



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3249.4—2017

---

## 仿真饰品 第4部分：镍释放快速 筛选测试方法

Imitation jewelry & accessory—  
Part 4: Screening tests for nickel release

2017-05-12 发布

2017-12-01 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》分为 4 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、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；
- 第 4 部分：镍释放快速筛选测试方法。

本部分为 SN/T 3249 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用重新起草法修改采用 EN 12471:2002《与皮肤直接或长期接触的合金及表面镀层中镍释放快速筛选方法》。

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：中华人民共和国上海出入境检验检疫局、中华人民共和国厦门出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：卫碧文、高欢、望秀丽、董清木、朱军、林莉。



## 仿真饰品 第4部分:镍释放快速 筛选测试方法

### 1 范围

SN/T 3249 的本部分规定了仿真饰品中镍释放快速筛选方法。

本部分适用于仿真饰品中镍释放的定性筛选。

### 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 19719 首饰 镍释放量的测定 光谱法

GB 28480 饰品 有害元素限量的规定

GB/T 28485 镀层饰品 镍释放量的测定 磨损和腐蚀模拟法

### 3 方法提要

利用镍离子能与丁二酮肟在碱性条件下生成红色络合物的原理对仿真饰品是否有镍释放进行快速筛选。当反应呈现红色时,在试样表面滴加双氧水进行氧化,以排除二价铁离子的干扰,试样重新与丁二酮肟显色,如再次呈现红色,利用镍与二硫代草酰胺的显色反应来进行确认。

### 4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,试验用水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 氨水( $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ):质量分数为 25%~28%。

4.2 氯化钠( $\text{NaCl}$ )。

4.3 乳酸( $\text{CH}_3\text{CHOHCOOH}$ ): $\rho=1.21\text{ g/mL}$ ,质量分数大于 88%。

4.4 尿素 $[\text{CO}(\text{NH}_2)_2]$ 。

4.5 丁二酮肟( $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2$ ):质量分数为 99%,或含有用来检测镍的丁二酮肟的试纸及其他的具有与镍测试等同选择性和灵敏度的显色试剂。

4.6 乙醇( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ):体积分数为 95%。

4.7 过氧化氢( $\text{H}_2\text{O}_2$ ):质量体积比约 30%。

4.8 二硫代草酰胺(红氨酸  $\text{C}_2\text{H}_4\text{N}_2\text{S}_2$ )。

4.9 三水合乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )。

4.10 冰醋酸( $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ )。

4.11 氨水溶液(质量分数约为 10%):用氨水(4.1)和水按 1:2.5 稀释至质量分数约为 10%。

4.12 丁二酮肟溶液(质量体积比为 0.8%乙醇溶液):称取  $0.8\text{ g} \pm 0.05\text{ g}$  丁二酮肟(4.5),用乙醇(4.6)溶解并定容至 100 mL,摇匀。



4.13 人工汗液:称取  $1.0\text{ g}\pm 0.02\text{ g}$  尿素(4.4),  $5\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$  氯化钠(4.2)及  $1.13\text{ g}\pm 0.02\text{ g}$  和  $940\text{ }\mu\text{L}\pm 20\text{ }\mu\text{L}$  乳酸(4.3)至 2 L 烧杯中,加 1 000 mL 水,搅拌均匀。逐滴加入氨水溶液(4.11)并不断搅拌,调整 pH 至  $6.5\pm 0.2$ ,并以 pH 计(5.1)测定。在  $8\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  避光密闭保存,有效期 6 个月。

4.14 二硫代草酰胺(质量体积比为 0.5%乙醇溶液):称取  $0.5\text{ g}\pm 0.05\text{ g}$  二硫代草酰胺(4.8),用乙醇(4.6)溶解并定容至 100 mL,摇匀。

4.15 醋酸钠缓冲溶液(pH4.5):称取 5.6 g 三水合乙酸钠(4.9),并加入 2.4 mL 冰醋酸(4.10),用水溶解并定容至 10 mL,摇匀。

4.16 表面打磨材料,金刚砂、金刚砂板或其他合适的打磨材料。

## 5 仪器和装置

5.1 pH 计:标值精度为 0.01 pH 单位。

5.2 烘箱:控温精度  $50\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 其他加热设备:如手握式头发吹风机,或含有电灯泡(如 R80;60 W~100 W)能够垂直照射于一个平面正上方的设备,灯泡距离平面约 40 mm~120 mm。

5.4 温度计:温度范围  $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,精度  $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 移液枪:规格  $20\text{ }\mu\text{L}\sim 200\text{ }\mu\text{L}$  或能够滴取每滴约  $50\text{ }\mu\text{L}$  的滴瓶。

