DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20251229009
引用格式: 谢景千, 李锦才, 陈晓燕, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定载银硅橡胶制品中银含量及迁移量[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(9): 131–137.
XIE JQ, LI JC, CHEN XY, *et al*. Determination of content and migration of silver in silver-loaded silicone rubber products by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(9): 131–137. (in Chinese with English abstract).

电感耦合等离子体质谱法测定载银硅橡胶制品中银含量及迁移量

谢景千*, 李锦才, 陈晓燕, 李　胜, 陈永成
(深圳市计量质量检测研究院, 深圳　518055)

摘　要: 目的　建立电感耦合等离子体质谱法测定载银硅橡胶制品中银含量及迁移量的分析方法。**方法**　银含量前处理采用3 mL 硝酸-2 mL 氢氟酸作为消解酸, 用微波消解法消解; 迁移量采用0.07 mol/L 盐酸溶液、4%乙酸和人工唾液 3 种模拟液, 经 40 ℃浸泡振荡 24 h 后, 浸泡液经过滤, 用电感耦合等离子体质谱法进行定量分析。**结果**　银含量测定在 0~100 μg/L 质量浓度范围内有好的线性, 相关系数(r)为 1.0000, 检出限为 0.0009 mg/kg, 定量限为 0.0029 mg/kg, 加标回收率为 95.5%~102.2%, 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)为0.92%~2.25%。在0.07 mol/L盐酸溶液、4%乙酸溶液和人工唾液模拟物中, 银在0~100 μg/L质量浓度范围内有好的线性, 相关系数(r)均大于 0.9995, 检出限分别为 0.0002、0.0012 和 0.0024 mg/kg, 定量限为 0.0006、0.0036 和 0.0077 mg/kg, 加标回收率为 92.3%~101.8%, RSD 为 1.03%~2.67%。22 个样品银总含量测定结果在未检出~9.76 mg/kg, 检出率为 81.8%, 4%乙酸溶液迁移、0.07 mol/L 盐酸溶液和人工唾液 3 种迁移结果分别为未检出~0.0767 mg/kg、未检出~0.1061 mg/kg 和未检出~0.0270 mg/kg, 检出率分别为 22.7%、45.5%和 9.1%。**结论**　该方法操作简便、灵敏度高、准确性好, 能满足硅橡胶中银总量和迁移量的检测。

关键词: 电感耦合等离子体质谱法; 硅橡胶; 银; 含量; 迁移量

Determination of content and migration of silver in silver-loaded silicone rubber products by inductively coupled plasma mass spectrometry

XIE Jing-Qian*, LI Jin-Cai, CHEN Xiao-Yan, LI Sheng, CHEN Yong-Cheng
(*Shenzhen Academy of Metrology and Quality Inspection*, *Shenzhen* 518055, *China*)

ABSTRACT: Objective　To establish an analytical method for the determination of content and migration of silver in silver-loaded silicone rubber products by inductively coupled plasma mass spectrometry. **Methods**　The 3 mL nitric acid and 2 mL hydrofluoric acid were used as digestion acid for pretreatment of silver content, which were

收稿日期: 2025-12-29
基金项目: 广东省市场监督管理局科技项目(2024CZ24)
第一作者/*通信作者: 谢景千(1983—), 男, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品接触材料及制品质量安全检测技术研究与开发。E-mail: 82466724@qq.com

digested by microwave digestion method. The migration was simulated with 0.07 mol/L hydrochloric acid solution, 4% acetic acid and artificial saliva. After shaking at 40 ℃ for 24 h, the immersion solution was filtered, and the quantitative analysis was performed by inductively coupled plasma mass spectrometry. **Results** The silver content had good linearity in the mass concentration range of 0–100 μg/L, the correlation coefficient (*r*) was 1.0000, the limit of detection was 0.0009 mg/kg, the limit of quantitation was 0.0029 mg/kg, and the recovery rates were 95.5%–102.2%. The relative standard deviations (RSDs) were 0.92%–2.25%. In 0.07 mol/L hydrochloric acid solution, 4% acetic acid solution and artificial saliva mimics, silver had good linearity in the mass concentration range of 0–100 μg/L, and the correlation coefficients (*r*) were greater than 0.9995. The limits of detection were 0.0002, 0.0012 and 0.0024 mg/kg, respectively. The limits of quantitation were 0.0006, 0.0036 and 0.0077 mg/kg, the recoveries were 92.3%–101.8%, and the RSD was 1.03%–2.67%. The total silver content of 22 samples was not detected to 9.76 mg/kg, and the detection rate was 81.8%. The migration results of 4% acetic acid solution, 0.07 mol/L hydrochloric acid solution and artificial saliva were not detected to 0.0767 mg/kg, not detected to 0.1061 mg/kg and not detected to 0.0270 mg/kg, respectively, and the detection rates were 22.7%, 45.5% and 9.1%, respectively. **Conclusion** This method is convenient, sensitive, accreted and is suitable for quantitative analysis of total content and migration of silver in silicone rubber.

