

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3249.2—2012

### 仿真饰品 第2部分:铅、镉、钡、 锑、汞含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Imitation jewelry and accessory—Part 2: Determination of lead,  
cadmium, barium, antimony and mercury—

Inductively coupled plasma optic emission spectrometry method

2012-12-12 发布

2013-07-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国家质量监督检验检疫总局



## 前 言

SN/T 3249《仿真饰品》共分为 3 部分：

- 第 1 部分：铅、镉、钡含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铅、镉、钡、锑、汞含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：锑、汞含量的测定 原子荧光光谱法。

本部分为 SN/T 3249 的第 2 部分。

本部分按照 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。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国浙江出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：王金花、邢力、徐颖、刘崇华、张庆、陈因聪、杨荣静。

仿真饰品 第2部分：铅、镉、钡、  
锑、汞含量的测定  
电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

SN/T 3249 的本部分规定了仿真饰品的合金、涂层、纺织品、皮革、聚合物及其他类似材料中铅(Pb)、镉(Cd)、钡(Ba)、锑(Sb)、汞(Hg)含量的电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-OES)测定方法。  
本部分适用于仿真饰品的合金、涂层、纺织品、皮革、聚合物及其他类似材料中铅(Pb)、镉(Cd)、钡(Ba)、锑(Sb)、汞(Hg)含量的测定,铅(Pb)、锑(Sb)、汞(Hg)的定量下限为 15 mg/kg,镉(Cd)、钡(Ba)的定量下限为 10 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 方法提要

样品经浓酸完全消解后,采用 ICP-OES 在相应分析波长下测定溶液中铅、镉、钡、锑、汞元素的含量。

4 试剂

- 除非另有规定,仅使用优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水或相当纯度的水。
- 4.1 纯锌:纯度不低于 99.99%,铅、镉、钡、锑、汞含量均小于 0.000 5%。
  - 4.2 纯铁:纯度不低于 99.99%,铅、镉、钡、锑、汞含量均小于 0.000 5%。
  - 4.3 纯铜:纯度不低于 99.99%,铅、镉、钡、锑、汞含量均小于 0.000 5%。
  - 4.4 浓硝酸( $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ,65%)。
  - 4.5 浓盐酸( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ,37%)。
  - 4.6 硝酸溶液(体积分数,10+90)。
  - 4.7 硝酸溶液(体积分数,5+95)。
  - 4.8 过氧化氢( $\rho=1.10\text{ g/mL}$ ,30%)。
  - 4.9 铅(1 000 mg/L)单元素标准溶液,带有溯源证书。
  - 4.10 镉(1 000 mg/L)单元素标准溶液,带有溯源证书。

- 4.11 汞(1 000 mg/L)单元素标准溶液,带有溯源证书。
- 4.12 钡(100 mg/L)单元素标准溶液,带有溯源证书。
- 4.13 铈(100 mg/L)单元素标准溶液,带有溯源证书。
- 4.14 锌基体储备液(10 g/L):称取锌(4.1)2.000 g,精确至 0.001 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 浓硝酸,逐渐加热至完全溶解。冷却至室温,移入 200 mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,混匀。
- 4.15 铁基体储备液(10 g/L):称取铁(4.2)2.000 g,精确至 0.001 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 浓硝酸,逐渐加热至完全溶解。冷却至室温,移入 200 mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,混匀。
- 4.16 铜基体储备液(10 g/L):称取铜(4.3)2.000 g,精确至 0.001 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 浓硝酸,逐渐加热至完全溶解。冷却至室温,移入 200 mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,混匀。
- 4.17 混合系列工作溶液:分别准确移取 1.0 mL 铅、镉、汞单元素标准溶液(4.9~4.11)及 10.0 mL 钡、铈单元素标准溶液(4.12~4.13)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.6)定容,混匀,配制成浓度为 10 mg/L 的混合标准溶液。然后分别准确移取该混合标准溶液 0 mL、1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL、10.0 mL 于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.6)定容,混匀,配制成浓度分别为 0 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L 的铅、镉、钡、铈、汞混合系列工作溶液。

