



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4774—2017

## 玩具材料中特定元素迁移量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of certain migration elements in toys—  
Inductively coupled plasma optical emission spectrometric method

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

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提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局、中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：刘崇华、田勇、陈志耿、望秀丽、黄理纳、周莹、卫碧雯。



# 玩具材料中特定元素迁移量的测定

## 电感耦合等离子体发射光谱法

**警示——**使用本标准的人员应具有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定玩具材料中铝、锑、砷、钡、硼、镉、铬、钴、铜、铅、锰、汞、镍、硒、锶、锡、锌 17 种元素迁移量的方法。

本标准适用于玩具材料中 17 种可迁移元素含量的测定。

本标准适用于玩具材料中六价铬、三价铬及有机锡的筛选测定。

本标准适用于欧洲玩具标准 EN 71-3 规定的第Ⅲ类玩具材料,包括涂层及其类似材料、聚合物、纸和纸板、纺织材料、玻璃、陶瓷、金属材料、木材、纤维板、硬质板、骨头和皮革。

### 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- EN 71-3 玩具安全 第 3 部分:特定元素的迁移(Safety of toys—Part 3:Migration of certain elements)

### 3 术语和定义

EN 71-3 界定的术语和定义适用于本文件。

### 4 方法原理

样品用特定浓度的盐酸在特定条件下迁移 17 种待测元素,过滤,用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定滤液中特定元素迁移量。

### 5 试剂和材料

- 除非另有规定,仅使用优级纯及以上试剂。
- 5.1 水,GB/T 6682,2 级。
  - 5.2 浓盐酸,质量分数约为 37%。
  - 5.3 正庚烷,质量分数大于 99%。



- 5.4 盐酸溶液,  $c(\text{HCl}) = (0.07 \pm 0.005) \text{ mol/L}$ 。
- 5.5 盐酸溶液,  $c(\text{HCl}) = (0.14 \pm 0.010) \text{ mol/L}$ 。
- 5.6 盐酸溶液,  $c(\text{HCl}) \approx 2 \text{ mol/L}$ 。
- 5.7 盐酸溶液,  $c(\text{HCl}) \approx 6 \text{ mol/L}$ 。
- 5.8 标准溶液: 锑、砷、镉、铬、钴、铜、铅、锰、镍、铈、硒、锌、钡、锡标准溶液(100 mg/L), 硼、铝、汞标准溶液(1 000 mg/L), 按 GB/T 602 配制或直接购买有证标准物质。
- 5.9 标准工作溶液: 分别吸取一定体积标准溶液(5.8)于 100 mL 容量瓶, 用盐酸溶液(5.4)稀释至刻度, 混匀, 配制成适当浓度的标准工作溶液。汞标准工作溶液按单标配制。

注: 标准工作溶液的配制参见附录 A。

6 仪器和设备

- 6.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)。
- 6.2 分析天平: 精度为 1 mg。
- 6.3 pH 测试仪: 精度为  $\pm 0.02 \text{ pH}$  单位。
- 6.4 恒温振荡器: 可恒温至  $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。
- 6.5 抽滤器及滤膜: 孔径为 0.45  $\mu\text{m}$  及 0.22  $\mu\text{m}$ 。
- 6.6 离心机: 离心能力为  $(5\,000 \pm 500)g$ 。
- 6.7 提取用容器, 容量为盐酸溶液提取剂体积的 1.6 倍~5.0 倍。
- 6.8 平纹不锈钢丝网筛, 额定孔径为 0.5 mm。

7 分析步骤

7.1 样品制备和提取

按照 EN 71-3 中的相关条款进行测试试样的制备和提取操作。

7.2 空白试验

随同试样做空白试验, 空白试验应与测定平行进行, 并采用相同的分析步骤, 取相同量的所有试剂, 但空白试验不加试样。

7.3 测定

7.3.1 仪器工作条件的选择

电感耦合等离子体光谱仪工作条件参见附录 B。

7.3.2 绘制标准曲线

按浓度由低到高的次序依次测定系列标准工作溶液(5.9), 以发射光谱强度为纵坐标, 以浓度为横坐标绘制标准曲线, 计算相关系数, 各元素的线性相关系数均应  $\geq 0.995$ 。

