



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4354—2015

消费品中金属附件镍释放量 的快速筛选方法 显色法

Rapid screening method of nickel release from domestic consumer goods—
Coloration method

2015-12-04 发布

2016-07-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：叶曦雯、高永刚、牛增元、包大勇、张清智、王新、陈静。

消费品中金属附件镍释放量
的快速筛选方法 显色法

1 范围

本标准规定了消费品中金属附件镍释放量的快速筛选方法。
本标准适用于服装金属附件及仿真饰品等消费品中镍释放量的快速筛选。

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实验方法
GB/T 28485—2012 镀层饰品 镍释放量的测定 磨损和腐蚀模拟法

3 方法原理

在氧化剂存在条件下,镍(Ⅳ)离子在氨性介质中与丁二酮肟试剂形成樱桃红色络合物,利用该显色反应进行筛选判断。

4 试剂和材料

- 除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。
- 4.1 氨水(25%~28%)。
 - 4.2 盐酸($\rho=1.38\text{ g/mL}\sim1.40\text{ g/mL}$),分析纯。
 - 4.3 丁二酮肟。
 - 4.4 过硫酸铵。
 - 4.5 酒石酸钠。
 - 4.6 氟化钾。
 - 4.7 镍标准储备液:1 000 mg/L。
 - 4.8 丁二酮肟氨水溶液 10 g/L:称取 0.5 g 丁二酮肟(4.3),加氨水(4.1)溶解定容到 50 mL。
 - 4.9 盐酸溶液 6 mol/L:移取 25 mL 盐酸(4.2),用水定容至 50 mL。
 - 4.10 过硫酸铵溶液 40 g/L:称取 20 g 过硫酸铵(4.4),用水定容至 500 mL。
 - 4.11 酒石酸钠溶液 360 g/L:称取 180 g 酒石酸钠(4.5),用水定容至 500 mL。
 - 4.12 氟化钾溶液 350 g/L:称取 175 g 氟化钾(4.6),用水定容至 500 mL。
 - 4.13 镍标准工作溶液:吸取适量镍标准储备溶液(4.7),用盐酸溶液(4.9)稀释配成适当浓度的标准工作液。标准工作溶液的浓度可根据实际需要配制。

5 实验器具

- 5.1 塑料离心管:1.5 mL。

SN/T 4354—2015

5.2 滴管。

5.3 玻璃离心管:5 mL。

5.4 试管架。

5.5 玻璃表面皿。

6 样品制备

为了达到检测低限,样品表面积最小应该达到 1.0 cm^2 。如果必要,应使用多个相同部件以得到要求的最小表面积。

根据需要,将样品不同组成部分拆分成合适的大小,进行测试。

对于需要预先进行磨损和腐蚀处理的样品,参照 GB/T 28485—2012 中“试验过程”执行,再进行测试。

7 分析步骤

7.1 提取

将样品置于 5mL 玻璃离心管(5.3)中,滴加 1.0 mL 盐酸溶液(4.9),震荡反应 60 s。对于体积过大且不易拆分的样品,可将样品置于表面皿(5.5)中,用 1.0 mL 盐酸溶液反复淋洗 60 s。

7.2 显色

取反应液 3 滴到 1.5 mL 塑料离心管(5.1)中,用滴管(5.2)依次滴加 1 滴过硫酸铵溶液(4.10),1 滴酒石酸钠溶液(4.11),2 滴掩蔽剂 X 溶液(4.12)和 3 滴丁二酮肟氨水溶液(4.8)。观察溶液体系颜色变化。

随同实验进行镍标准工作溶液(4.13)显色实验,以确认掩蔽剂及显色剂的有效性。

7.3 检出限

本方法的检出限为 $0.02\text{ }\mu\text{g}/(\text{cm}\cdot\text{周})$ 。

7.4 筛选判断

滴加显色剂后,如果溶液颜色呈现樱桃红色(显色结果参见附录 A 中图 A.1),即表明该样品材料含镍。但镍释放量是否超过法规规定的限量值,需要利用确证方法进行准确的定性定量检测。

