免费标准网(www.freebz.net) 标准最全面

ICS 67.040
C 53

中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.69—2008
代替 GB/T 5009.69—2003

食品罐头内壁环氧酚醛涂料卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard of epoxy phenolic coatings for inner wall of food cans

2008-07-31 发布　　2008-11-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会　发布

数码防伪

免费标准网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准网(www.freebz.net) 标准最全面

前　言

本标准代替并废止 GB/T 5009.69—2003《食品罐头内壁环氧酚醛涂料卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009.69—2003 相比主要修改在于：标准中“7.1　游离酚”的测定增加了第三法，即“7.1.3　示波极谱法”。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中国食品发酵工业研究院、上海市食品工业研究所、上海市疾病预防控制中心、河北省唐山市疾病预防控制中心、中国疾病预防控制中心营养与食品安全所负责起草。

示波极谱法的主要起草人：张文德、郭忠、杨大进、商博东、王荫国、刘玉欣。

本标准于 1985 年首次发布，1996 年第一次修订，2003 年第二次修订，本次为第三次修订。

免费标准网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准网(www.freebz.net) 标准最全面

食品罐头内壁环氧酚醛涂料卫生标准的分析方法

1 范围

本标准规定了食品罐头内壁环氧酚醛涂料的各项卫生指标的分析方法。

本标准适用于食品罐头内壁环氧酚醛涂料的各项卫生指标的分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 4805 食品罐头内壁环氧酚醛涂料卫生标准

GB/T 5009.60 食品包装用聚乙烯、聚苯乙烯、聚丙烯成型品卫生标准的分析方法

3 取样方法

3.1 同时出厂的、同规格的若干包涂料铁皮(称为一个货批)，随意地按 20 包称为若干货组，不足 20 包的余数应称作一个货组。

3.2 每货组随意地取一包进行检验。货批不足 20 包时，应抽两包进行检验。

3.3 应在被检验的每一包上、中、下三部位分别随意连续各抽 7 张(共 21 张)，分别注明产品名称、批号、取样日期、货批合格证号，进行涂料铁皮卫生、理化检验和外观检验。在外观检验的试样中留 3 张保存三个月，以备作仲裁分析用。

4 感官检查(包括原材料和成型品)

4.1 涂料膜：呈金黄色，光洁均匀，经模拟液浸泡后，色泽正常，无泛白、脱落现象。

4.2 涂料膜浸泡液：无异色、无异味，不混浊。

应符合 GB 4805 的规定。

5 试样处理

5.1 将涂料铁皮裁成一定尺寸，用肥皂水或洗衣粉在涂层表面刷 5 次；在露铁面(无涂层面)来回刷 10 次，用自来水冲洗 0.5 min，再用蒸馏水清洗 3 次，晾干备用，浸泡液量按涂层面积每平方厘米加 2 mL计算。

5.2 取同批号被测空罐 3 个～4 个，用肥皂水或洗衣粉转刷 5 次，用自来水冲洗 0.5 min，再用蒸馏水清洗 3 次，晾干。加入浸泡液至离罐口 0.6 cm～0.7 cm，盖好罐盖，外加锡纸扎紧，然后保温浸泡，完成浸泡倒入硬质玻璃容器备用。

6 浸泡条件

6.1 水：95 ℃，30 min。

6.2 乙醇(20%)：60 ℃，30 min。

6.3 乙酸(4%)：60 ℃，30 min。

免费标准网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准网(www.freebz.net) 标准最全面

6.4 正己烷：37 ℃，2 h。

以上含水浸泡液以及分析用水不得含酚和氯。一般用活性炭吸附过的蒸馏水(1 000 mL 蒸馏水加入 1 g 色层分析用的活性炭，充分搅拌，10 min 后静止，过滤待用)。