## 5 仪器和设备

- 5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。
- 5.2 能量色散 X 射线荧光光谱仪(EDXRF)。
- 5.3 微波消解仪,配聚四氟乙烯罐或其他合适的压力罐(最大工作压力不小于 7 MPa)。
- 5.4 电加热装置(至少能达到 150 °C)。
- 5.5 恒温水浴振荡器(至少能达到 60 °C)。
- 5.6 分析天平:感量为 0.1 mg。
- 5.7 抽滤过滤器,配过滤膜(孔径 0.45 μm)。

## 6 分析步骤

### 6.1 试样的准备及消解

#### 6.1.1 合金材料

样品拆分至单一材质,将需要测试的金属部件(若有油漆或涂层覆盖,需参照 6.1.2 刮取后对其进行单独测试)碎至 3.0 mm×3.0 mm 以下,混匀,称取 100 mg~300 mg(精确至 1 mg)代表性试样置于 50 mL 烧杯中。加入 8 mL 浓硝酸(4.4),并加盖表面皿或其他合适的器具(也可选择配有冷凝管的反应装置)。待反应完全后,移入电加热装置(5.4),在(105±3)°C 条件下加热蒸发至约 3 mL。若样品消解完全,可直接将澄清溶液定量转移至 50 mL 容量瓶中,用水稀释并定容至刻度线。同时,按照相同的方法做空白。所得样品溶液按照 6.2.3 测试。

若溶液出现浑浊或样品消解不完全,待溶液冷却至室温后,再加入 2 mL 浓盐酸(4.5),搅匀。用水清洗烧杯壁并稀释至约 20 mL,放入不低于 60 °C 的恒温水浴振荡器(5.5)中轻轻摇动至少 4 h,立即用 0.45 μm 的过滤膜抽滤(5.7),残留固态物质用少量稀硝酸(4.7)冲洗 3 次,所得溶液全部合并至 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度线。同时,按照相同的方法做空白。所得样品溶液按照条款 6.2.3 测试。



6.1.2 涂层材料

按照 GB/T 22788—2008 中第 7 章规定的分析步骤进行。所得样品溶液按照 6.2.2 测试。

6.1.3 皮革、纺织品

将相同材质部分碎至 2 mm×2 mm 以下,称取约 200 mg(精确至 1 mg)代表性试样置于聚四氟乙烯微波消解罐中,依次加入 8 mL 浓硝酸(4.5)和 2 mL 过氧化氢(4.9),待反应稳定后,将容器密闭放入微波消解仪(5.3)内,并参见表 A.1 设定微波消解控制程序进行消解。待容器冷却至室温后,将消解液定量转移至 50 mL 容量瓶中,用少量硝酸(4.8)冲洗内罐和内盖 3 次,将冲洗液并入容量瓶,用水稀释至刻度线。所得样品溶液按照 6.2.2 测试。

若样品出现浑浊或消解不完全,用 0.45 μm 的过滤膜(5.7)抽滤,残留固态物质用少量稀硝酸(4.8)冲洗 3 次,所得溶液全部合并至 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度线。同时,按照相同的方法做空白。所得样品溶液按照条款 6.2.2 测试。

6.1.4 聚合物材料(聚氟塑料除外)

按照 SN/T 2046—2008 中 7.1 和 7.2 规定的方法进行。所得样品溶液按照 6.2.2 测试。

6.2 测定

6.2.1 仪器分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出 ICP-OES 分析的普遍参数。已被证明对测试合适的仪器工作条件参见附录 B。

6.2.2 外标法

根据仪器分析条件,按照浓度从低至高的顺序测定混合系列工作溶液(4.17)中各元素的光谱强度,绘制工作曲线,线性相关系数  $\gamma \geq 0.999$ ,然后测定样品溶液。如果样品溶液中铅、镉、钡、锶和汞浓度超出工作曲线最高浓度值,则应该对溶液进行适当稀释后再测定。

