ICS 67.250
CCS A82

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXX—XXXX

食品金属容器内壁腐蚀的测定 第1部分：扫描电镜-能谱法

Determination of corrosion of inner walls of food metal containers-Part 1: Scanning electron microscopy with energy dispersive X-ray spectroscopy

（报批稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部　发布

工业和信息化部标准报批公示

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是QB/T XXXXX《食品金属容器内壁腐蚀的测定》的第1部分。QB/T XXXXX已经发布了以下部分：

——第1部分：扫描电镜-能谱法。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国食品直接接触材料及制品标准化技术委员会（SAC/TC397）归口。

本文件起草单位：日立科学仪器（北京）有限公司、苏州华源中鲈包装有限公司、奥瑞金科技股份有限公司、北京理工大学、厦门市燕之屋丝浓食品有限公司、义乌市易开盖实业公司、上海宝钢包装股份有限公司、英联金属科技（汕头）有限公司、粤海中粤（中山）马口铁工业有限公司、浙江金马包装材料有限公司、北京市产品质量监督检验研究院、中国食品发酵工业研究院有限公司。

本文件主要起草人：高敞、吴刚、陈玉飞、沈俊杰、范群艳、宋廷鲁、邱逊、顾婕、翁伟博、吴建槟、暴丽霞、林泽彬、王朝晖、仇凯、吴喆莹、俞欣欣、柳训材、翟银星、周理勇、陈刚良、王国秀、路秋勉、刘浩然。

本文件为首次发布。

工业和信息化部标准报批公示

引　　言

食品接触金属容器的内壁与食品发生化学或电化学反应，导致金属容器内壁涂层失效保护，出现腐蚀、穿孔等现象，因此，食品金属容器的耐腐蚀性是评价其质量的重要指标。

QB/T XXXXX《食品金属容器内壁腐蚀的测定》旨在描述测定金属容器腐蚀性的方法，拟由以下2部分构成：

——第1部分：扫描电镜-能谱法。目的在于分析食品金属容器的内壁腐蚀情况，提供腐蚀原因的证据。

——第2部分：电化学法。目的在于用电化学法评价食品金属容器内壁涂层、覆膜层的耐腐蚀性。

工业和信息化部标准报批公示

食品金属容器内壁腐蚀的测定 第1部分：扫描电镜-能谱法

1 范围

本文件描述了利用扫描电镜（SEM）和能谱仪（EDS）对食品金属容器内壁腐蚀测试的方法，包括原理、试剂和材料、仪器和设备、试样制备、试验步骤、结果描述和测试报告。

本文件适用于食品金属容器（含金属盖）产品内壁腐蚀的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 13298 金属纤维组织检验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

扫描电镜（SEM）采用高压加速后的聚焦电子束轰击样品表面产生二次电子等信号，由探测器探测二次电子等信号并转成电信号，经放大器放大后在显示器上显示的图像以确定样品的表面形貌特征及尺寸。能谱仪（EDS）采用聚焦电子束轰击样品表面，激发出样品组成元素的特征X射线，根据X射线的能量确定元素种类，根据谱线强度进行定性分析。将扫描电镜和能谱仪结合，能分析金属容器内壁腐蚀的形貌特征、尺寸及主要元素组成等信息，以此分析食品金属容器的内壁腐蚀情况，提供腐蚀原因的证据。

5 试剂和材料

5.1 乙醇（分析纯）。

5.2 去离子水：电导率 0.1 μS/cm～1μS/cm。

5.3 碳导电胶带：电阻率小于 5 Ω/mm^2。

5.4 铂（Pt）或金（Au）靶材。

6 仪器和设备

6.1 扫描电镜

电子枪为钨（W）灯丝、六硼化镧（LaB6）灯丝或场发射，最高加速电压不小于20 kV，具有低真空工作模式和背散射成像模式。

6.2 能谱仪

6.2.1 能根据设定的参数，控制电子束和试样台，采集图像和谱图。

6.2.2 能谱仪探测器是通过锰（Mn）的电子从 L 层跃迁到 K 层辐射出的特征谱线（Kα）的谱峰半高宽（FWHM）定义其分辨率，不应使用 Mn-Kα的谱峰半高宽 FWHM 超过 160 eV 的探测器，宜使用小于 135 eV 的探测器。