7 理化检验

7.1 游离酚

7.1.1 滴定法

适用于树脂。

7.1.1.1 原理

利用溴与酚结合成三苯酚，剩余的溴与碘化钾作用，析出定量的碘，最后用硫代硫酸钠滴定析出的碘，根据硫代硫酸纳溶液消耗的量，即可计算出酚的含量。

7.1.1.2 试剂

7.1.1.2.1 盐酸。

7.1.1.2.2 三氯甲烷。

7.1.1.2.3 乙醇。

7.1.1.2.4 饱和溴溶液。

7.1.1.2.5 碘化钾溶液(100 g/L)。

7.1.1.2.6 淀粉指示液：称取 0.5 g 可溶性淀粉，加少量水调至糊状，然后倒入 100 mL 沸水中，煮沸片刻，临用时现配。

7.1.1.2.7 溴标准溶液[$c(\frac{1}{2}Br_2)=0.1$ mol/L]。

7.1.1.2.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]。

7.1.1.3 分析步骤

称取约 1.00 g 树脂或环氧酚醛涂料试样(最好是现生产的)，小心放入蒸馏瓶内，以 20 mL 乙醇溶解(如水溶性树脂用 20 mL 水)，再加入 50 mL 水，然后用水蒸气加热蒸馏出游离酚，馏出溶液收集于 500 mL 容量瓶中，控制在 40 min～50 min 内馏出蒸馏液 300 mL～400 mL，最后取少许新蒸出液样，加 1 滴～2 滴饱和溴水，如无白色沉淀，证明酚已蒸完，即可停止蒸馏，蒸馏液用水稀释至刻度，充分摇匀，备用。

吸取 100 mL 蒸馏液，置于 500 mL 具塞锥形瓶中，加入 25 mL 溴标准溶液(0.1 mol/L)、5 mL 盐酸，在室温下放在暗处 15 min，加入 10 mL 碘化钾(100 g/L)，在暗处放置 10 min，加 1 mL 三氯甲烷，用硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.1 mol/L)滴定至淡黄色，加 1 mL 淀粉指示液，继续滴定至蓝色消褪为终点。同时用 20 mL 乙醇加水稀释至 500 mL，然后吸取 100 mL 进行空白试验(如水溶性树脂则以 100 mL 水做空白试验)。

7.1.1.4 结果计算

见式(1)：

$$X=\frac{(V_1-V_2)\times c\times 0.015\,68\times 5}{m}\times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X——试样中游离酚的含量，单位为克每百克(g/100 g)；

V_1——试剂空白滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2——滴定试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

0.015 68——与 1.0 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)=1.000$ mol/L]相当的苯酚的质量，单

免费标准网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准网(www.freebz.net) 标准最全面

位为克(g)；

m——样品质量，单位为克(g)。

计算结果表示到三位有效数字。

7.1.1.5 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5%。

7.1.2 比色法

适用于浸泡液的微量游离酚。

7.1.2.1 原理

在碱性溶液(pH9～10.5)的条件，酚与4-氨基安替吡啉经铁氰化钾氧化，生成红色的安替吡啉染料，红色的深浅与酚的含量成正比。用有机溶剂萃取，以提高灵敏度，与标准比较定量。

7.1.2.2 试剂

7.1.2.2.1 磷酸(1+9)。

7.1.2.2.2 硫代硫酸钠标准溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.025$ mol/L]。