6.2.3 基体匹配法

仿真饰品中的合金材料,建议先用 EDXRF 鉴别金属组分,以确定试样属于铜合金、锌合金、铁合金或锡合金。对于含铜、铁、锌的仿真饰品,需根据试样主要元素的性质和含量,先向每个标准溶液中加入一定体积的一种或多种基体储备溶液(4.14~4.16,加入基体储备液的体积计算方式参见附录 C),再按照 4.17 配制混合系列工作溶液,绘制于作曲线,线性相关系数  $\gamma \geq 0.999$ ,然后测定样品溶液。如果样品溶液中铅、镉、钡、锶和汞浓度超出工作曲线最高浓度值,则应该对溶液进行适当稀释后再测定。

7 结果计算

试样中铅、镉、钡、锶和汞的含量按式(1)进行计算,结果取两次平行测定结果的平均值,保留三位有效数字。

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

.....( 1 )

式中:

- $X_i$

——试样中(铅、镉、钡、锶、汞)各元素含量,单位毫克每千克(mg/kg);
- $c_1$

——样品溶液中(铅、镉、钡、锶、汞)各元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

- $c_0$  ——空白溶液中(铅、镉、钡、锑、汞)各元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V$  ——样品溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- $F$  ——稀释因子;
- $m$  ——样品的质量,单位为克(g)。

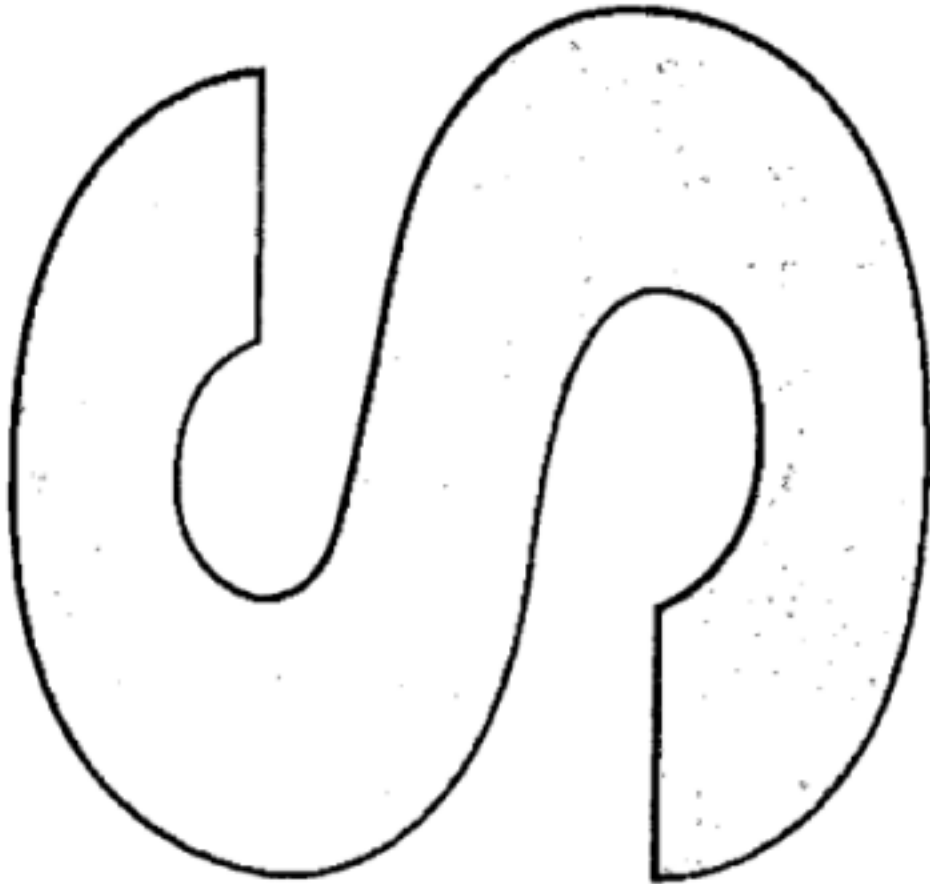
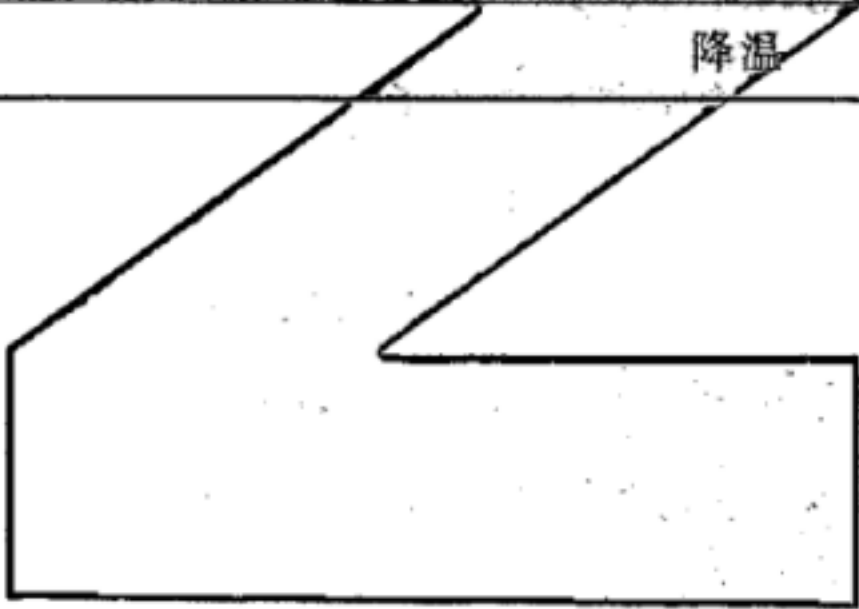
8 精密度