6.3 离子溅射仪

配置铂（Pt）或金（Au）靶材，能根据时间或膜厚测量调整溅射厚度。

6.4 研磨设备

离子研磨仪或机械磨抛设备。

6.5 干燥箱

最高工作温大于等于100℃。

7 试样制备

7.1 清洗

观察前样品表面应处理干净，可用压缩气体吹扫表面灰尘；表面有锈斑或内容物覆盖时，可用去离子水或乙醇清洗或冲洗。吹扫、清洗、冲洗以不破坏表面形貌及表面涂覆层为准。

7.2 干燥

清洗后的试样，宜尽快放入干燥箱中，105℃～110℃，烘干30 min～60 min，直至样品质量不发生变化为准。

7.3 取样

应选择有代表性的区域，如具有锈蚀、穿孔、涂覆层破裂等腐蚀特征的区域。

7.4 表面处理

7.4.1 观察试样表面平整时，不必进行表面处理。观察试样为截面不平整时，应采用离子研磨仪或机械磨抛设备进行断面处理。

7.4.2 进行机械磨抛时，应按照 GB/T 13298 对试样进行镶嵌处理，并对其截面进行机械研磨和抛光，得到平整的断面。采用离子研磨时，应采用氩离子束直接对截面进行无应力加工，也能对机械磨抛后的样品进行二次加工，消除残余应力和划痕。

7.5 装样

用碳导电胶带将试样黏在样品台上，观察面朝上，黏结时应确保试样底面与胶面贴实。

7.6 金属镀膜

导电性好的试样不必镀膜，导电性差的试样采用低真空模式观察时不必镀膜。采用其他模式观察时需使用离子溅射仪在试样表面镀上一层厚度为10 nm～30nm的Pt或Au金属膜。

8 试验步骤

8.1 参数选择

8.1.1 扫描电镜

将试样装入扫描电镜，根据扫描电镜制造商提供的操作规范，调整加速电压、电流、放大倍数、工作距离、真空度等参数来优化图像质量。扫描电镜参数见表1。

表1 扫描电镜参数

加速电压/kV	工作距离/mm	放大倍数	样品仓真空度[a]/Pa
1～15	5～10	≥30	10～100
a：低真空模式参考			

8.1.2 能谱分析

根据能谱仪制造商提供的操作规范，设置加速电压、探针电流，能谱分析参数见表2。

表2 能谱分析参数

加速电压/ kV	计数率/ cps	有效面积/ mm^2
10～20	≥5000	≥20

8.2 表面形貌与成分分析

通过SEM观察腐蚀区域表面形貌，采用EDS测定腐蚀区域元素组成，并分析元素组成差异。典型食品金属容器内壁腐蚀区域表面扫描电镜图像及其元素组成见附录A。

9 结果描述

9.1 表面形貌

应包括形貌图像及形貌描述。形貌图像应清晰可见，包括加速电压、工作距离、放大倍数、真空度、标尺等。形貌描述，包括表面平整性、致密性、连续性、腐蚀形态描述等。

9.2 元素组成

应包括带有取样位置的扫描电镜图像、能谱谱图及元素组成表。

10 测试报告

测试报告应至少包括以下几个部分：

a）本文件编号；

b）测试试样的样品信息，包括材质、型号等；

c）测试日期；

d）测试区域及试样制备方法；

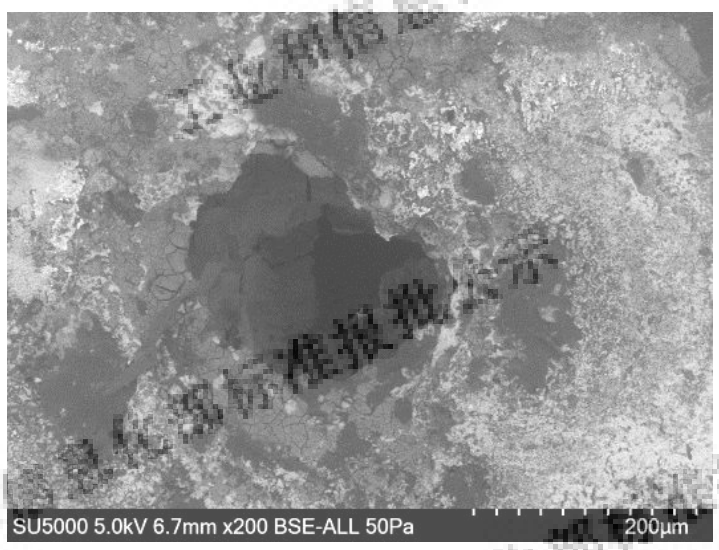
e）仪器型号及测试参数；
f）测试结果；
g）与本文件规定的测试程序任何不同之处。

