



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3249.3—2012

仿真饰品 第3部分：锑、汞含量的测定 原子荧光光谱法

Imitation jewelry & accessory—Part 3: Determination of antimony and mercury content—Atomic fluorescence spectrometric method

2012-12-12 发布

2013-07-01 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 第 3 部分: 锑、汞含量的测定
原子荧光光谱法
SN/T 3249.3—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 10 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: 155066·2-25363 定价 14.00 元

前 言

SN/T 3249《仿真饰品》共分为 3 个部分：

- 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、铈、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：铈、汞含量的测定 原子荧光光谱法。

本部分为 SN/T 3249 的第 3 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：中华人民共和国广东出入境检验检疫局检验检疫技术中心。

本部分主要起草人：张志辉、曾嘉欣、郭仁宏、刘卓钦、黄美仪、李彩均、梁金玲、梁莹、岑玉钿、罗小云。

仿真饰品 第3部分：锑、汞含量的测定
原子荧光光谱法

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锑、汞含量的原子荧光光谱测定方法。

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锑、汞含量的测定，锑、汞的定量下限分别为 3 000 $\mu\text{g/kg}$ 、300 $\mu\text{g/kg}$ 。

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，采用原子荧光光谱仪测定，外标法定量。

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($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。
- 4.2 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 4.3 四氟硼酸(40%)。
- 4.4 过氧化氢($\rho=1.10\text{ g/mL}$)。
- 4.5 10%硫脲-5%抗坏血酸混合溶液：分别称取 10 g 硫脲及 5 g 抗坏血酸，溶于 100 mL 水中。现用现配。
- 4.6 硼氢化钾溶液(10 g/L)：称取 2.5 g 氢氧化钾，溶于 100 mL 水中，再加入 5.0 g 硼氢化钾(KBH_4)继续摇动溶解，用水稀释至 500 mL，若有浑浊则过滤后使用。现用现配。
- 4.7 重铬酸钾溶液(10 g/L)。
- 4.8 锑标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)：使用有证标准物质。
- 4.9 汞标准溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$)：使用有证标准物质。
- 4.10 锑、汞混合标准储备溶液：移取 1.0 mL 锑标准溶液(4.8)和 0.01 mL 的汞标准溶液(4.9)于 100 mL 容量瓶中，加入 2.0 mL 盐酸(4.2)，加 1.0 mL 重铬酸钾溶液(4.7)，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液中锑、汞的浓度分别为 1 000 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 。

4.11 铈、汞混合标准工作溶液：分别吸取一定体积的标准储备液(4.10)于 100 mL 容量瓶，加入 2.0 mL 盐酸(4.2)，加 5.0 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(4.5)，用水稀释至刻度，混匀，使其浓度满足表 1 要求。

表 1 标准工作溶液系列浓度 单位为微克每升(μg/L)

系列号	0	1	2	3	4	5	6
铈(Sb)	0	1	2	4	6	8	10
汞(Hg)	0	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0

5 仪器设备

- 5.1 原子荧光光谱仪：配备铈、汞空心阴极灯。
- 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，试样消化完全后，继续加热至溶液残余体积约为 1 mL~2 mL，加入盐酸(4.2)2 mL 赶酸，重复上述赶酸步骤 3 次，使溶液残余体积约为 2 mL，冷却，过滤，去离子水定容至 50 mL，待分析。

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 钢量瓶或适当大小的烧杯或其他容器中，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，参照 6.2.1 进行赶酸，冷却，过滤，去离子水定容至 50 mL，待分析。

如试样反应缓慢较难消解，可重新称取 0.1 g~0.3 g 样品到一个聚四氟乙烯烧杯中，依次加入 3 mL 硝酸(4.1)、1 mL 硝酸(4.1)和 1.5 mL 四氟硼酸(4.3)，在电热板上低温加热至样品溶解完全，参照 6.2.1 进行赶酸，冷却，过滤，去离子水定容至 50 mL，待分析。

6.2.3 非金属材料的消解

按照 SN/T 2046—2008 中 7.2 规定的方法进行。消解罐冷却至室温后，打开消解罐，将消解溶液置于电热板上低温加热，参照 6.2.1 进行赶酸，冷却，过滤，去离子水定容至 50 mL，待分析。

6.3 测定

6.3.1 样品的测定

分取 1 mL 待分析溶液,移入 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液(4.5),用 2% 盐酸溶液定容,混匀,放置 15 min 后进行测试。

6.3.2 工作条件的选择

原子荧光光谱仪工作条件参见附录 A。

6.3.3 绘制工作曲线

按仪器操作规程开启原子吸收荧光光谱仪,以 2% 盐酸作载流、以硼氢化钾溶液(4.6)作为还原剂,按浓度由低至高依次测定系列标准工作溶液,绘制工作曲线,各元素工作曲线的线性相关系数 r 应大于等于 0.999。

6.3.4 样品中锑、汞的测定

在与 6.3.2 相同条件下测量试剂空白溶液和样品溶液。根据工作曲线和消解溶液的荧光强度值,仪器给出消解溶液中待测元素的浓度值。如果消解溶液中锑、汞的浓度超出工作曲线的线性范围,则应该对消解溶液用 2% 盐酸进行适当稀释至工作曲线范围水平后再测定。

7 计算

试样中锑、汞的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times f}{m}$$

.....(1)

式中:

- X ——含量,单位为微克每千克($\mu\text{g/kg}$);
- c_1 ——样品消解溶液中锑、汞的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- c_0 ——测定用空白溶液中锑、汞的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- V ——试样消解液定容体积,单位为毫升(mL);
- f ——试样消解液稀释倍数;
- m ——试样质量,单位为克(g)。

8 精密度

在重复性条件下,两次独立测试结果的差值不超过其算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性附录)
原子荧光光谱仪工作条件

表 A.1 原子荧光光谱仪参考工作条件

元素	负高压 V	灯电流 mA	辅相极电流 mA	原子化器高度 mm	载气流速 mL/min	屏蔽气流速 mL/min
Hg	290	30	—	10	300	800
Sb	290	80	30	10	300	800