7.1.2.2.3 溴酸钾-溴化钾溶液：准确称取2.78 g经过干燥的溴酸钾，加水溶解，置于1 000 mL容量瓶中，加10 g溴化钾溶解后，以水稀释到刻度。

7.1.2.2.4 盐酸。

7.1.2.2.5 硫酸铜溶液(100 g/L)。

7.1.2.2.6 4-氨基安替吡啉溶液(20 g/L)：贮于冰箱能保存一星期。

7.1.2.2.7 铁氰化钾溶液(80 g/L)。

7.1.2.2.8 缓冲液(pH9.8)：称取20 g氯化铵于100 mL氨水中，盖紧贮于冰箱。

7.1.2.2.9 三氯甲烷。

7.1.2.2.10 碘化钾。

7.1.2.2.11 淀粉指示液：配制同前。

7.1.2.2.12 酚标准溶液：准确称取新蒸182 ℃～184 ℃馏程的苯酚约1 g，溶于水中移入1 000 mL容量瓶，加水稀释至刻度。

7.1.2.2.13 酚标准使用液：吸取10 mL待测定的酚标准溶液，放入250 mL碘量瓶中，加入50 mL水、10 mL溴酸钾-溴化钾溶液，随即加5 mL盐酸，盖好瓶塞，缓缓摇动，静置10 min后加入1 g碘化钾。同时取10 mL，同上步骤做空白试验，用硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.025 mol/L)滴定空白和酚标准溶液，当溶液滴至淡黄色后加入2 mL淀粉指示液，继续滴至蓝色消失为终点。

按式(2)计算酚标准溶液中酚的含量：

$$X=\frac{(V_1-V_2)\times c\times 15.68}{V} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

X——酚标准溶液中酚的含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_1——空白滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2——酚标准溶液滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

15.68——与1.00 mL硫代硫酸钠[$c(Na_2S_2O_3)=1.000$ mol/L]标准滴定溶液相当的酚的质量，单位为毫克(mg)；

V——标定用酚标准使用液体积，单位为毫升(mL)。

根据上述计算的含量，将酚标准溶液稀释至1 mg/mL，临用时吸取10 mL，置于1 000 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，使此溶液每毫升相当于10 μg苯酚。再吸取此溶液10 mL，置于100 mL容量瓶

免费标准网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准网(www.freebz.net) 标准最全面

中，加水稀释至刻度，此溶液每毫升相当于 1.0 μg 苯酚。

7.1.2.3 仪器

可见分光光度计。

7.1.2.4 分析步骤

7.1.2.4.1 标准曲线制备

吸取 0、2.0、4.0、8.0、12.0、16.0、20.0、30.0 mL 苯酚标准使用液(相当于 0、2.0、4.0、8.0、12.0、16.0、20.0、30.0 μg 苯酚)，分别置于 250 mL 分液漏斗中，各加入无酚水至 200 mL，各分别加入 1 mL 缓冲液、1 mL 4-氨基安替吡啉溶液(20 g/L)、1 mL 铁氰化钾溶液(80 g/L)，每加入一种试剂，要充分摇匀，放置 10 min，各加入 10 mL 三氯甲烷，振摇 2 min，静止分层后将三氯甲烷层经无水硫酸钠过滤于具塞比色管中，用 2 cm 比色杯以零管调节零点，于波长 460 nm 处测吸光度，绘制标准曲线。

7.1.2.4.2 测定

量取 250 mL 样品水浸泡混合液，置于 500 mL 全磨口蒸馏瓶中，加入 5 mL 硫酸铜溶液(100 g/L)，用磷酸(1+9)调节 pH 在 4 以下[亦可用两滴甲基橙指示液(1 g/L)调至溶液为橙红色]加入少量玻璃珠进行蒸馏，在 200 mL 或 250 mL 容量瓶中预先放入 5 mL 氢氧化钠溶液(4 g/L)，接收管插入氢氧化钠溶液液面下接收蒸馏液，收集馏液至 200 mL。同时用 250 mL 无酚水按上法进行蒸馏，做试剂空白试验。

将上述全部样品蒸馏液及试剂空白蒸馏液分别置于 250 mL 分液漏斗中，以下按 7.1.2.4.1 自“各分别加入 1 mL 缓冲液……”起，依法操作，与标准曲线比较定量。

7.1.2.5 结果计算

见式(3)：

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 1\,000}{V \times 1\,000} \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：