5.6 表面皿。

5.7 棉棒(白色)。

## 6 测试步骤

### 6.1 样品制备

6.1.1 样品可能由不同金属部件组成,每个与皮肤直接或长期接触的部件都应该进行测试。使用蘸有乙醇(4.6)的棉棒(5.7)清洁测试样品表面,除去样品外部的油脂以及因触摸沾有的皮肤分泌物。如果测试样品表面含镍,应取消清洁步骤。

注:制样及测试过程要避免样品、试样测试表面、试剂或手与含有镍的物质(如纸夹、铆钉、钱币等)接触。必要时对试剂进行空白测试。

6.1.2 使用金刚砂、金刚砂板或其他合适的打磨材料(4.16)打磨去除试样表面可能含有的涂层(如漆膜及电镀层),以避免测试结果的假阴性。打磨后的试样仍需按 6.1.1 进行清洗。经打磨的试样如果测试结果呈阳性,仍需依据 GB/T 28485 进行磨损处理后按照 GB/T 19719 测试,以确认其是否符合 GB 28480 要求。

### 6.2 测试步骤

#### 6.2.1 测试程序

仿真饰品镍释放快速筛选流程图参见附录 A。测试前应使用表面有镍释放样品确认测试溶液是否具有显色能力。

#### 6.2.2 初筛

用带有 1 滴~2 滴丁二酮肟溶液(4.12)及 1 滴氨水溶液(4.11)的棉棒轻轻擦拭样品表面 15 s,在白色背景下观察颜色的变化,若呈现红色(包括浅红至深樱桃红),按照 6.2.5 进行铁离子干扰试验;若未呈现红色,按照 6.2.3 和 6.2.4 进行人工汗液腐蚀及丁二酮肟显色反应。



### 6.2.3 人工汗液腐蚀

将测试试样置于表面皿(5.6)上,放入烘箱(5.2),加热至 50 ℃。用移液枪或滴瓶(5.5)将 1 滴(50 μL)人工汗液(4.13)滴至试样表面,置于烘箱(5.2)或其他加热设备如吹风机或灯泡等(5.3),控制试样表面温度不超过 50 ℃,至试样表面完全干燥(约用时 15 min),冷却 5 min 后,按照 6.2.4 进行显色反应。

### 6.2.4 丁二酮肟显色反应

用带有 1 滴~2 滴丁二酮肟溶液(4.12)及 1 滴氨水溶液(4.11)的棉棒轻轻擦拭人工汗液腐蚀后的试样表面 5 s,在白色背景下观察颜色的变化,若呈现红色(包括浅红至深樱桃红),按照 6.2.5 进行铁离子干扰试验。

当使用试纸(4.5)进行测试时,则先滴 1 滴氨水(4.11)于人工汗液腐蚀后的试样表面,再将试纸(4.5)置于滴过氨水的试样表面,保持 5 s,在白色背景下观察试纸颜色的变化,若呈现红色(包括浅红至深樱桃红),按照 6.2.5 进行铁离子干扰试验。

### 6.2.5 铁离子干扰试验

若测试样品为不锈钢或含铁的金属,二价铁离子也能产生红色或暗红棕色,干扰测试结果。为了消除这种干扰,在试样表面滴加一滴过氧化氢(4.7),将二价铁离子氧化为三价铁离子,再用带有 1 滴~2 滴丁二酮肟溶液(4.12)及 1 滴氨水溶液(4.11)的棉棒轻轻擦拭样品表面,观察颜色的变化。如果使用测试试纸(4.5),可以将试纸置于空气中 15 min 完成氧化,来替代在测试样品表面滴加过氧化氢。若显示红色,按照 6.2.6 进行确认实验。

### 6.2.6 确认试验

按 6.1 重新制备试样和按 6.2.3 进行人工汗液腐蚀后,用带有 1 滴~2 滴二硫代草酰胺溶液(4.14)及 1 滴醋酸钠缓冲溶液(4.15)的棉棒轻轻擦拭样品表面 5 s,在白色背景下观察颜色的变化,若出现紫黑色,则表明有镍释放。

注:本条款为确认条款,不能替代 6.2.4。

## 7 测试结果

### 7.1 阳性结果

若按照 6.2.2~6.2.5 步骤测试,未呈现浅红到深樱桃红的红色,则表明试样表面的镍释放可能超过 0.5 μg/(cm<sup>2</sup>·周)。测试结论为测试结果呈阳性。

注:6.2.6 确认试验是对丁二酮肟显色反应阳性结果的确认。

### 7.2 阴性结果

若按照 6.2.2~6.2.5 步骤测试,未呈现浅红到深樱桃红的红色,测试报告的结论可以为测试结果呈阴性,但实验室内部应按照 GB/T 19719 或 GB/T 28485 及 GB/T 19719 进一步测试确认。

