



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3619—2013

玩具材料中 17 种可迁移元素 的测定 ICP-MS 法

Determination of 17 migration elements in toy materials—
Inductively coupled plasma mass spectrometer

2013-08-30 发布

2014-03-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

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：中华人民共和国上海出入境检验检疫局、中华人民共和国扬州出入境检验检疫局、中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国霍尔果斯出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：卫碧文、李敬、林莉、方晗、于瑞成、于文佳、杨荣静、郑翊。

玩具材料中 17 种可迁移元素 的测定 ICP-MS 法

1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定玩具中可迁移的铝、锑、砷、钡、硼、镉、铬、钴、铜、铅、锰、汞、镍、硒、锶、锡、锌等有毒有害元素的方法。

本标准适用于玩具材料中上述 17 种元素迁移量的测定。

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制备

GB 6675—2003 国家玩具安全技术规范

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

对试样采用特定浓度盐酸,在特定条件下使待测元素迁移,过滤后所得样品溶液加入内标后,进行 ICP-MS 测定。以质荷比强度与其元素浓度的定量关系,测定样品中的铝、锑、砷、钡、硼、镉、铬、钴、铜、铅、锰、汞、镍、硒、锶、锡、锌等元素的迁移量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯或经过亚沸蒸馏过的化学试剂,实验室用水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 浓盐酸(37%,质量浓度)。

4.2 盐酸溶液(0.07 ± 0.005 mol/L)。

4.3 浓硝酸(65%,质量浓度)。

4.4 硝酸溶液(2+8,体积比):取 20 mL 浓硝酸(4.3)慢慢加入 80 mL 水中。

4.5 标准储备液:铝、锑、砷、钡、硼、镉、铬、钴、铜、铅、锰、汞、镍、硒、锶、锡、锌标准溶液按 GB/T 602 方法进行配制,或者直接使用有标准溶液证书的有效期内的元素溶液,标准储备液的浓度均为 $1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。

4.6 混合标准工作溶液:用盐酸溶液(4.2)逐级稀释铝、锑、砷、钡、硼、镉、铬、钴、铜、铅、锰、汞、镍、硒、锶、锡、锌标准储备液,配制系列浓度的混合标准工作溶液,标准工作溶液浓度参见附录 A 表 A.1。标准工作溶液需用现配。

4.7 内标储备液:锆、铟、铋浓度均为 $1\,000\ \mu\text{g/mL}$ 。

4.8 内标工作溶液:用盐酸溶液(4.2)逐级稀释锆、铟、铋内标储备液,配制浓度为 $5\ \mu\text{g/L}$ 混合内标工作溶液,不同元素选择的内标元素参见附录 A 中表 A.2。

4.9 高纯氩气(纯度 $\geq 99.999\%$)。

5 仪器和设备

电感耦合等离子体质谱仪(仪器工作参数及使用条件参见附录 B),所用玻璃器皿均需以硝酸溶液(4.4)浸泡过夜,用去离子水反复冲洗干净。

6 分析步骤

6.1 样品前处理

按照 GB 6675—2003 中附录 C 进行。

6.2 测定

6.2.1 仪器的工作条件

仪器工作条件参见附录 B,由于各种仪器间存在差异,不同仪器的工作条件不尽相同,难以统一。附录 B 给出的参考条件仅适合该型号的仪器,其他类型仪器可根据使用仪器的不同,通过实验进行优化。

6.2.2 绘制标准工作曲线

选取适当的测定元素的同位素,以锆、铟、铋为内标,待仪器稳定后开始测定。用盐酸溶液(4.2)作为空白溶液,按浓度由低到高的次序依次测定系列标准工作溶液。

6.2.3 样品中可迁移元素的测定

在与绘制标准工作曲线相同的条件下测量试剂空白溶液和样品溶液。根据工作曲线和样品溶液的响应值在标准工作曲线上读取对应的浓度值。

若结果超出校准溶液的浓度范围,将样品适当稀释后测定。

6.3 结果计算

测定结果按式(1)计算,结果保留 3 位有效数字,单位为毫克每千克(mg/kg)。

$$c = \frac{(c_i - c_0) \times V \times f}{1\,000m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——样品中可迁移的待测元素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_i ——样品溶液中待测元素浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

c_0 ——空白溶液中待测元素的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V ——定容体积,单位为毫升(mL);

f ——样品溶液的稀释倍数,未稀释为 1;