X——试样浸泡液中游离酚的含量，单位为毫克每升(mg/L)；

m_1——测定试样浸泡液中游离酚的质量，单位为微克(μg)；

m_2——试剂空白中酚的含量，单位为微克(μg)；

V——测定用浸泡液的体积，单位为毫升(mL)。

空罐浸泡液游离酚含量换算成 2 mL/cm² 浸泡液游离酚的含量见式(4)：

$$X_1 = X \times \frac{V}{S \times 2} \quad \cdots\cdots(4)$$

式中：

X_1——测定试样水浸液中换算后的游离酚含量，单位为毫克每升(mg/L)；

X——试样浸泡液中游离酚的含量，单位为毫克每升(mg/L)；

V——每个空罐模拟液的体积，单位为毫升(mL)；

S——每个空罐内面总面积，单位为平方厘米(cm²)。

计算结果保留两位有效数字。

7.1.2.6 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%。

7.1.3 示波极谱法

适用于食品容器漆酚涂料、食品罐头内壁脱模涂料、水基改性环氧易拉罐内壁涂料、食品罐头内壁环氧酚醛涂料、食品容器及包装材料用聚碳酸酯树脂、食品容器、包装材料用聚碳酸酯成型品。最低检出限为 0.02 μg，取试样为 5 mL 时，最低检出浓度为 0.004 mg/L。标准曲线的线性范围为0.004 mg/L～0.10 mg/L。

免费标准网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准网(www.freebz.net) 标准最全面

7.1.3.1 原理

在加热条件下，游离苯酚与亚硝酸钠发生亚硝化反应生成亚硝基酚化合物，在滴汞电极上产生灵敏的极谱催化波，于电位－0.47 V 处，波高与苯酚的浓度在一定范围内呈良好的线性关系。试样的波高与苯酚标准曲线的波高比较而进行定量。

试样中 Zn^{2+}、Fe^{3+}、As^{3+}、Pb^{2+}、Cu^{2+} 等均干扰酚的测定。试样经蒸馏，大部分干扰物均可以消除。

共存的 10 000 μg 丙酮；800 μg 乙醇、邻苯二甲酸酯类、乙醛；200 μg 甲醇、三乙醇胺、乙酸乙酯、乙酸丁酯、乙腈、二甲基甲酰胺、丙三醇；20 μg 甲醛、异丁醇、异戊醇；10 μg 双酚 A 均对苯酚测定无干扰。在该底液中，对苯二酚、苯三酚与亚硝酸钠不起波，故无干扰。

7.1.3.2 试剂

本法所用试剂均为分析纯。纯水不含酚，纯水的电导率(25 ℃)≤0.10 mS/m。无酚蒸馏水的制备方法如下：

于水中加入氢氧化钠至 pH12 以上，进行蒸馏，在碱性溶液中酚形成酚钠不被蒸出。

7.1.3.2.1 纯汞：分析纯(滴汞电极使用)。

7.1.3.2.2 磷酸(H_3PO_4)溶液(1+9)。

7.1.3.2.3 硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)溶液(100g/L)。

7.1.3.2.4 氢氧化钠(NaOH)溶液(4g/L)。

7.1.3.2.5 硫代硫酸钠标准溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.025\ 0$ mol/L]。

7.1.3.2.6 溴酸钾[$c(1/6KBrO_3)=0.100\ 0$ mol/L]-溴化钾(10 g/L)溶液：准确称取 2.78 g 经过干燥的溴酸钾($KBrO_3$)，加水溶解，置于 1 000 mL 容量瓶中，加 10 g 溴化钾(KBr)溶解后，以水稀释至刻度。

7.1.3.2.7 盐酸(HCl)。

7.1.3.2.8 碘化钾(KI)。

7.1.3.2.9 淀粉指示液(5 g/L)：称取 0.5 g 可溶性淀粉，加少量水调成糊状，然后倒入 100 mL 沸水中，煮沸片刻，临用时现配。

7.1.3.2.10 酚(C_6H_5OH)标准溶液

7.1.3.2.10.1 酚标准储备溶液(1 mg/mL)：准确称取新蒸 182 ℃～184 ℃馏程的无色苯酚约 1 g，溶于水中移入 1 000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度。标定后保存于冰箱中。

