

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3339—2012



科学、公正、高效、快捷

中正检测

浙江中正检测技术服务有限公司

### 进出口纺织品中重金属总量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of heavy metal content on import and export textile—  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method(ICP-AES)

2012-12-12 发布

2013-07-01 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。

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。

本标准主要起草人：徐敏、曾嘉欣、张卓、麦晓霞、任忠海、肖金凤、姜开明。

# 进出口纺织品中重金属总量的测定

## 电感耦合等离子体发射光谱法

### 1 范围

本标准规定了纺织品中重金属元素铅(Pb)、镉(Cd)、镍(Ni)、铬(Cr)、钴(Co)、铜(Cu)、锑(Sb)、砷(As)、汞(Hg)九种元素的总量的电感耦合等离子体发射光谱法测定方法。

本标准适用于各种纺织品材料。

### 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

### 3 原理

试样加入浓硝酸、浓盐酸和过氧化氢,采用微波消解,将消解液定容,用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)测定溶液中铅(Pb)、镉(Cd)、镍(Ni)、铬(Cr)、钴(Co)、铜(Cu)、锑(Sb)、砷(As)、汞(Hg)九种元素的浓度,计算试样中重金属总量。

### 4 试剂

除非另有规定,仅使用优级纯试剂。所用水至少达到 GB/T 6682 规定的三级纯度蒸馏水或去离子水的要求。

4.1 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

4.2 过氧化氢( $\rho=1.11$  g/mL)。

4.3 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)。

4.4 铅、镉、镍、铬、钴、铜、锑、砷、汞标准储备溶液(100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):按 GB/T 602 配制或直接购买有证标准物质。

4.5 硝酸-盐酸混合溶液:量取 120 mL 硝酸(4.1),缓缓倒入 840 mL 水中,再量取 40 mL 盐酸溶液(4.3)一并混匀。

4.6 铅、镉、镍、铬、钴、铜、锑、砷、汞标准工作溶液:分别吸取 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL 铅、镉、镍、铬、钴、铜、锑、砷、汞标准储备溶液(4.4)于一组 100 mL 塑料容量瓶中,后用硝酸-盐酸混合溶液(4.5)稀释至刻度,混匀。此标准溶液系列浓度分别为:0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。标准工作溶液在 4  $^{\circ}\text{C}$  以下避光保存,有效期为 1 个月。

### 5 仪器设备

5.1 高压密闭微波消解仪,配聚四氟乙烯或其他合适的压力罐(最大工作压力不小于 7 MPa)。

- 5.2 电感耦合等离子体发射光谱仪。
- 5.3 分析天平:感量为 0.01 g 和 0.1 mg。
- 5.4 容量瓶:50 mL、100 mL, A 级。
- 5.5 抽滤过滤器,配 0.45 μm 的过滤膜。

## 6 试样准备

试样应对整体具有代表性,应包含组成织物的各种纱线和纤维成分,试样数量应足够供试验用。将试样剪成不大于 5 mm×5 mm 的碎片,混匀。每个试样至少两份。

## 7 试验步骤

### 7.1 试样消解

称量均匀试样约 0.2 g,精确至 0.01 g,置于微波消解罐内,加入 6.0 mL 硝酸(4.1),1.0 mL 过氧化氢(4.2),2.0 mL 盐酸(4.3),1.0 mL 去离子水。将消解罐封闭,参照附录 A 给出的微波消解程序进行消解。

消解罐冷却至室温后,打开消解罐,将消解溶液转移至 50 mL 的容量瓶中,用蒸馏水洗涤消解内罐和内盖 3 次,将洗涤液并入容量瓶中,用蒸馏水定容至刻度,过滤。滤液尽快用仪器分析。

### 7.2 空白试验

不加试样,按照与试样处理(7.1)相同的操作步骤进行空白试验。

### 7.3 测定

#### 7.3.1 绘制校准曲线

在确定的仪器工作条件(参见附录 B)下,按照由低至高依次测定系列标准工作溶液,绘制校准曲线,校准曲线的线性相关系数  $r$  应大于等于 0.999。

#### 7.3.2 测定

在与 7.3.1 相同条件下测量所得的试样溶液和空白试验溶液,根据工作曲线和消解溶液的谱线强度值,仪器给出消解溶液中待测元素的浓度值。

如果消解溶液中元素的浓度超出校准曲线的线性范围,则应该对消解溶液用硝酸-盐酸混合溶液(4.5)进行适当稀释至校准曲线范围水平后再测定。

## 8 计算

试样中各元素的含量按式(1)计算:

$$X_i = \frac{(c_i - c_{i0}) \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $X_i$  ——试样中重金属  $i$  的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $c_i$  ——试样溶液中重金属  $i$  的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- $c_{i0}$  ——空白溶液中重金属  $i$  的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$V$  ——试样消解液定容体积,单位为毫升(mL);