KEY WORDS: inductively coupled plasma mass spectrometry; silicone rubber; silver; content; migration

0 引 言

硅橡胶是一种常见的高分子材料, 因其稳定的化学性质和良好的生物相容性, 广泛应用于婴幼儿喂哺安抚产品[1–2], 而其安全性备受关注[3–4]。载银硅橡胶指在硅橡胶生产过程中添加纳米银(Ag), 可使硅橡胶具有良好抗菌活性[5–7]。近年来, 载银抗菌的硅橡胶产品发展迅速。有研究表明, 纳米 Ag 被人体吸收后, 分布在人体的各个组织器官中, 具有一定的毒性[8–11]。目前, 对于载银硅橡胶产品通过迁移进入人体的 Ag 剂量和其存在的健康风险尚不清晰。在我国现行的标准中, GB 4806.16—2025《食品安全国家标准 食品接触用硅橡胶材料及制品》、GB 4806.2—2015《食品安全国家标准 奶嘴》及 GB 28482—2012《婴幼儿安抚奶嘴安全要求》未对 Ag 含量及迁移量的限量要求做出规定。

目前 Ag 元素检测的常用方法有滴定法[12–14]、分光光度法[15–17]、原子吸收光谱法[18–21]、X 射线荧光光谱法[22–23]、电感耦合等离子体光谱法[24–26]、电感耦合等离子体质谱法[27–30]等。然而, 针对载银硅橡胶产品中 Ag 含量的测定方法研究[27]仍然较少, Ag 迁移量的检测方法更是鲜有报道, 我国也尚未建立相应的国家标准方法。基于此, 本研究以市售载银硅橡胶产品为研究对象, 采用微波消解法进行前处理以测定 Ag 含量, 并选用不同模拟物开展迁移实验以分析 Ag 迁移量, 结合电感耦合等离子体质谱法进行定量检测。通过系统研究, 旨在建立载 Ag 抗菌硅橡胶中 Ag 含量和 Ag 迁移量的可靠测定方法, 为国家相关标准方法的建立提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

载银硅橡胶样品: 市售有“纳米 Ag”“Ag^+”等字样或类似描述, 共 22 批次。

Ag 标准溶液(GSB 04-1712-2004, 质量浓度为 1000 mg/L, 国家有色金属及电子材料分析测试中心); 水中铟(In)标液溶液(BW30046-1000-N-50, 质量浓度为 1000 mg/L, 坛墨质检科技股份有限公司)。

浓硝酸、氢氟酸(优级纯, 德国 Merck 公司); 乙酸、盐酸、碳酸钾(优级纯, 国药集团化学试剂有限公司); 六水合氯化镁、氯化钠(优级纯, 上海凌峰化学试剂有限公司); 二水合氯化钙、氯化钾(优级纯, 上海阿拉丁生化科技有限公司); 三水合磷酸氢二钾(优级纯, 天津市光复科技有限公司); 人工唾液: 按 GB/T 18886—2019《纺织品色牢度试验耐唾液色牢度》的配制方法配制。

7800 型电感耦合等离子体质谱仪(美国 Agient 公司); MARS 6 微波消解仪(美国 CEM 公司); QUINTIX224-1CN 电子天平(精度 0.0001 g, 德国 Sartorius 公司); GSN-40 赶酸器(广州基创仪器有限公司); DKZ-2 振荡水浴锅(上海精宏实验设备有限公司); Milli-Q Direct 8 超纯水系统(德国 Merck 公司); PHSJ-4F 雷磁 pH 计(上海仪电公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 总量测定前处理

称取剪碎的载银硅橡胶样品 0.1 g 左右, 置于聚四氟乙烯消解罐中, 加入 3 mL 浓硝酸和 1 mL 氢氟酸, 加盖密

闭, 将消解管放入微波消解仪中, 按表 1 程序进行消解, 消解完成后冷却, 缓慢打开管盖, 少量水冲洗内盖, 将消解管放在赶酸器中, 缓慢加热赶酸至近干, 冷却后转移至 25 mL 容量瓶, 用 2%硝酸溶液定容, 混匀。同时制备试剂空白溶液。