7.3.3 样品溶液中迁移元素的测定

在与绘制标准曲线相同条件下, 测量空白试验溶液和样品溶液的浓度值。如果样品溶液中待测元素的含量超出标准曲线的最高浓度值, 则应使用盐酸溶液(5.4)适当稀释样品溶液后再测定。

8 结果计算

样品中迁移元素的含量以各元素的质量分数  $w$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

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

.....( 1 )

式中:

- $w$  ——样品中特定元素的迁移量,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);
  - $c_0$  ——空白试验溶液中待测元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
  - $V$  ——样品迁移过程使用迁移溶液的体积,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)。
- 计算结果至少保留两位有效数字。

9 方法检出限

本方法的检出限参见附录 C。精密度数据参见附录 D。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- a) 试样信息;
- b) 使用的标准;
- c) 试验结果;
- d) 偏离标准的差异;
- e) 在试验中观察到的异常现象;
- f) 试验日期。



附 录 A  
(资料性附录)  
标准工作溶液浓度

标准工作溶液浓度见表 A.1。

表 A.1 标准工作溶液浓度 单位为毫克每升

序号	分析元素	工作溶液 1	工作溶液 2	工作溶液 3	工作溶液 4	工作溶液 5
1	铝	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
2	铈	0.10	0.2	0.4	1.0	2.0
3	砷	0.10	0.2	0.4	1.0	2.0
4	钡	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
5	硼	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
6	镉	0.10	0.2	0.4	1.0	2.0
7	铬	0.10	0.2	0.4	1.0	2.0
8	钴	0.10	0.2	0.4	1.0	2.0
9	铜	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
10	铅	0.10	0.2	0.4	1.0	2.0
11	锰	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
12	汞	0.025	0.05	0.1	0.25	0.5
13	镍	0.10	0.2	0.4	1.0	2.0
14	硒	0.10	0.2	0.4	1.0	2.0
15	锶	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
16	锡	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
17	锌	0.25	0.5	1.0	2.5	5.0
注：汞标准工作溶液按单标配制。						



附 录 B  
(资料性附录)  
电感耦合等离子光谱仪工作条件

电感耦合等离子体发射光谱仪的工作条件见表 B.1 和表 B.2。

表 B.1 电感耦合等离子体发射光谱仪的分析谱线 单位为纳米

序号	元素	测定波长	参考波长
1	铝	237.312	396.152
2	铈	217.582	231.146
3	砷	193.696	188.980
4	钡	230.424	493.408
5	硼	249.772	182.577
6	镉	228.802	214.439
7	铬	267.716	206.158
8	钴	228.615	230.786
9	铜	327.395	213.598
10	铅	220.353	217.000
11	锰	257.610	260.568
12	汞	194.164	253.653
13	镍	231.604	221.648
14	硒	196.026	203.985
15	锶	216.596	421.552
16	锡	189.925	242.950
17	锌	334.502	206.200

表 B.1 推荐波长由 Varian 730-ES 型号\* ICP-OES 试验得出。其他类型仪器实验室可根据仪器操作说明自行进行优化,并选择最合适的测定波长。由于样品基体复杂,上述测定波长可能存在干扰,当存在干扰时,可采用参考波长进行分析。

表 B.2 电感耦合等离子体发射光谱仪的参考工作条件

项目	参数	项目	参数
RF 功率	1 250 W	读数时间	3.0 s
等离子气流量	15 L/min	稳定时间	15 s
辅助气流量	1.5 L/min	读数次数	3 次
雾化气流量	0.74 L/min	样品提升泵速	15 r/min