m ——样品称样质量,单位为克(g)。

7 检出限和精密度

7.1 检出限

当样品的稀释倍数为 50 倍时,本标准检出限见表 1。

表 1 17 元素的检出限

mg/kg

元素	检出限	元素	检出限	元素	检出限	元素	检出限	元素	检出限
¹¹ B	0.019 2	²⁷ Al	0.012 6	⁵² Cr	0.003 4	⁵⁵ Mn	0.002 3	⁵⁸ Ni	0.005 3
⁵³ Co	0.001 2	⁶³ Cu	0.015 8	⁶⁶ Zn	0.025 1	⁷⁵ As	0.006 6	⁷⁸ Se	0.003 6
⁸⁶ Sr	0.000 7	¹¹¹ Cd	0.007 4	¹²⁰ Sn	0.011 4	¹²¹ Sb	0.002 2	¹³⁸ Ba	0.005
²⁰² Hg	0.006 6	²⁰⁶ Pb	0.001	—	—	—	—	—	—

7.2 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

SN/T 3619—2013

附 录 A
(资料性附录)
标准工作溶液、同位素及内标

考虑到实际样品中各种元素含量的复杂性,本标准设置的 17 种元素的标准工作曲线的浓度梯度各不相同,见表 A.1。测量的同位素和内标元素见表 A.2。

表 A.1 标准工作溶液浓度 μg/L

元素	标准 1	标准 2	标准 3	标准 4	标准 5	标准 6	标准 7
¹¹ B	1	5	10	20	50	100	200
²⁷ Al	1	5	10	20	50	100	200
⁵² Cr	0.5	2.5	5	10	25	50	100
⁵⁵ Mn	1	5	10	20	50	100	200
⁵⁸ Ni	1	5	10	20	50	100	200
⁵⁹ Co	1	5	10	20	50	100	200
⁶³ Cu	1	5	10	20	50	100	200
⁶⁶ Zn	5	25	50	100	250	500	1 000
⁷⁵ As	0.5	2.5	5	10	25	50	100
⁷⁸ Se	1	5	10	20	50	100	200
⁸⁶ Sr	1	5	10	20	50	100	200
¹¹¹ Cd	0.5	2.5	5	10	25	50	100
¹²⁰ Sn	1	5	10	20	50	100	200
¹²¹ Sb	1	5	10	20	50	100	200
¹³⁸ Ba	1	5	10	20	50	100	200
²⁰² Hg	0.5	2.5	5	10	25	50	100
²⁰⁶ Pb	1	5	10	20	50	100	200

表 A.2 测量的同位素和内标元素

元素	Al	Sb	As	Ba	B	Cd	Cr	Cu	Co
同位素	²⁷ Al	¹²¹ Sb	⁷⁵ As	¹³⁸ Ba	¹¹ B	¹¹¹ Cd	⁵² Cr	⁶³ Cu	⁵⁹ Co
内标	⁷² Ge	¹¹⁵ In	⁷² Ge	¹¹⁵ In	⁷² Ge	¹¹⁵ In	⁷² Ge	⁷² Ge	⁷² Ge
元素	Mn	Ni	Se	Sr	Sn	Zn	Hg	Pb	—
同位素	⁵⁵ Mn	⁵⁸ Ni	⁷⁸ Se	⁸⁶ Sr	¹²⁰ Sn	⁶⁶ Zn	²⁰² Hg	²⁰⁶ Pb	—
内标	⁷² Ge	⁷² Ge	⁷² Ge	⁷² Ge	¹¹⁵ In	⁷² Ge	²⁰⁹ Bi	²⁰⁹ Bi	—

附录 B

(资料性附录)

电感耦合等离子体质谱仪工作条件

表 B.1 电感耦合等离子体质谱仪工作参数

仪器参数	7500 cx(Agilent)	NexION 300 (PerkinElmer)	X series II (ThermoFisher)
RF 功率/ W	1 500	1 600	1 350
气流量/ L/min	冷却气流量 15 辅助气流量 0.7 载气流量 1.0 补偿气流量 0.42	冷却气流量 17 辅助气流量 1.2 载气流量 0.96	冷却气流量 12.6 辅助气流量 1.0 载气流量 0.7
CCT 碰撞气流量 (mL/min)	4.0	4.4	3.50
采样深度/ mm	80	—	180
数据采集模式	跳峰模式	跳峰模式	跳峰模式
采集间隔	—	50 ms	50 ms
重复测量次数	3	3	3
积分时间/ s	B 和 Se 为 3;其他元素为 0.9	1	3

非商业性申明: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。