表 1　微波消解仪工作参数
Table 1　Opeating parameters of microwave digestion instrument

步骤	升温时间/min	控制温度/℃	保温时间/min
1	5	150	5
2	5	170	5
3	10	180	15

1.2.2　迁移试验前处理

载银硅橡胶样品的迁移试验方法 GB 28482—2012, 将奶嘴头纵身剖开一次, 其他部件样品剪成约 4 mm×6 mm 样片, 在 40 ℃条件下, 将制备好的样品称重 1 g, 再加样品质量的 50 倍模拟物, 模拟物选择 0.07 mol/L 盐酸溶液、4%乙酸溶液、人工唾液, 将样品放置 40 ℃恒温振荡水浴锅中避光振荡 24 h。用滤膜将固液分离, 保留液体。同时制备试剂空白溶液。

1.2.3　仪器条件

等离子气: 氩气, 流量为 15 L/min; 辅助气: 氩气, 流量为 0.90 L/min; 雾化气: 氩气, 流量为 0.85 L/min; 射频功率: 1550 W; 稀释气体: 氩气, 流量为 0.30 L/min; 采样浓度: 8.0 mm; 撞碰气体: 氦气, 流量为 4.30 mL/min; 蠕动泵速: 6 r/min。

1.2.4　标准溶液的配制

(1)标准中间溶液的配制

Ag 标准储备溶液(10.0 mg/L): 分别准确吸取 Ag 标准溶液 1 mL, 用 2%硝酸溶液定容至 100 mL。于 4 ℃冰箱保存。

Ag 标准中间溶液(100 μg/L): 分别吸取 1.00 mL Ag 标准储备溶液(10.0 mg/L)于 100 mL 容量瓶中, 用 2%硝酸溶液定容, 得到 Ag 标准中间溶液, 于 4 ℃冰箱保存。

(2)标准工作溶液

分别吸取 2.00、1.00、0.50、0.30、0.10 mL Ag 标准储备溶液(10.0 μg/mL)于 100 mL 容量瓶中, 用 2%硝酸溶液、0.07 mol/L 盐酸溶液、4%乙酸溶液、人工唾液定容至刻度; 分别吸取 5.00 mL、1.00 mL Ag 标准中间溶液(100 μg/L)于 100 mL 容量瓶中, 用 2%硝酸溶液、0.07 mol/L 盐酸溶液、4%乙酸溶液、人工唾液定容至刻度; 得到质量浓度为 1、5、10、30、50、100、200 μg/L Ag 标液工作液。

(3)内标溶液

吸取 1.00 mL 水中 In 标液溶液于 100 mL 容量瓶中, 用 2%硝酸溶液定容, 得到 10.0 mg/L In 内标溶液; 吸取 10.0 mL In 内标溶液于 100 mL 容量瓶中, 用 2%硝酸溶液定容, 得到 1.00 mg/L In 内标溶液。

1.2.5　样品测定

按照 2.2.3 中仪器条件设备序列, 选取 ^{107}Ag 为测定目标元素同位素, ^{115}In 为内标元素, 测定前对仪器进行调谐。通过在线引入内标溶液的方式, 对空白标准溶液、标准溶液、空白样品溶液与样品溶液进行测定, 计算样品溶液中目标元素的含量。

1.3　数据处理

采用 Office Excel 2010 进行数据处理, 加标实验重复 6 次, 其他实验重复 3 次。

2　结果与分析

2.1　微波消解体系的优化

硅橡胶中元素含量测定的常用前处理方法是微波消解法[27,29]。硅橡胶是一种难消解的材料, 消解酸和消解温度的选择至关重要, 本研究选择 3 种消解酸体系和 3 个不同温度条件, 优化硅橡胶的消解体系。

选取 5 mL 硝酸、3 mL 硝酸-2 mL 双氧水、3 mL 硝酸-2 mL 氢氟酸 3 种消解酸体系在 180、220、240 ℃ 3 个不同温度下进行消解 11#样品, 结果见表 2。从结果来看, 5 mL 硝酸在不同 3 种温度下, 样品均未消解完全, Ag 的结果均为未检出, 说明硝酸体系不适用于硅橡胶的消解。3 mL 硝酸-2 mL 双氧水消解体系在 3 个温度下, 部分样品消解不完全, Ag 的结果低。只用 3 mL 硝酸-2 mL 氢氟酸消解体系, 在 3 个温度下均可完全消解, 测定结果差不多。由此确认使用 3 mL 硝酸-2 mL 氢氟酸为消解酸, 使用的消解温度为 180 ℃, 可达到样品的消解效果。