工业和信息化部标准报批公示

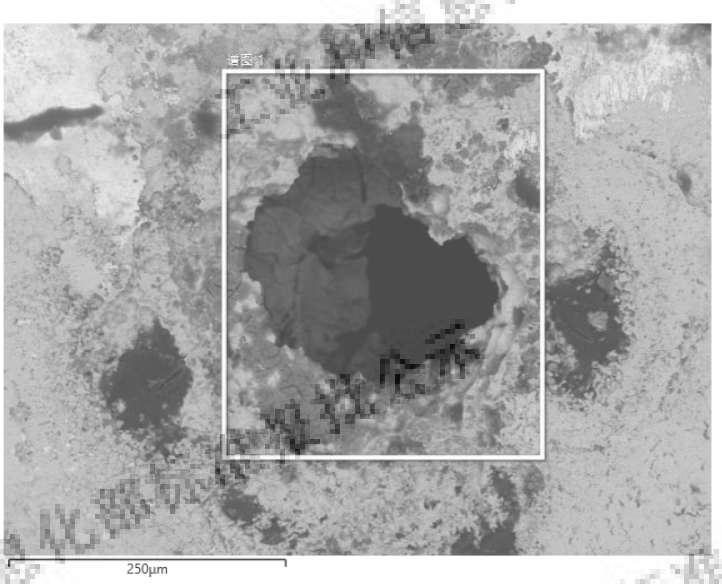
附 录 A
（资料性附录）

典型食品金属容器内壁腐蚀区域表面扫描电镜图像及其元素组成

典型食品金属容器内壁腐蚀区域表面扫描电镜图像见图A.1，能谱分析示意图见图A.2，能谱观察部位（谱图1）表面成分谱图见图A.3，表面元素组成见表A.1。

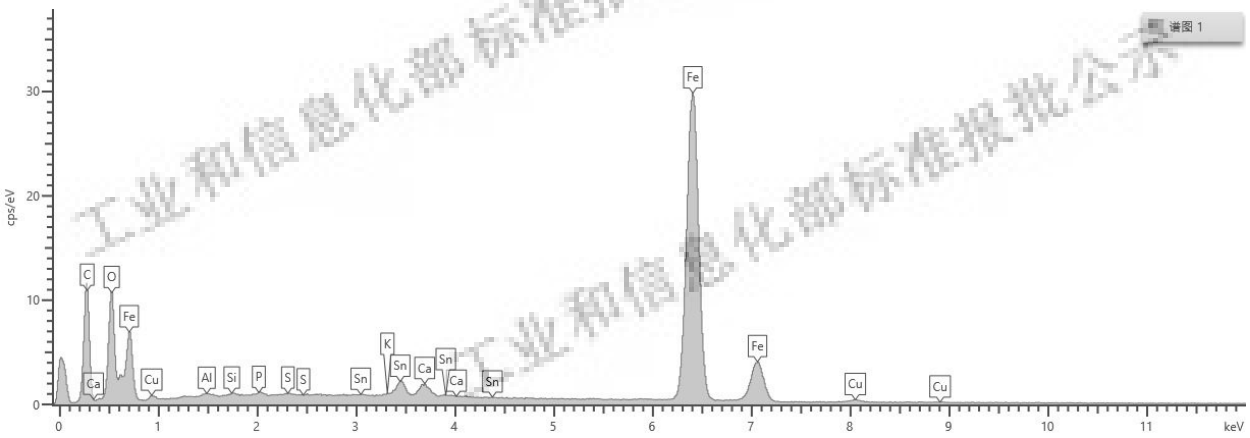


图A.1 典型食品金属容器内壁腐蚀区域表面扫描电镜图像



图A.2 典型食品金属容器内壁腐蚀区域表面能谱分析示意图

工业和信息化部标准拟批公示



图A.3 能谱观察部位（谱图1）表面成分谱图

表A.1 能谱观察部位（谱图1）表面元素组成

元素	Wt/%[a]	At/%[b]
C	35.3	62.4
O	14.0	18.5
Al	0.1	0.1
Si	0.1	0.1
P	0.1	0.1
S	0.1	0.0
K	0.1	0.1
Ca	0.3	0.1
Fe	47.4	18.0
Cu	0.6	0.2
Sn	2.0	0.4
总量	100	100

a：元素质量百分比；

b：元素原子数百分比

工业和信息化部标准报批公示