

ICS 39.060
Y 88



中华人民共和国国家标准

GB/T 28021—2011

饰品 有害元素的测定 光谱法

Adornment—Determination of baneful elements—Method of spectrometry

2011-10-31 发布

2012-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国首饰标准化技术委员会(SAC/TC 256)归口。

本标准起草单位：国家首饰质量监督检验中心。

本标准主要起草人：李素青、李玉鹏、李武军。

饰品 有害元素的测定 光谱法

1 范围

本标准规定了饰品中有害元素的含量及溶出量的光谱测定方法。

本标准适用于饰品中有害元素的含量及溶出量的测定。

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 28480 饰品 有害元素限量的规定

3 方法原理

对于金属材质的饰品,直接采用常规酸消解方法处理;对其他材质的饰品,采用密闭高温压力罐——酸消解法处理。样品中的砷、铅、汞、镉成为可溶性盐类溶解在酸消解液中,将消解液定容后,可用火焰原子吸收光谱法、电感耦合等离子体光谱法测定。

将需测试锑、砷、钡、镉、铬、铅、汞和硒的溶出量的样品浸入一定浓度的盐酸溶液中 2 h,模拟样品在吞咽后与胃酸持续接触一段时间的条件。溶入盐酸溶液的锑、砷、钡、镉、铬、铅、汞和硒离子浓度可用火焰原子吸收光谱法、电感耦合等离子体光谱法测定。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 4.1 硝酸,质量分数为 65%~68%, $\rho=1.40$ g/mL。
- 4.2 硝酸,(1+1)。
- 4.3 盐酸,质量分数为 36%~38%, $\rho=1.19$ g/mL。
- 4.4 盐酸,(0.07±0.005)mol/L,(1+169)。
- 4.5 王水,硝酸(4.1)+盐酸(4.4)=1+3。
- 4.6 王水,王水(4.5)+水=1+19。
- 4.7 过氧化氢,质量分数为 30%。
- 4.8 氢氟酸。
- 4.9 锑、砷、钡、镉、铬、铅、汞和硒标准储备溶液,100 mg/L~1 000 mg/L。

5 仪器

常用实验室仪器和以下各项。

- 5.1 分析光谱仪,仪器经优化后,能满足如下要求:精密度 1%,所测元素的检出限优于 0.2 mg/L。推荐使用火焰原子吸收光谱仪(AAS)或电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP)。

- 5.2 烘箱,0 °C~200 °C,控温精度±2 °C。
- 5.3 压力罐,聚四氟乙烯压力罐,或不锈钢压力罐(聚四氟乙烯内胆)。
- 5.4 分析天平,感量 0.1 mg,精度等级二级。
- 5.5 破碎设备,电锯、研磨机、金属切割机等。
- 5.6 带盖的容器,不含有害元素,总容量为盐酸溶液提取剂的 1.6 倍~5.0 倍。

6 有害元素含量的测定

6.1 样品制备

6.1.1 金属材质

将样品处理成直径不超过 1 mm,长度不超过 5 mm 的碎屑或细条。

6.1.2 其他材质

用电锯、研磨机等破碎设备将样品研磨成粒径不超过 1 mm 的粉末样。

6.2 样品消解

6.2.1 常规酸消解法

本方法适用于 6.1.1 所指样品。

称取样品 0.3 g~0.5 g 两份,精确到 0.1 mg,置于烧杯或锥形瓶中,对于金、铂、钯样品加入王水(4.5)10 mL,其他金属材质加入硝酸(4.2)8 mL,放在电热板或电炉上加热,盖上表面皿。待样品完全溶解后,冷却。加入盐酸(4.3)10 mL,放在电热板或电炉上微热 1 h,冷却,并转移到 100 mL 容量瓶中,用水洗涤并定容至刻度。同时做试剂空白试验。