表 2　不同消解酸和温度下微波消解情况
Table 2　Microwave digestion situation under different digestion acids and temperature

酸体系	温度/℃	消解情况	Ag 含量/(mg/kg)
硝酸	180	未消解完全	-
	220	未消解完全	-
	240	未消解完全	-
硝酸-双氧水	180	部分样品消解不完全	2.25
	220	部分样品消解不完全	2.62
	240	部分样品消解不完全	2.84
硝酸-氢氟酸	180	样品完全消解	5.15
	220	样品完全消解	5.14
	240	样品完全消解	5.17

注: -为无此项, 表 5~6 同。

2.2　迁移试验条件的选择

本研究的硅橡胶奶嘴、安抚奶嘴及其他安抚用品, 均

为婴幼儿产品，参照食品接触材料迁移试验条件与该制品的推荐使用条件相当的原则，现行国家标准对硅橡胶产品的迁移试验条件见表 3。模拟物有 4%乙酸和 0.07 mol/L 盐酸溶液，考虑研究的样品使用时均可能直接入嘴，因此增加人工唾液。从表 4 可知，Ag 在 0.07 mol/L 盐酸溶液中的线性相关系数为0.9999，稀盐酸与Ag不发生反应，0.07 mol/L 盐酸溶液可作为迁移的模拟物。对于迁移温度和迁移时间，按严格的试验条件选择用 40 ℃迁移 24 h 来进行。

2.3 干扰的消除

电感耦合等离子体质谱法具有灵敏度高、检出限低、线性范围广等优点，但同时存在质谱干扰和物理干扰。质谱干扰主要有双电荷离子干扰、多原子离子干扰和同位素干扰等。为了消除质谱干扰，通常可采用优化仪器参数、设置干扰校正方程、使用碰撞模式等方法。目标元素 Ag 丰度比较高的同位素有 ^{107}Ag 和 ^{109}Ag，^{107}Ag 的灵敏度比 ^{109}Ag 高，^{107}Ag 作为目标元素同位素。双电荷离子干扰和多原子离子干扰，使用碰撞模式，加入碰撞气体-氦气，流量为 4.3 mL/min，可有效的降低多原子离子的形成。物理干扰主要由样品溶液的物理性质差异引起，如黏度、表面张力、密度等，导致雾化效率、离子提取和信号稳定性变化。消除物理干扰可采用内标法，即选择与待测同位素性质相近的内标元素与样品一起进入样品系统，通过内标元素的回收率来较正待测元素，选择 ^{115}In 作为内标元素。

2.4 线性范围与定量限

按仪器工作条件，对 Ag 元素标准工作溶液进行测试，以元素的质量浓度为横坐标(X，μg/L)，样品目标元素响应信号值为纵坐标(Y)，绘制标准曲线，计算线性方程和相关系数。测定 2%硝酸溶液、0.07 mol/L 盐酸溶液、4%乙酸溶液和人工唾液基体的空白样品进行 11 次测定，计算检出限和定量限。在 Ag 总量测定中，Ag 在 0~100 μg/L 质量浓度范围内有好的线性，相关系数(r)为 1.0000，检出限为 0.0009 mg/kg，定量限为 0.0029 mg/kg。在 0.07 mol/L 盐酸溶液、4%乙酸溶液和人工唾液食品模拟物中，Ag 在 0~100 μg/L 浓度范围内有好的线性，相关系数(r)均大于 0.9995，检出限分别为 0.0002、0.0012 和 0.0024 mg/kg，定量限为 0.0006、0.0036 和 0.0077 mg/kg(表 4)。说明该方法线性关系良好。

2.5 回收率与精密度

分别选择 19#硅橡胶样品，按测定方法测定样品的本底，并进行加标试验，加标试验添加 3 种浓度水平的 Ag 标准溶液，每个浓度水平平行测定 6 次，计算平均加标回收率和测定值的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)，结果见表 5。说明该方法准确性好。

试验结果表明：Ag 总量的加标回收率为 95.5%~102.2%，RSDs 为 0.92%~2.25%，Ag 在 4%乙酸溶液、0.07 mol/L 盐酸溶液和人工唾液 3 种基体的迁移试验加标回收率为 92.3%~101.8%，RSDs 为 1.03%~2.67%。

