



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4360—2015

纺织品 重金属(铅、镉、汞、镍)筛选方法 能量色散 X 荧光光谱法

Textile—Screening of heavy metals(Pb、Cd、Hg、Ni)—
Energy dispersive X-ray fluorescence spectrometric 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

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
纺织品 重金属(铅、镉、汞、镍)筛选方法
能量色散 X 荧光光谱法

SN/T 4360—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 10 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 · 2-30846 定价 14.00 元

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：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局、浙江理工大学。

本标准的主要起草人：吴俭俭、赵珊红、孙国君、陈海相、刘婷、谢维斌、阮毅、李艳。

纺织品 重金属(铅、镉、汞、镍)筛选方法
能量色散 X 荧光光谱法

警示——使用本标准的人员应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法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了纺织品重金属(铅、镉、汞、镍)测试方法——能量色散 X 荧光光谱法(即 ED-XRF 法)。
本标准适用于纺织品重金属(铅、镉、汞、镍)定量筛选。

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 7568.4 纺织品 色牢度试验 聚酯标准贴衬织物规格
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示与判定
GB/T 10629 纺织品 用于化学试验的实验室样品和试样的准备

3 原理

试样在设定条件下,用能量型 X 射线荧光光谱仪测定试样中重金属(铅、镉、汞、镍)的释放能量,对照相应元素的标准工作曲线,计算样品中重金属的含量。

4 试剂和材料

4.1 试剂

除非另有说明,在分析中所用试剂均为分析纯。

- 4.1.1 硝酸铅。
- 4.1.2 四水合硝酸镉。
- 4.1.3 硝酸。
- 4.1.4 六水合硝酸镍。
- 4.1.5 无水四硼酸。

4.2 材料

- 4.2.1 聚酯纤维标准贴衬织物,符合 GB/T 7568.4 的要求。
- 4.2.2 铅(Pb)元素标准贮备物(10 000 mg/kg),称取 0.016 g 硝酸铅(4.1.1)置于陶瓷碾钵中,加入 0.984 g 无水四硼酸锂,迅速充分碾磨均匀。
- 4.2.3 镉(Cd)元素标准贮备物(10 000 mg/kg)。

SN/T 4360—2015

4.2.4 汞(Hg)元素标准贮备物(10 000 mg/kg),称取 0.016 g 硝酸汞(4.1.3)置于陶瓷碾钵中,加入 0.974 g 无水四硼酸锂,迅速充分碾磨均匀。

注:硝酸汞有剧毒,储存及配制时应注意防护。

4.2.5 镍(Ni)元素标准贮备物(10 000 mg/kg),称取 0.050 g 六水合硝酸镍(4.1.4)置于陶瓷碾钵中,加入 0.960 g 无水四硼酸锂,迅速充分碾磨均匀。

5 仪器及设备

- 5.1 X 荧光光谱分析仪(EDX 型)。
- 5.2 电子分析天平(感量为 0.1 mg)。
- 5.3 剪刀。
- 5.4 压片机:压力不小于 20 t,模具直径 10 mm~20 mm。
- 5.5 陶瓷碾钵。

6 试验程序

6.1 系列标准物制备

称取一定量聚酯纤维标准贴衬织物,充分剪碎至约 2 mm,加入 10 000 mg/kg 标准贮备物,用陶瓷碾钵碾磨均匀后压片,制成浓度范围为 50 mg/kg~1 000 mg/kg 的标准物(至少 5 个浓度)。

6.2 标准工作曲线制备

根据仪器设备和所测重金属选择合适的测定条件和能量范围,输入标准品信息,依次将系列标准物放入仪器测试,制备重金属标准工作曲线,以重金属含量为 X 轴、重金属测试强度为 Y 轴。

注:部分 X-荧光光谱仪的测试条件参见附录 A。

6.3 测试

试样应能具有代表性,符合 GB/T 10629 的规定。一般试样无需裁剪取样及预处理,保持样品表面无杂质,直接测定。将试样放置于仪器测试口,测试条件和能量范围与标准物相同,随机取两点测试,对照标准曲线读取试样中重金属浓度。如果发现试样存在不均匀性,则应增加测试点。

7 结果计算

试样中重金属含量,可按式(1)计算:

$$X_i = \frac{I_i - b}{a} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_i ——试样中重金属元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- a ——重金属元素标准工作曲线的斜率,单位为毫克每千克或个每秒每微安[(mg/kg)/(cps/μA)];
- I_i ——重金属元素测试强度,单位为个每秒每微安(cps/μA);
- b ——重金属元素标准工作曲线的截距,单位为毫克每千克(mg/kg)。

取测试结果的算术平均值作为试验结果,数值按照 GB/T 8170 修约至个位。

8 测定低限、精密度

8.1 测定低限

本方法的测定低限见表 1。

表 1 纺织品重金属元素测定低限

元 素	测定低限/(mg/kg)
铅(Pb)	50
镉(Cd)	50
汞(Hg)	50
镍(Ni)	50
注：不同仪器的测定低限会有差异，本方法测定低限仅供参考。	

8.2 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%，以大于这两个测定值的算术平均值的 20%的情况不超过 5%为前提。

9 定量筛选评价

- 9.1 当测试结果低于表 1 所列出的测定低限时，试验结果以<50 mg/kg 表示。
- 9.2 当测试结果高于或等于表 1 所列出的测定低限时，根据限量要求可选用其他合适方法验证确认。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

- a) 试样来源及描述；
- b) 采用的仪器及方法；
- c) 试验结果；
- d) 任何偏离本标准的细节；
- e) 试验日期。

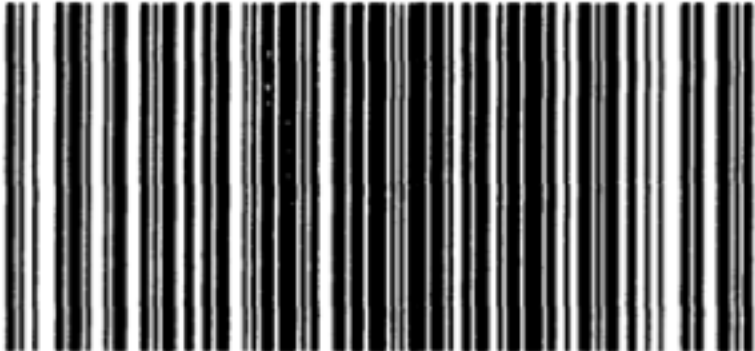
附 录 A
(资料性附录)
常见 X-荧光光谱仪的测试条件

表 A.1 光谱仪测试条件

光阑	气氛	旋转
10 mm	空气	否

表 A.2 元素测试条件

元 素		Cd	Pb	Hg	Ni
测定条件	X 射线管靶	Rh	Rh	Rh	Rh
	电压	50 kV	50 kV	50 kV	50 kV
	电流	100 μ A	100 μ A	100 μ A	100 μ A
	滤光	Mo	Ni	Ni	无
	积分时间	Live time 100 s	Live time 100 s	Live time 100 s	Live time 100 s
	DT/%	25	25	25	25
能量范围	谱线	CdKa	PbLb1	HgLa	NiKa
	能量/keV	23. 14	12. 62	9. 98	7. 48
	应用范围/keV	0~40	0~40	0~40	0~40
	强度计算	拟合	拟合	拟合	拟合
	分析范围/keV	22. 74~23. 54	12. 42~12. 82	9. 78~10. 18	7. 28~7. 68



SN/T 4360-2015

书号:155066 • 2-30846
定价: 14.00 元