

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3249—2012

仿真饰品 铅、镉、钡含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Imitation jewelry & accessory—Determination of Lead, Cadmium and Barium—
Flame atomic absorption spectrometric method

2012-10-23 发布

2013-05-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
仿真饰品 铅、镉、钡含量的测定
火焰原子吸收光谱法

SN/T 3249—2012

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2013 年 3 月第一版 2013 年 3 月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-24711 定价 14.00 元

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会归口。

本标准起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人：刘崇华、方晗、邢力、张庆、黄理纳、白桦、杨丹华。

仿真饰品 铅、镉、钡含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了仿真饰品的合金、聚合物、涂层、陶瓷、玻璃、水晶及其他类似材料中铅、镉、钡总含量的火焰原子吸收光谱测定方法。

本标准适用于仿真饰品的合金、聚合物、涂层、陶瓷、玻璃、水晶及其他材料中铅、镉、钡含量的测定，铅、镉、钡的定量下限分别为 20 mg/kg、2 mg/kg 和 30 mg/kg。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 22788—2008 玩具表面涂层中总铅含量的测定

SN/T 2046—2008 塑料及其制品中铅、汞、铬、镉、钡、砷的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

3 原理

粉碎后的试样用酸消解后，采用火焰原子吸收光谱仪测定，外标法定量测定铅、镉、钡的含量。

4 试剂

除非另有规定，仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

- 4.1 硝酸(65%质量分数)。
- 4.2 盐酸(37%质量分数)。
- 4.3 氟硼酸(40%质量分数)。
- 4.4 氢氟酸(40%质量分数)。
- 4.5 硼酸(4%质量分数)。
- 4.6 过氧化氢(30%质量分数)。
- 4.7 氯化钾溶液:20 g/L。
- 4.8 硝酸(1+19)。
- 4.9 标准溶液:铅、镉、钡标准溶液(1 000 μg/mL)，带有可溯源证书。
- 4.10 标准工作溶液:分别吸取一定体积的标准储备液(4.9)于 100 mL 容量瓶，用硝酸(4.8)稀释至刻度，混匀，使其浓度满足表 1 要求。其中，钡元素标准工作溶液中应加入 10 mL 氯化钾溶液(4.7)，使得稀释定容后的溶液中含有 2 g/L 氯化钾。

表 1 标准工作溶液系列浓度 单位为毫克每升

系列号	0	1	2	3	4	5
铅(Pb)	0	0.1	0.5	1	2	5
镉(Cd)	0	0.05	0.1	0.2	0.5	1
钡(Ba)	0	1	2	5	10	20

5 仪器和设备

- 5.1 火焰原子吸收光谱仪,配铅、镉、钡空心阴极灯,空气/乙炔及一氧化二氮/乙炔燃烧头。
- 5.2 电加热板(可控温,至少能达到 200 ℃)。
- 5.3 高压密闭微波消解仪。
- 5.4 分析天平:感量 0.1 mg。

6 分析步骤

6.1 试样的制备

样品按材料进行拆分后,剪碎。如样品表面带有涂层,应先按 GB/T 22788—2008 中 7.1 制备涂层样品。样品制备时应确保试样没有被污染。只要有可能,至少用两个相同的试样进行平行测定,同时进行空白试验。

6.2 试样消解

6.2.1 涂层材料

按照 GB/T 22788—2008 中 7.2 规定的方法进行。

6.2.2 合金

称取 0.1 g~0.3 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 25 mL 钢量瓶,或带表面皿的适当大小的烧杯,依次加入 3 mL 盐酸(4.2)、1 mL 硝酸(4.1),在电热板上低温(约 140 ℃)加热至试样溶解完全,继续加热至溶液残余体积约为 1 mL~2 mL,冷却、过滤、用水定容至 25 mL,待分析。

6.2.3 陶瓷、玻璃、水晶和其他含硅质非金属材料

准确称取约 0.2 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于聚四氟乙烯的微波消解容器中,加入 6 mL 硝酸(4.1)、2 mL 氢氟酸(4.4),待反应平息后,将容器密封,置于微波消解仪内,启动微波温度控制程序,15 min 升温到 180 ℃±5 ℃并保持 9.5 min 进行消解。程序结束并待容器冷却至室温后打开容器,向每个消解罐中加入 30 mL 硼酸溶液(4.5)以络合氢氟酸,定量转移至 50 mL 容量瓶,用水定容到刻度,摇匀。

操作过程应戴手套和面具,以防吸入氢氟酸或氢氟酸与皮肤接触。

6.2.4 塑料、聚合物和不含硅质非金属材料

按照 SN/T 2046—2008 中 7.2 规定的方法进行。

6.3 测定

6.3.1 工作条件的选择

火焰原子吸收光谱仪工作条件参见附录 A。

6.3.2 绘制校正曲线

按仪器操作规程开启原子吸收光谱仪,待仪器稳定后进行测定。按浓度由低到高的次序依次测定系列标准工作溶液(4.10)的吸光度值,以吸光度为纵坐标,以浓度为横坐标绘制校正曲线,计算相关系数,各元素的线性相关系数 r 均应 ≥ 0.999 。

6.3.3 样品中铅、镉、钡的测定

在与绘制校正曲线相同条件下,测定试剂空白溶液和试样溶液的浓度值。
如果待测元素的含量超出工作曲线的最高浓度值,则应用硝酸(4.8)适当稀释后再测定。

7 结果计算

试样中铅、镉、钡的含量按式(1)计算,结果保留三位有效数字。

$$W = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times F}{m}$$

.....(1)

式中:
 W ——待测元素的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);
 c_1 ——样品溶液中待测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 c_0 ——试剂空白溶液中待测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 V ——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);
 F ——样品溶液稀释倍数;
 m ——样品的质量,单位为克(g)。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过其算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性附录)
火焰原子吸收光谱仪工作条件

表 A.1 火焰原子吸收光谱仪参考工作条件

项目	工作条件		
	铅的测定	镉的测定	钡的测定
吸收线波长	217.0 nm	228.8 nm	553.6 nm
灯电流	5 mA	4 mA	10 mA
狭缝宽度	1.0 nm	0.5 nm	0.5 nm
火焰类型	空气/乙炔	空气/乙炔	一氧化二氮/乙炔
助燃气流量	13.5 L/min	13.5 L/min	9.3 L/min
乙炔流量	2.5 L/min	2.0 L/min	8.3 L/min
背景校正	氘灯	氘灯	无