2.6 实际样品检测

选择在售含有“钠米 Ag”“抗菌”等字样或类似描述的硅橡胶样品共 22 个。依据微波消解法和不同的模拟物浸泡，采用建立的电感耦合等离子体质谱检测方法，测定结果见表 6。结果显示，实际样品中，Ag 总含量检测结果的范围为未检出~9.76 mg/kg，检出率为 81.8%，Ag 含量大于 1 mg/kg 的样品仅占 54.5%。由此可知，在售的载 Ag 样品的质量参次不齐，有 45.5%的样品不含 Ag 或 Ag 含量很低，存在一定的以次充好的现象。4%乙酸溶液、0.07 mol/L 盐酸溶液和人工唾液 3 种迁移结果分别为未检出~0.0767 mg/kg、未检出~0.1061 mg/kg 和未检出~0.0270 mg/kg，检出率分别为 22.7%、45.5%和 9.1%。从有检出样品的 Ag 迁移量结果看，3 种模拟物 0.07 mol/L 盐酸溶液>4%乙酸溶液>人工唾液。本课题组在研究铝箔的铝元素溶出时发现，酸性，特别是低 pH 条件会显著加速铝箔中铝元素的溶出[31]。测定 3 种模拟物的 pH，0.07 mol/L 盐酸溶液的为 1.21<4%乙酸溶液的 2.45<人工唾液的 6.83，模拟物的迁移效果可能与其酸度有关。

表 3 硅橡胶制品迁移试验条件

Table 3 Migration test conditions for silicone rubber products

对象	项目	模拟物	迁移温度/℃	迁移时间/h	来源
食品接触用硅橡胶制品	总迁移量	4%乙酸	40	24	GB 4806.16—2025
奶嘴	锌迁移量	4%乙酸	40	24	GB 4806.2—2015
安抚奶嘴	特定元素迁移量	0.07 mol/L 盐酸溶液	37	2	GB 28482—2012

表 4 Ag 在不同基体中线性回归方程、相关系数、检出限和定量限

Table 4 Regression equations, correlation coefficients, limits of detection and limits of quantitation of Ag in different matrix

项目	基体	线性回归方程	线性范围/(μg/L)	相关系数(r)	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)
Ag 总量	2%硝酸溶液	Y=27772.51X+7.78	0~100	1.0000	0.0009	0.0029
Ag 迁移量	0.07 mol/L 盐酸溶液	Y=25248.93X+52.23	0~100	0.9999	0.0002	0.0006
	4%乙酸溶液	Y=34417.51X+63.34	0~100	0.9999	0.0012	0.0036
	人工唾液	Y=20495.39X+1250.11	0~100	0.9997	0.0024	0.0077

表 5　4 种体系中 Ag 的回收率和 RSDs (*n*=6)

Table 5　Recoveries and RSDs of Ag in 4 kinds of simulations (*n*=6)

基体	质量浓度/(mg/kg)			回收率/%	RSDs/%
	本底	加标量	测定值		
2%硝酸溶液	5.12	5.000	10.232	102.2	2.25
		20.000	25.086	99.8	1.50
		200.000	196.081	95.5	0.92
4%乙酸溶液	0.0118	0.125	0.139	101.8	1.12
		1.000	1.003	99.1	1.13
		10.000	9.904	98.9	2.67
0.07 mol/L 盐酸溶液	0.0148	0.125	0.133	94.6	1.26
		1.000	0.938	92.3	2.08
		10.000	9.802	97.9	1.03
人工唾液	-	0.100	0.099	99.0	2.50
		1.000	0.996	99.6	1.99
		10.000	9.820	98.2	2.43