银含量>5%的样品,加入盐酸后应静置 1 h,将氯化银过滤,再转移,定容。

注:对于非贵金属材质样品铅含量的测试不需加入盐酸。

6.2.2 压力罐消解法

本方法适用于 6.1.2 所指样品。

称取样品 0.3 g~0.5 g 两份,精确到 0.1 mg,置于压力罐(5.3)中,加入硝酸(4.1)8 mL,2 mL 过氧化氢(4.7),对于玻璃、陶瓷等含硅较多的材质,应补加氢氟酸(4.8)3 mL。盖上盖子并拧紧,置于烘箱(5.2)中,在 180 °C±5 °C 加热 4 h。待压力罐冷却至室温后,将消解液转移至 100 mL 容量瓶中,用水洗涤压力罐及盖 3 次~4 次,将洗涤液并入容量瓶中,用水稀释至刻度。如果溶液不清亮或有沉淀产生,过滤,保留滤液待测。同时做试剂空白试验。

6.2.3 其他消解方法

经方法验证可行,可选用其他消解方法,如微波消解法、酸湿式消解法、灰化法等手段处理 6.1.2 所指样品及采用 6.2.1 方法未能完全消解的样品。

6.3 测定

6.3.1 AAS 法

6.3.1.1 工作曲线法

用王水(4.6)逐级稀释砷、汞、铅、镉标准储备溶液(4.9),配成下列校准溶液系列:

砷(mg/L):0,1.0,2.0,3.0,5.0,10.0。

汞(mg/L):0,1.0,2.0,3.0,5.0,10.0。

铅(mg/L):0,0.1,0.2,0.3,0.5,1.0。

镉(mg/L):0,0.1,0.2,0.3,0.5,1.0。

用原子吸收光谱仪(5.1)测定校准溶液的吸光度,以吸光度值对应校准溶液浓度值绘制工作曲线。

同时测定消解液(6.2)中的吸光度。如果消解液中砷、汞、铅、镉的浓度超出工作曲线最高点浓度值,则应对消解液进行适当稀释后再测定。根据工作曲线和消解液的吸光度值,原子吸收光谱仪自动给出消解液中待测元素的浓度值。

6.3.1.2 标准加入法

从消解液(6.2)中分取5等份相同体积的溶液到5个容量瓶中,分别加入经适当稀释的标准储备溶液(4.9),并用水定容至相同体积,使溶液中砷、汞、铅、镉的加入浓度分别为:

砷(mg/L):0,1.0,2.0,3.0,5.0。

汞(mg/L):0,1.0,2.0,3.0,5.0。

铅(mg/L):0,0.1,0.2,0.3,0.5。

镉(mg/L):0,0.1,0.2,0.3,0.5。

测定这些溶液的吸光度,以吸光度值对应加标浓度值绘制工作曲线,工作曲线的吸光度值为零时对应的浓度值即为消解液中待测元素的浓度。

6.3.2 ICP法

6.3.2.1 测试分析线

推荐测试分析线参见附录A。

注:除附录中所列波长外,也可使用其他波长,但要注意光谱干扰。

6.3.2.2 预先测试

确定试样溶液中各杂质元素的近似含量。

校正溶液中测试元素的浓度不应小于试样溶液中元素的实际浓度。

6.3.2.3 准确测定

根据6.3.2.2测试结果,分别加入测试元素的标准储备溶液(4.9)于100 mL容量瓶中,用王水(4.6)稀释至刻度,摇匀,配制成高标、低标校正溶液。

测试元素高标与低标的浓度间隔:镉不大于5 mg/L,其他元素不大于20 mg/L。

在等离子光谱仪上对试样溶液(6.2)与校正溶液进行测定。用王水(4.6)作“零点”校正溶液。

6.4 结果的表示

样品中砷、铅、汞、镉的含量以质量分数 w 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(c_1 - c_0) \cdot V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

w ——试样砷、汞、铅、镉的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 ——试样消解液中砷、汞、铅、镉的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——试剂空白消解液中砷、汞、铅、镉的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样消解液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样称样质量,单位为克(g)。