滴加显色剂后,如果溶液颜色没有变化,实验结果为阴性,表明样品中不含镍或镍释放量小于检出限。

8 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- 样品来源及描述;
- 使用的标准;
- 使用的测试方法;
- 测试结果;
- 任何偏离本标准的细节。

附 录 A
(资料性附录)
镍标准溶液显色图

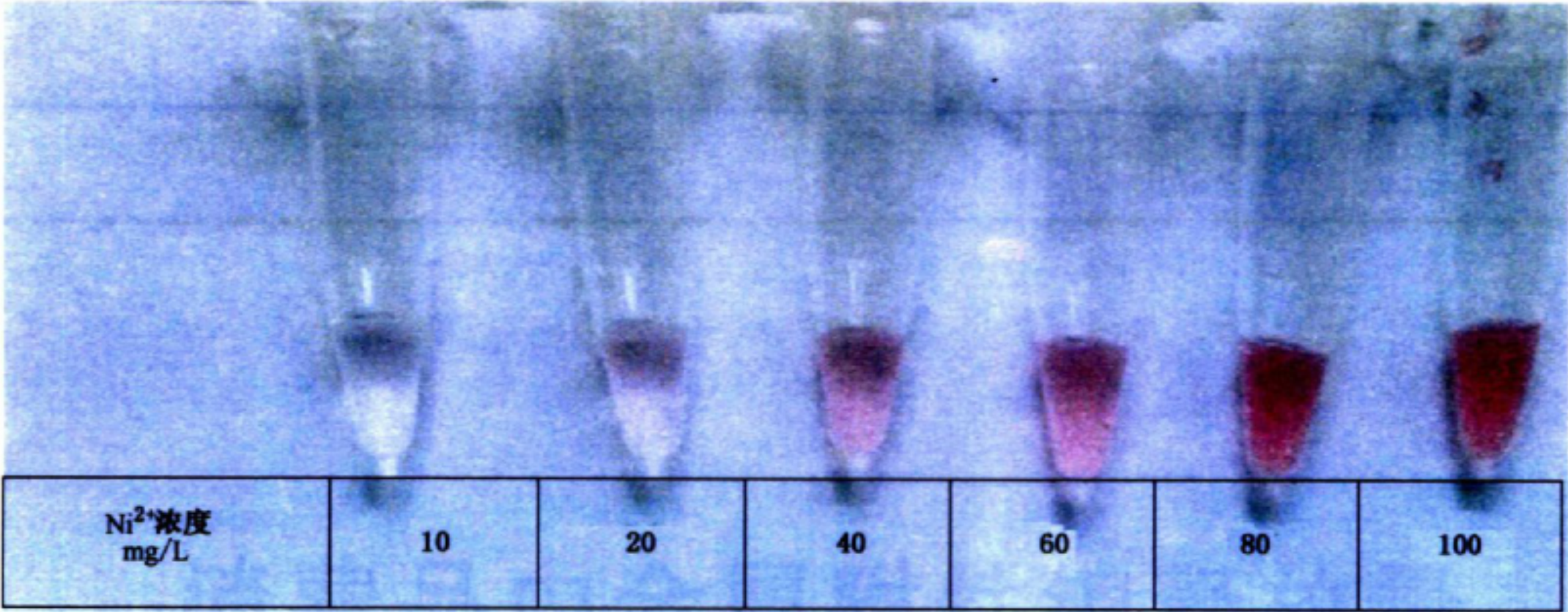


图 A.1 镍标准溶液显色图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
消费品中金属附件镍释放量
的快速筛选方法 显色法
SN/T 4354—2015

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)
总编室:(010)68533533
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 8 千字
2017 年 1 月第一版 2017 年 1 月第一次印刷
印数 1—1 100

*

书号: 155066 • 2-30870 定价 16.00 元



SN/T 4354-2015