表 6　实际样品 Ag 含量及迁移量测定结果

Table 6　Determination results of Ag content and migration in actual samples

编号	类型	样品名称	Ag/(mg/kg)			
			总含量	4%乙酸迁移量	0.07 mol/L 盐酸溶液迁移量	人工唾液迁移量
1#	奶嘴	7.0cm 纳米 Ag 十字奶嘴	0.84	-	-	-
2#	奶嘴	纳米 Ag 新生儿硅胶奶嘴	-	-	-	-
3#	奶嘴	纳米 Ag 口径偏头奶嘴	-	-	-	-
4#	奶嘴	纳米 Ag 硅胶奶瓶鸭嘴	3.11	-	0.0046	-
5#	奶嘴	纳米 Ag 硅胶奶瓶奶嘴	1.72	-	-	-
6#	奶嘴	全硅胶纳米 Ag 安抚奶嘴	1.55	-	0.0011	-
7#	奶嘴	纳米 Ag 鸭嘴	0.85	-	-	-
8#	奶嘴	纳米 Ag 学饮嘴加鸭嘴	0.48	-	-	-
9#	奶嘴	广口径纳米 Ag	5.41	0.0114	0.0188	-
10#	奶嘴	纳米 Ag 鸭嘴	0.02	-	-	-
11#	奶嘴	纳米 Ag 宽口径奶瓶奶嘴	5.15	0.0051	0.0066	-
12#	奶嘴	奶瓶婴儿用钠米 Ag 奶嘴	4.58	-	0.0029	-
13#	奶嘴	纳米 Ag 学饮嘴	5.71	-	0.0026	-
14#	奶嘴	宽口奶嘴纳米 Ag	9.76	0.0767	0.1061	0.0270
15#	安抚用品	婴儿安抚奶嘴	-	-	-	-
16#	安抚用品	纳米 Ag 安抚奶嘴	-	-	-	-
17#	安抚用品	婴儿安抚奶嘴纳米 Ag	3.56	-	0.0015	-
18#	安抚用品	牙胶婴儿磨牙棒	0.12	-	-	-
19#	安抚用品	婴儿牙胶纳米 Ag 牙胶	5.12	0.0118	0.0148	-
20#	安抚用品	婴儿牙胶磨牙胶棒	2.42	-	-	-
21#	安抚用品	婴儿牙胶安抚防纳米 Ag 小熊	0.01	-	-	-
22#	安抚用品	纳米 Ag 硅胶咬胶	8.12	0.0615	0.0972	0.0236

3 结 论

本研究采用微波消解法结合电感耦合等离子体质谱法进行定量分析，建立了载银硅橡胶制品中 Ag 总量和 Ag 迁移量的检测方法。该方法在 0~100 μg/L 质量浓度范围内具有良好的线性，相关系数(r)均大于 0.9995。Ag 总量的检出限和定量限分别为 0.0009 mg/kg 和 0.0029 mg/kg，加标回收率为 95.5%~102.2%，RSDs 为 0.92%~2.25%。在 3 种迁移模拟物(0.07 mol/L 盐酸溶液、4%乙酸溶液、人工唾液)中，Ag 迁移量的检出限分别为 0.0002、0.0012、0.0024 mg/kg，定量限分别为 0.0006、0.0036、0.0077 mg/kg，加标回收率为 92.3%~101.8%，RSDs 为 1.03%~2.67%。22 个实际样品的检测结果显示，Ag 总含量测定结果在未检出~9.76 mg/kg 之间，检出率为 81.8%，3 种模拟物迁移结果分别为未检出~0.0767 mg/kg、未检出~0.1061 mg/kg 和未检出~0.0270 mg/kg，检出率分别为 22.7%、45.5%和 9.1%。该方法操作简便、快速，具备良好的灵敏度、准确性，回收率和精密度良好，线性范围和定量限均可能满足硅橡胶中 Ag 总量和 Ag 迁移量的检测要求。

参考文献

[1] 陈丽云, 蒋志秋, 郑元华, 等. 婴童奶嘴用液体硅橡胶的研制[J]. 浙江化工, 2011, 42(8): 21–26.
CHEN LY, JIAN ZQ, ZHENG YH, *et al*. Preparation of addition liquid silicone rubber for baby nipple [J]. Zhejiang Chemical Industry, 2011, 42(8): 21–26.

[2] 江艳, 章若红, 徐德佳. 食品接触用硅橡胶制品标准体系的研究[J]. 中国橡胶, 2012, 28(2): 9–13.
JIANG Y, ZHANG RH, XU DJ. Research on the standard system for food contact silicone rubber products [J]. China Rubber, 2012, 28(2): 9–13

[3] LUND KH, PETERSEN J. Safety of food contact silicone rubber: Liberation of volatile compounds from soothers and teats [J]. European Food Research and Technology, 2002, 214(5): 429–434.

[4] PARK S, JEONG M, PARK S, *et al*. Release of N-nitrosamines and N-nitrosatable substances from baby bottle teats and rubber kitchen tools in Korea [J]. Food Science and Biotechnology, 2018, 27(5): 1519–1524

[5] 梅洁, 李彬欣, 朱任广, 等. 纳米银的制备及抑菌性能研究[J]. 化学研究与应用, 2023, 35(4): 961.
MEI J, LI BX, ZHU RG, *et al*. Preparation and antibacterial properties of silver nanoparticles [J]. Chemical Research and Application, 2023, 35(4): 961.

[6] 许雨茵, 任蓝图, 叶芷欣, 等. 纳米银在抗菌包装中的研究进展[J]. 材料导报, 2024, 38(Z1): 23110181.
XU YY, REN LT, YE ZX, *et al*. Research progress of nano-silver in antimicrobial packaging [J]. Materials Reports, 2024, 38(Z1): 23110181.