酚标准储备液的标定：吸取 10.00 mL 酚标准储备溶液，放入 250 mL 碘量瓶中，加入 50 mL 水、10.00 mL 溴酸钾-溴化钾溶液，随即加 5 mL 盐酸，盖好瓶塞，缓缓摇动，静置 10 min 后加入 1 g 碘化钾，盖严瓶塞，摇匀。于暗处放置 5 min，用硫代硫酸钠标准溶液(0.025 0 mol/L)滴定至淡黄色后加入 2 mL 淀粉指示剂，继续滴定至蓝色消失为终点。同时取 10 mL 水，同上步骤做空白滴定。

按式(5)计算酚标准溶液中酚的含量：

$$X=\frac{(V_1-V_2)\times c\times 15.68}{V} \qquad \cdots\cdots(5)$$

式中：

X——酚标准溶液中酚的含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_1——空白滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2——酚储备溶液滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

15.68——与 1.00 mL 硫代硫酸钠 [$c(Na_2S_2O_3)=1.000$ mol/L]标准滴定溶液相当的酚的质量，单位为毫克(mg)；

V——标定用酚标准储备液体积，单位为毫升(mL)。

7.1.3.2.10.2 酚标准使用溶液(0.20 μg/mL)：临用时将酚标准储备溶液用纯水稀释成 1.00 mL 含 10.0 μg 苯酚。再吸取此溶液 5.00 mL，用纯水定容至 250 mL，此溶液 1.00 mL 含有 0.20 μg 苯酚。

免费标准网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准网(www.freebz.net) 标准最全面

7.1.3.2.11 亚硝酸钠溶液(2 mol/L):称取 138.0 g 亚硝酸钠($NaNO_2$),加水溶解至 1 000 mL。

7.1.3.3 仪器

7.1.3.3.1 示波极谱仪。

7.1.3.3.2 三电极体系:滴汞电极、饱和氯化钾甘汞电极和铂电极。

7.1.3.3.3 电热恒温水浴箱:温度为 100 ℃±0.5 ℃。

7.1.3.3.4 10 mL 容量瓶。

7.1.3.4 分析步骤

7.1.3.4.1 试样浸泡条件

食品容器漆酚涂料:蒸馏水,95 ℃,30 min。

食品罐头内壁脱模涂料:蒸馏水,95 ℃,30 min。

水基改性环氧易拉罐内壁涂料:蒸馏水,95 ℃,30 min。

食品罐头内壁环氧酚醛涂料:蒸馏水,95 ℃,30 min。

食品容器、包装材料用聚碳酸酯成型品:蒸馏水,95 ℃,6 h。

食品容器及包装材料用聚碳酸酯树脂:蒸馏水回流,6 h。

以上浸泡液按接触面积每平方厘米加 2 mL,在容器中则加入浸泡液至 2/3～4/5 容积为准。

7.1.3.4.2 标准曲线的制备

精密吸取 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 酚标准使用液(相当于 0.00、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 μg 苯酚)分别置于 10 mL 容量瓶内。加 3 mL 2 mol/L 亚硝酸钠溶液,加水至刻度,盖塞,混匀。放入 100 ℃水浴中,即刻准确计时 60 min,取出,立即放入冷水中冷却终止反应,待温度至室温后,全部溶液移入电解池(15 mL 烧杯)中,起始电位 −0.20 V 进行线性扫描,读取电位 −0.47 V处二阶导数的波高值。以苯酚浓度为横坐标、波高值为纵坐标,绘制成标准曲线或计算回归方程。

7.1.3.4.3 测定

吸取 50 mL 试样水浸泡混合液,置于 250 mL 全磨口蒸馏瓶中,加 1 mL 硫酸铜溶液(100 g/L),用磷酸(1+9)调节 pH4 以下[两滴甲基橙指示液(1 g/L),调至溶液为橙红色],加少量玻璃珠进行蒸馏,在 50 mL 容量瓶中预先放入 1 mL 氢氧化钠溶液(4 g/L),接收管须插入氢氧化钠溶液液面下接收蒸馏液,收集馏液约 45 mL,停止蒸馏,加水至刻度,混匀。同时用 50 mL 无酚水按上法蒸馏,做试剂空白试验。