计算结果表示到个位。

7 有害元素溶出量的测定

7.1 提取液的制备

将待测样品用分析天平(5.4)称量后,精确至 0.1 mg,放入适当的带盖的容器(5.6)内,加入足量温度为 37 °C ± 2 °C 的盐酸溶液(4.4),以使溶液能正好完全浸渍样品。将容器盖上后,放置在能控温的烘箱(5.2)内,于 37 °C ± 2 °C 下静置 2 h。

接着将待测样品取出并用少量去离子水冲洗,冲洗液并入溶液中。将溶液定量地移入一个经过酸洗的大小适当的容量瓶中。容量瓶大小的选定应考虑测定时所用仪器的检测限。

如果配制好的溶液在进行分析测试前的保存时间超过一个工作日,应用盐酸(4.3)加以稳定,使保存的溶液盐酸浓度约为 1 mol/L。

同时做试剂空白试验。

7.2 测定

按照 6.3 的方法,以盐酸(4.4)作为零点校正溶液和定容溶液,用分析光谱仪(5.1)测定提取液(7.1)中的锑、钡、硒、砷、铅、汞、镉或铬的浓度。

应用 AAS 测定时,锑、钡、硒或铬的校正溶液系列如下:

锑(mg/L):0,1.0,2.0,3.0,5.0。

钡(mg/L):0,1.0,2.0,3.0,5.0。

硒(mg/L):0,1.0,2.0,3.0,5.0。

铬(mg/L):0,1.0,2.0,3.0,5.0。

7.3 结果的表示

7.3.1 有害元素溶出量的计算

样品中有害元素的溶出量以质量分数 w 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$w = \frac{(c_1 - c_0) \cdot V}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w ——试样中锑、钡、硒、砷、铅、汞、镉或铬的溶出量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 ——试样提取液中锑、钡、硒、砷、铅、汞、镉或铬的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——试剂空白提取液中锑、钡、硒、砷、铅、汞、镉或铬的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样提取液定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样称样质量,单位为克(g)。

计算结果表示到个位。

7.3.2 结果说明

由于本标准规定的测试方法的精确度的原因,在考虑实验室之间测试结果时需要一个经校正的分析结果。从 7.3.1 计算得到的分析结果应减去表 1 中的分析校正值,以得到校正后的分析结果。

凡饰品的分析结果校正值低于或等于 GB 28480 表 2 中的最大限量,则被认为是符合 GB 28480 的要求。

表 1 各元素分析校正系数

以%表示

| 元素 | 锑 Sb | 砷 As | 钡 Ba | 镉 Cd | 铬 Cr | 铅 Pb | 汞 Hg | 硒 Se |
|--------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 分析校正系数 | 60 | 60 | 30 | 30 | 30 | 30 | 50 | 60 |

示例：

铅的分析结果为 100 mg/kg,表 1 中的分析校正系数为 30%,则：

分析结果校正值=100-100×30%=100-30=70(mg/kg),这个结果被认为符合 GB 28480 的要求。

8 试验报告

试验报告应至少包括以下信息：

- 样品的识别：包括样品来源、接收日期和形状；
- 使用的标准(包括发布或出版年号)；
- 使用的方法；
- 样品中有害元素的含量或溶出量,按 6.4 和 7.3 的规定计算；
- 如有必要,与此标准方法规定的分析步骤的差异；
- 测试过程中任何异常情况的记录；
- 测试日期；
- 完成分析的实验室签章；
- 实验室负责人及操作人员的签名。

附录 A
(资料性附录)
推荐分析测试线

各元素推荐的波长见表 A.1。

表 A.1 各元素推荐的波长

单位为纳米

| 元素 | 波长 | 其他可用波长 |
|----|---------|---------|
| 铅 | 220.353 | 216.999 |
| 镉 | 226.502 | 228.802 |
| 铬 | 283.563 | 284.325 |
| 砷 | 193.696 | 189.042 |
| 铈 | 206.833 | 217.581 |
| 硒 | 196.090 | 203.985 |
| 汞 | 184.887 | 194.164 |
| 钡 | 455.403 | 233.527 |

