}{\frac{m}{V_1} \times V_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X——树脂中锆的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- m——树脂质量,单位为克(g);
- A——测定时所取试样浸泡液中锆的含量,单位为微克(μg);
- V₁——定容体积,单位为毫升(mL);
- V₂——测定时所取试样体积,单位为毫升(mL)。

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%。