[7] 张峰, 李茜, 周国光. 载银无机抗菌剂的研究与应用[J]. 上海化工, 2005, 30(7): 32–35.
ZHANG F, LI Q, ZHOU GG. Research and application of silver-loaded inorganic antimicrobial agents [J]. Shanghai Chemical Industry, 2005, 30(7): 32–35.

[8] 谢媛钰, 吕中. 银基纳米复合物在口腔抗菌领域的研究进展[J]. 化学与生物工程, 2024, 41(2): 1.
XIE YY, LV Z. Research progress of silver-based nanocomposites in oral antibacterial field nanocomposites in oral antibacterial field [J]. Hemistry & Bioengineering, 2024, 41(2): 1.

[9] 薛文强, 于世平. 纳米银的抗菌机制及临床应用研究[J]. 中国微生态学杂志, 2022, 34(1): 117.
XUE WJ, YU SP. Antibacterial mechanism and Antibacterial mechanism and Antibacterial mechanism and clinical application of silver nanoparticles [J]. Chinese Journal of Microecology, 2022, 34(1): 117.

[10] 刘焕亮, 王慧杰, 袭著革. 纳米银的抗菌原理及生物安全性研究进展[J]. 环境与健康杂志, 2009, 26(8): 736–739.
LIU HL, WANGHJ, XI ZG. Progress in research on antibacterial mechanism and biological safety of silver nanopartcles [J]. Journal of Environment and Health, 2009, 26(8): 736–739.

[11] 程海桥, 吴永军, 彭雪玲, 等. 纳米银的毒理学研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(11): 3537–3541.
CHENG HJ, WU YJ, PENG XL, *et al*. Research progress on toxicology of nano silver [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2014, 5(11): 3537–3541.

[12] 吕庆成, 喻生洁, 谢阳, 等. 电位滴定法测定外购铜物料中的银[J]. 中国无机分析化学, 2020, 10(6): 45–49.
LV QC, YU SJ, XIE Y, *et al*. Determination of silver in purchased copper materialby potentiometric titration [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2020, 10(6): 45–49.

[13] 汪倩, 沈广鑫. 电位滴定法在火试金测定低含量银中的应用研究[J]. 四川冶金, 2025, 47(6): 29–32.
WANG Q, SHEN GX. Application of potentiometric titration in the determination of low content silver by fire assay [J]. Sichuan Metallurgy, 2025, 47(6): 29–32.

[14] 张军童, 单召勇, 李光胜, 等. 溴化钾电位滴定法测定合质银中银[J]. 冶金分析, 2025, 45(4): 81–86.
ZHANG JT, SHAN ZY, LI GS, *et al.* Determination of silver in argentiferous alloy by potassium bromide potentiometric titration method [J]. Metallurgical Analysis, 2025, 45(4): 81–86.

[15] 洪华, 李培才, 申晓萍, 等. 分光光度法测定含银功能纤维中的银含量[J]. 化学分析计量, 2013, 22(4): 21–23.
HONG H, LI PC, SHEN XP, *et al*. Determination of silver content in silver-contained functional fiber by spectrophotometry [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2013, 22(4): 21–23.

[16] 施文健, 徐斐, 俞芸. 碘-碱性艳蓝 BO 体系分光光度法测定痕量银的研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2005, 25(5): 765–767.
SHI WJ, XU F, YU Y. Study and spectrophotometric determination of trace silver with iodie-victoria pure blue BO system [J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2005, 25(5): 765–767.

[17] 杨孝容. 催化动力学分光光度法测定痕量银[J]. 武汉理工大学学报, 2007, 29(11): 40–43.
YANG XR. Determination of trace silver by catalytic-kinetic spectrophotometric method [J]. Journal of Wuhan University of Technology, 2007, 29(11): 40–43.

[18] 邹建平, 马晓国, 党永锋, 等. 磁性纳米材料固相萃取/火焰原子吸收光谱法测定环境水样中的痕量银离子[J]. 分析测试学报, 2013, 32(9): 1139–1142.

ZOU JP, MA XG, DANG YF, *et al*. Determination of trace silver ion in environmental water samples by solid phase extraction using magnetic nanomaterial and flame atomic absorption spectrometry [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2013, 32(9): 1139–1142.