准确吸取 1.00 mL～5.00 mL 试样蒸馏液及试剂空白蒸馏液,分别置于 10 mL 容量瓶中,以下按 5.2 自"加 3 mL 2 mol/L 亚硝酸钠溶液……"起依次操作。试样波高值与标准曲线比较或代入方程求出苯酚的含量。

7.1.3.4.4 注意事项

建议在通风良好的条件下进行。为了防止意外,移取汞时应在盛有水的大搪瓷盘中进行。因不慎洒落台面或地面,立即用特制的吸管或银汞捕集器收集,然后用硫磺粉清扫。

7.1.3.5 结果计算

试样水浸泡液中游离酚的含量按式(6)计算:

$$X = \frac{(m_1 - m_0) \times 1\,000}{V \times 1\,000} \quad \cdots\cdots(6)$$

式中:

X——试样水浸泡液中游离酚的含量,单位为毫克每升(mg/L);

m_1——测定时所取试样蒸馏液中游离酚的质量,单位为微克(μg);

m_0——测定时所取试样空白蒸馏液中游离酚的质量,单位为微克(μg);

V——测定时所取试样蒸馏液的体积,单位为毫升(mL)。

免费标准网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准网(www.freebz.net) 标准最全面

空罐浸泡液游离酚含量换算成 2 mL/cm² 浸泡液游离酚含量的计算见式(7)：

$$X_1 = X \times \frac{V}{S \times 2} \quad \cdots\cdots(7)$$

式中：

X_1——测定试样水浸泡液中换算后的游离酚的含量，单位为毫克每升(mg/L)；

X——试样浸泡液中游离酚的含量，单位为毫克每升(mg/L)；

V——每个空罐模拟液的体积，单位为毫升(mL)；

S——每个空罐内面总面积，单位为平方厘米(cm²)。

计算结果保留两位有效数字。

7.1.3.6 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%。

7.2 游离甲醛

7.2.1 原理

甲醛与变色酸在硫酸溶液中呈紫色化合物，其颜色的深浅与甲醛含量成正比，与标准比较定量。

7.2.2 试剂

7.2.2.1 盐酸。

7.2.2.2 盐酸(1+1)。

7.2.2.3 氢氧化钠溶液(4 g/L)。

7.2.2.4 氢氧化钠溶液(40 g/L)。

7.2.2.5 硫酸(1+35)。

7.2.2.6 硫酸(1+359)。

7.2.2.7 淀粉溶液(10 g/L)：配制同前。

7.2.2.8 碘标准滴定溶液[$c(1/2I_2)=0.1$ mol/L]。

7.2.2.9 硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]。

7.2.2.10 变色酸溶液：称取 0.5 g 变色酸，溶于少许水中，移入 10 mL 容量瓶中，加水至刻度，溶解后过滤。取 5 mL 放入 100 mL 容量瓶中，慢慢加硫酸至刻度，冷却后缓缓摇匀。

7.2.2.11 甲醛标准溶液：吸取 10 mL 甲醛(38%～40%)于 500 mL 容量瓶中，加入 0.5 mL 硫酸(1+35)，加水稀释至刻度，混匀。吸取 5 mL，置于 250 mL 碘量瓶中，加 40 mL 碘标准溶液(0.1 mol/L)、15 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L)，摇匀，放置 10 min，加 3 mL 盐酸(1+1)[或 20 mL 硫酸(1+35)]酸化，再放置 10 min～15 min，加入 100 mL 水，摇匀，用硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.1 mol/L)滴定至草黄色，加入 1 mL 淀粉指示液继续滴定至蓝色消失为终点，同时做试剂空白试验。

甲醛标准溶液的浓度按式(8)计算：

$$c_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 15}{5} \quad \cdots\cdots(8)$$

式中：

c_1——甲醛标准溶液的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_1——试剂空白滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2——试样滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