两次平行测定结果的相对标准偏差不超过 10%。

附录 A  
(资料性附录)  
微波消解仪工作条件

表 A.1 微波消解控制程序

步骤	升温时间 min	温度 ℃	保温时间 min
1	5	120	1
2	5	160	5
3	4	190	20
4	降温		



附 录 B  
(资料性附录)

ICP-OES 仪器工作条件

ICP-OES 仪器工作条件如表 B.1 所示,分析波长参见表 B.2(不同型号的 ICP-OES 工作条件可根据仪器的具体实际使用情况而定)。

表 B.1 ICP-OES 工作条件

RF 功率		1 300 W
气路系统	等离子体	15 L/min
	辅助气	0.2 L/min
	雾化器	0.8 L/min
	蠕动泵速	1.50 L/min
数据处理系统	积分时间	自动
	积分次数	3

表 B.2 元素参考分析波长

元 素	可选用分析波长 nm
Pb	220.353,217.000,283.306
Cd	214.438,228.802,226.502
Ba	233.527,455.403
Sb	206.836,217.582
Hg	194.227,253.652



附 录 C  
(资料性附录)  
基体匹配法

混合系列工作溶液中添加的基体储备液的体积按式(C. 1)进行计算：

$$V_i = \frac{1\,000 \times m \times \omega_i}{c_i} \dots\dots\dots (C. 1)$$

- 式中：
- $V_i$  ——使用的基体溶液体积，单位为毫升(mL)；
  - $m$  ——用于消解的试样质量，单位为克(g)；
  - $\omega_i$  ——试样中某一基体元素的质量分数，%；
  - $c_i$  ——使用的基体储备液浓度，单位为克每升(g/L)。
-

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
仿真饰品 第2部分:铅、镉、钡、  
锑、汞含量的测定  
电感耦合等离子体原子发射光谱法  
SN/T 3249.2—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](http://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 0.75 字数 16 千字  
2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷  
印数 1—1 600

\*

书号:155066·2-25382 定价 16.00 元



SN/T 3249.2-2012