表 B.2 是 Varian 730-ES 型号 ICP-OES 的参数,其他类型仪器实验室可根据仪器操作说明自行进行优化,选择合适的工作条件。

\* 非商业性声明:此处列出试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家或型号的仪器。



附 录 C  
(资料性附录)  
方法检出限

分析方法的检出限见表 C.1。

表 C.1 分析方法的检出限 单位为毫克每千克

序号	元素	迁移限量			检出限	定量限
		第Ⅰ类	第Ⅱ类	第Ⅲ类		
1	铝	5 625	1 406	70 000	6.2	12.5
2	锑	45	11.3	560	0.4	0.9
3	砷	3.8	0.9	47	1.1	2.2
4	钡	1 500	375	18 750	1.2	2.4
5	硼	1 200	300	15 000	5.6	11.2
6	镉	1.3	0.3	17	0.02	0.04
7	铬	—	—	—	0.2	0.4
8	三价铬	37.5	9.4	460	—	—
9	六价铬	0.02	0.005	0.2	—	—
10	钴	10.5	2.6	130	0.05	0.09
11	铜	622.5	156	7 700	4.1	8.2
12	铅	13.5	3.4	160	1.2	2.4
13	锰	1 200	300	15 000	0.2	0.5
14	汞	7.5	1.9	94	0.8	1.5
15	镍	75	18.8	930	0.1	0.2
16	硒	37.5	9.4	460	1.2	2.4
17	锗	4 500	1 125	56 000	0.9	1.8
18	锡	15 000	3 750	180 000	1.3	2.6
19	有机锡	0.9	0.2	12	—	—
20	锌	3 750	938	46 000	3.9	7.8
注：采用 ICP-OES,通过测定可迁移锡筛选有机锡的不确定度较大。						



附 录 D  
(资料性附录)

从实验室间试验结果得到的精密度数据

由 9 家实验室对油漆粉末、金属、塑料粒 3 种材料的 1 个水平的实际样品进行测定,按 GB/T 6379.2 计算精密度,结果见表 D.1。

表 D.1 方法精密度 单位为毫克每千克

元素	材料	实验室数	总平均值	重复性允差 <i>r</i>	再现性允差 <i>R</i>
铝	油漆粉末	9	51.7	2.1	4.2
	金属	—	—	—	—
	塑料粒	8	12.7	0.6	0.8
锑	油漆粉末	9	13.8	0.7	1.0
	金属	9	—	—	—
	塑料粒	9	3.3	0.3	0.3
砷	油漆粉末	—	—	—	—
	金属	—	—	—	—
	塑料粒	8	4.5	0.4	0.4
钡	油漆粉末	9	48.8	1.4	2.6
	金属	—	—	—	—
	塑料粒	9	11.6	0.7	1.1
硼	油漆粉末	9	10.6	0.6	1.4
	金属	—	—	—	—
	塑料粒	—	—	—	—
镉	油漆粉末	8	25.5	0.6	1.0
	金属	—	—	—	—
	塑料粒	9	7.2	0.5	0.8
铬	油漆粉末	9	13.9	0.6	0.7
	金属	8	54.1	2.3	3.1
	塑料粒	7	63.0	2.4	2.4
钴	油漆粉末	—	—	—	—
	金属	9	15.7	1.0	1.4
	塑料粒	—	—	—	—
铅	油漆粉末	8	72.3	1.8	2.3
	金属	—	—	—	—
	塑料粒	9	8.5	0.6	0.6



表 D.1 (续)

元素	材料	实验室数	总平均值	重复性允差 $r$	再现性允差 $R$
锰	油漆粉末	—	—	—	—
	金属	9	6.6	0.5	0.6
	塑料粒	—	—	—	—
汞	油漆粉末	—	—	—	—
	金属	—	—	—	—
	塑料粒	9	17.3	1.2	1.6
硒	油漆粉末	—	—	—	—
	金属	—	—	—	—
	塑料粒	9	94.5	4.5	4.8
锡	油漆粉末	9	5.4	0.3	0.5
	金属	—	—	—	—
	塑料粒	—	—	—	—
锌	油漆粉末	9	63.9	2.6	3.6
	金属	7	15 092	452	498
	塑料粒	—	—	—	—