15——与 1.0 mL 碘标准滴定溶液[$c(1/2I_2)$]=1.000 mol/L]相当的甲醛质量，单位为毫克(mg)；

5——标定用甲醛标准溶液的体积，单位为毫升(mL)。

免费标准网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准网(www.freebz.net) 标准最全面

7.2.2.12 甲醛标准使用液：根据上述计算的含量，将甲醛标准溶液稀释至每毫升相当于1.0 μg甲醛。

7.2.3 仪器

可见分光光度计。

7.2.4 分析步骤

7.2.4.1 标准曲线制备

吸取0、2.0、4.0、8.0、12.0、16.0、20.0、30.0 mL甲醛标准使用液(相当于0、2.0、4.0、8.0、12.0、16.0、20.0、30.0 μg甲醛)，分别置于200 mL容量瓶中各加水至刻度，摇匀。各吸取10 mL，分别放入25 mL具塞比色管中，各加入10 mL变色酸溶液，显色，待冷却至室温，用2 cm比色杯，以零管调节零点，于波长575 nm处测吸光度，绘制标准曲线。

7.2.4.2 测定

量取250 mL水浸泡混合液，置于500 mL全磨口蒸馏瓶中，加入5 mL硫酸(1+35)，加少量瓷珠进行蒸馏，在200 mL或250 mL容量瓶中预先加入5 mL硫酸(1+359)为接收瓶，接收管插入硫酸液面下接收蒸馏液，收集馏出液至200 mL。同时用250 mL水按上法进行蒸馏，做试剂空白试验。如果浸泡液澄清可不需要蒸馏。

吸取上述10 mL样品蒸馏液及试剂空白蒸馏液于25 mL具塞比色管中，各加入10 mL变色酸溶液显色，冷却到室温，按7.2.4.1进行比色。

7.2.4.3 结果计算

见式(9)：

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 1\,000}{250 \times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(9)$$

式中：

X——试样水浸泡液中甲醛的含量，单位为毫克每升(mg/L)；

m_1——测定用试样浸泡液甲醛的质量，单位为微克(μg)；

m_2——试剂空白中甲醛的质量，单位为微克(μg)；

250——蒸馏用浸泡液体积，单位为毫升(mL)。

空罐浸泡液甲醛含量换成2 mL/cm²浸泡液甲醛含量同7.1.2.5。

计算结果保留三位有效数字。

7.2.4.4 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%。

7.3 高锰酸钾消耗量

按GB/T 5009.60操作。

7.4 蒸发残渣

7.4.1 分析步骤

取各种浸泡液200 mL，分别置于预先在105 ℃～110 ℃干燥至恒量的蒸发皿或浓缩瓶中，在沸水浴上蒸干后移至105 ℃恒温烘箱干燥2 h，取出，置干燥器冷却后称量，同时取200 mL试剂浸泡液做一试剂空白试验。

7.4.2 结果计算

见式(10)：

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 1\,000}{V} \times 1\,000 \qquad \cdots\cdots(10)$$

式中：

X——试样浸泡液的蒸发残渣，单位为毫克每升(mg/L)；

免费标准网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准网(www.freebz.net) 标准最全面

m_1——测定用试样浸泡液蒸发残渣质量，单位为克(g)；

m_2——试剂空白溶液蒸发残渣质量，单位为克(g)；

V——测定用试样浸泡液的体积，单位为毫升(mL)。

空罐浸泡液蒸发残渣换算同7.1.2.5。

计算结果保留三位有效数字。

7.4.3 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%。

免费标准网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载

免费标准网(www.freebz.net) 标准最全面

GB/T 5009.69—2008

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食品罐头内壁环氧酚醛涂料
卫生标准的分析方法
GB/T 5009.69—2008
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 18 千字
2008 年 10 月第一版 2008 年 10 月第一次印刷
*
书号:155066·1-34492 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

GB/T 5009.69-2008

免费标准网(www.freebz.net) 无需注册 即可下载