[19] 张燕婕, 班俊生, 任金鑫, 等. 容量瓶消解-火焰原子吸收分光光度法测定地质样品中的银[J]. 黄金, 2015, 36(6): 78–80.
ZHANG YJ, BAN JS, REN JX, *et al*. Determination of silver in geological samples by FAAS with volumetric flask digestion [J]. Gold, 2015, 36(6): 78–80.

[20] 刘江晖, 蒋瑾华, 陈斌, 等. 石墨炉原子吸收光谱法测定抗菌纤维中的银[J]. 光谱实验室, 2003, 20(6): 908–910.
LIU JH, JIANG JH, CHEN B, *et al*. Determination of silver in antibacterial fiber by graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory, 2003, 20(6): 908–910.

[21] 赵学沛. 微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定痕量银的研究[J]. 岩石矿物学杂志, 2019, 38(2): 254–258.
ZHAO XP. Determination of trace amounts of silver by microwave digestion graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. Acta Petrologica et Mineralogica, 2019, 38(2): 254–258.

[22] 姜莹, 张雨, 刘金东, 等. X 射线荧光光谱法测量饰品中银含量的计算方法探究[J]. 中国检验检测, 2023(6): 41–44.
JIANG Y, ZHANG Y, LIU JD, *et al*. Investigation into the calculation method for measuring silver content in jewelry using X-ray fluorescence spectrometry [J]. China Inspection Body & Laboratory, 2023(6): 41–44.

[23] 王占明, 徐俊辉, 凡敏, 等. X 射线荧光光谱法测定银铜基钎料中银和铜[J]. 冶金分析, 2025, 45(9): 96–101.
WANG ZM, XU JH, FAN M, *et al.* Determination of silver and copper in silver-copper based brazing filler metal by X-bay fluorescence spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2025, 45(9): 96–101.

[24] 孙爱兵, 匡莉. 抗菌 PP 材料中抗菌剂银含量检测[J]. 塑料工业, 2019, 49(2): 108–111.
SUN AIB, KUANG L. Determination of Ag content of antibacterial agent in antibacterial PP material [J]. China Plastics Industry, 2019, 49(2): 108–111.

[25] 朱绍华, 李莉, 丁利, 等. 食品接触材料中纳米银迁移行为研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(1): 113–118.
ZHU SH, LI L, DING L, *et al*. Migration of Ag nanoparticles in food contact material [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2016, 7(1): 113–118.

[26] 邹雯雯, 管嵩, 孙博, 等. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜精矿中银、铅、镉、汞和砷的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2021, 57(12): 1099–1103.
ZOU WW, GUAN S, SUN B, *et al*. Determination of silver, lead, cadmium, mercury and arsenic in copper concentrate by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with microwave digestion [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2021, 57(12): 1099–1103.

[27] 张慧, 周姣, 蒋莹. 电感耦合等离子体质谱法测定儿童抗菌硅橡胶用品中的银[J]. 化学分析计量, 2024, 33(9): 12.
ZHANG H, ZHOU J, JING Y. Determination of silver in children's antibacterial silicone rubber products by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2024, 33(9): 12.

[28] 禄春强, 万峰, 代亚男, 等. ICP-MS 法测定银系抗菌食品接触塑料中银含量与迁移量[J]. 食品工业, 2022, 43(5): 326–329.
LU CJ, WAN F, DAI YN, *et al*. Determination of Ag content and migration in silver-based antibacterial food contact plastics by ICP-MS [J]. The Food Industry, 2022, 43(5): 326–329.

[29] 秦洋, 刘莉莉, 张曼茹, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定硅橡胶中 6 种微量元素[J]. 化学分析计量, 2025, 34(4): 65.
QIN Y, LIU LL, ZHANG MR, *et al*. Determination of six trace elements in silicone rubber by microwave digestion with inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2025, 34(4): 65.

[30] 李海燕, 尹盼盼, 彭腾腾, 等. 甘草中 20 种无机元素的测定及对有害元素的健康风险评估[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(8): 281–291.
LI HY, YIN PP, PENG TT, *et al*. Determination of 20 kinds of inorganic elements in *Glycyrrhizae radix* et rhizoma and their health risk assessment [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2024, 15(8): 281–291.

[31] 吴蓝洁, 李锦才, 陈树娣, 等. 食品接触用铝箔中铝元素在多模拟物体系中的迁移行为及其影响因素的研究[J]. 理化检验-化学分册, 2026, 62(2): 144–150.
WU LJ, LI JC, CHEN SD, *et al*. Migration behavior and influencing factors of aluminum from food-contact aluminum FOIL in multi-simulant systems [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2026, 62(2): 144–150.

(责任编辑: 蔡世佳　韩晓红)