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饰 品 有 害 元 素 的 测 定 光 谱 法
GB/T 28021—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

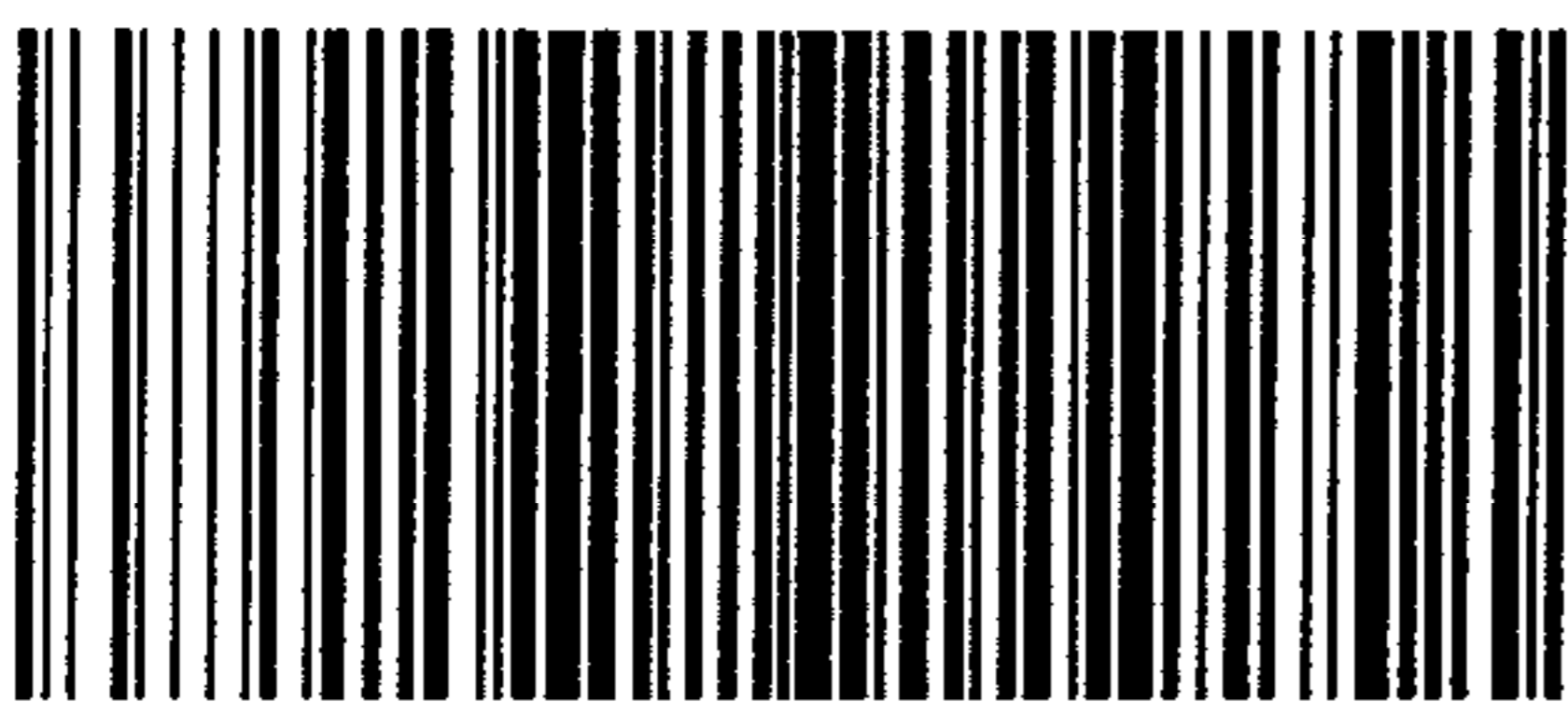
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2012年6月第一版 2012年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-45170

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 28021-2011