### 7.3 不确定结果

按照 6.2.2~6.2.4 步骤测试,呈现非红色颜色时,将对测试结果造成干扰,测试结论为不确定。若需进一步确定结果,需按照 GB/T 19719 或 GB/T 28485 及 GB/T 19719 进一步测试确认。



## 8 测试报告

测试报告至少包含以下信息：

- a) 样品特定信息,包括来源、接受日期、样品形态。
- b) 测试标准。
- c) 测试部位、测试结果(如阳性、阴性或不确定)及确认情况。
- d) 任何偏离测试程序的细节。
- e) 测试过程中显色情况。
- f) 测试日期。

附录 A  
(资料性附录)

仿真饰品镍释放快速筛选流程图

仿真饰品镍释放快速筛选流程见图 A.1。

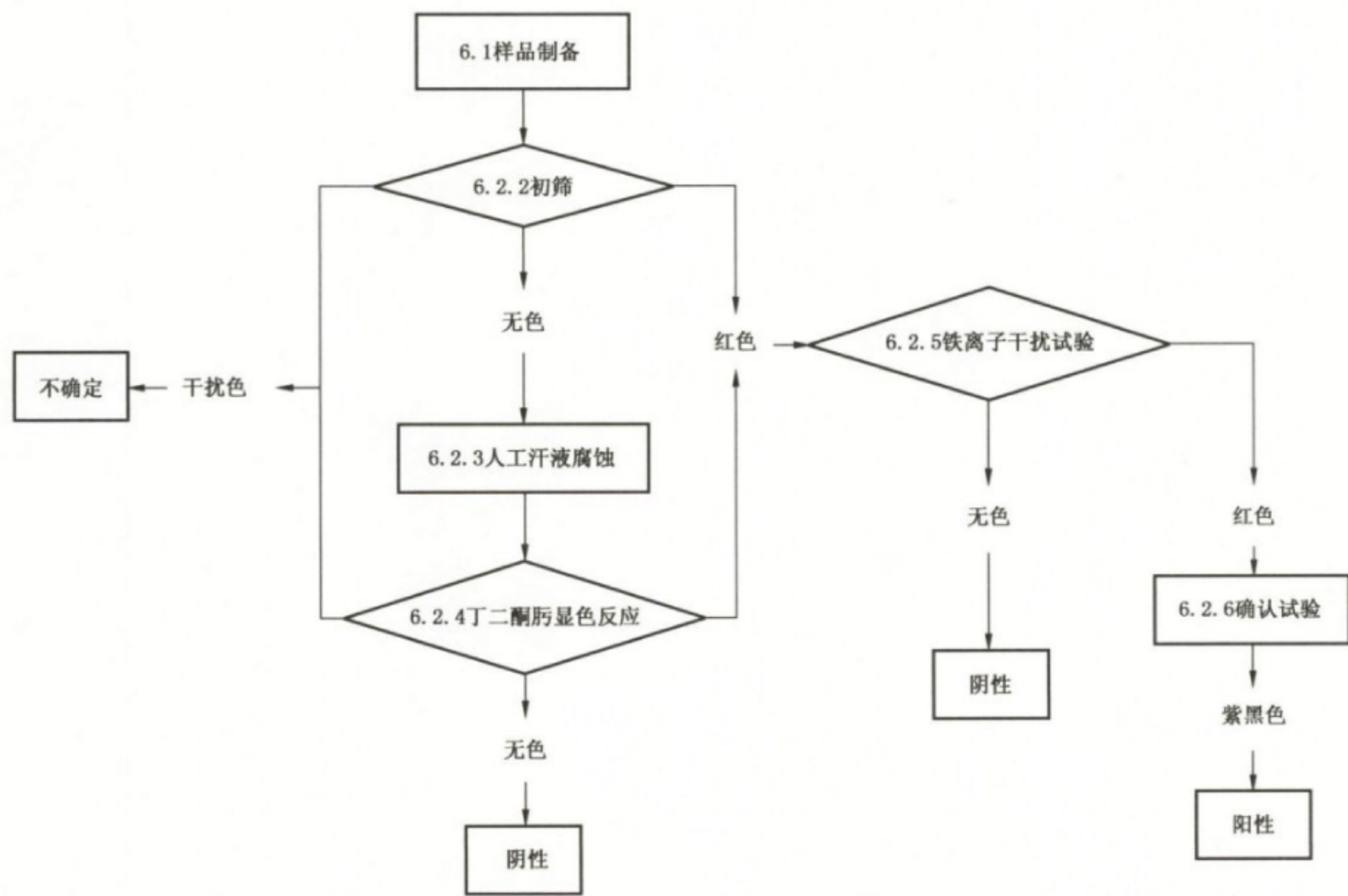


图 A.1 仿真饰品镍释放快速筛选流程图