$m$  ——试样质量,单位为克(g)。

试样中重金属的总量以各元素的质量分数  $X_i$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示。修约至 0.1 mg/kg。

## 9 分析波长和检出限

9种重金属元素的分析波长和检出限见表1。

表1 元素的分析波长和检出限

元素	分析波长 nm	检出限 mg/kg
Pb	220.353	5
Cd	214.438	5
Ni	231.604	5
Cr	267.716	5
Co	228.616	5
Cu	327.393	5
Sb	206.836	5
As	193.696	10
Hg	194.168	10

## 10 精密度

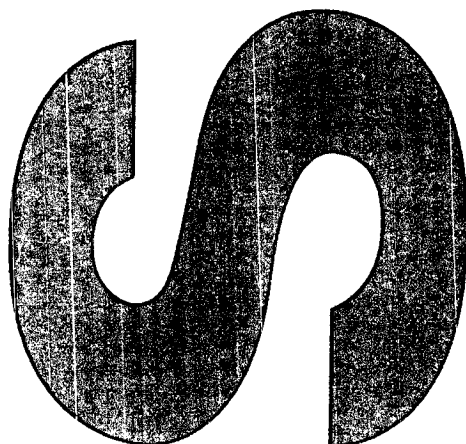
方法的精密度数据参见附录C。

附录 A  
(资料性附录)

高压密闭微波消解仪工作条件

表 A.1 微波消解样品的温度控制程序

步骤	时间 min	温度 ℃
升温 1	5	130
恒温 2	5	130
升温 3	5	180
恒温 4	5	180
升温 5	5	220
恒温 6	35	220
降温 7		—

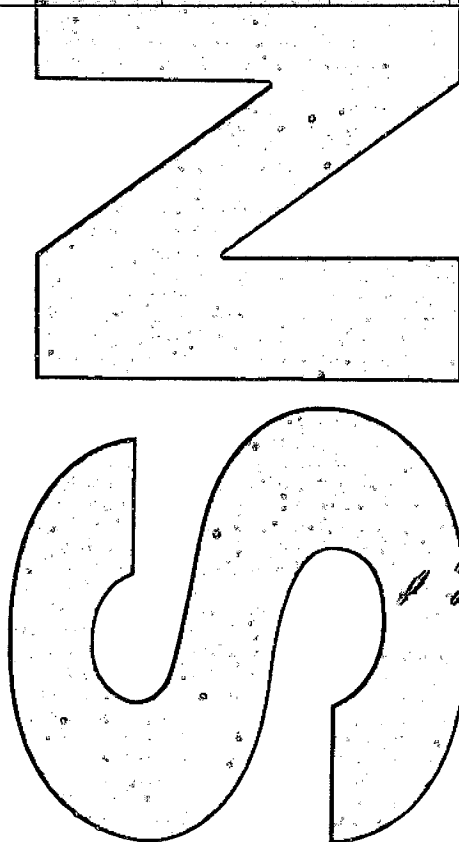


**附录 B**  
(资料性附录)

**电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件<sup>1)</sup>**

**表 B.1 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件**

工作条件	等离子气流量 L/min	辅助气流量 L/min	雾化气流量 L/min	RF 功率 W	试液提升量 mL/min	积分时间 s	观测 方式
设定参数	15	0.8	0.2	1 300	1.0	1~5	轴向



1) 非商业性声明:附录 B 所列参考电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件是在 Optima 7 000 DV 电感耦合等离子体发射光谱仪上完成的,此处列出试验用仪器型号仅为提供参考,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)

## 从实验室间试验结果得到的精密度数据

由 7 家实验室对 3 个标准加入水平的试样进行测定,按 GB/T 6379.2 计算精密度,结果见表 C.1。

表 C.1 方法的精密度

元素	Pb	Cd	Ni	Cr	Co	Cu	Sb	As	Hg
重复性标准差 $S_r$	1.83	1.88	1.35	2.12	1.90	1.50	1.79	2.09	1.54
再现性标准差 $S_R$	2.44	2.95	2.66	3.58	2.48	3.03	3.07	2.82	3.69



中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
进出口纺织品中重金属总量的测定  
电感耦合等离子体发射光谱法  
SN/T 3339—2012

\*

中国标准出版社出版  
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)  
总编室:(010)64275323

网址 [www.spc.net.cn](http://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 0.75 字数 14 千字  
2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷  
印数 1—1 600

\*

书号: 155066·2-25413 定价 16.00 元



SN/T 3339-2012