

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3375—2012

安全套中滑石粉的测定

Determination of the talc powder in condom

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。

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：中华人民共和国广东出入境检验检疫局检验检疫技术中心。

本标准主要起草人：曾嘉欣、梁莹、黄美仪、李彩均、萧达辉、郭仁宏、张志辉、岑玉钿、罗小云。

安全套中滑石粉的测定

1 范围

本标准规定了分别采用红外光谱定性筛选法和电感耦合等离子体原子发射光谱法对安全套中滑石粉进行定性和定量测定的方法。

本标准适用于安全套中滑石粉的定性及定量测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 定性方法(红外光谱定性筛选法)

3.1 原理

采集安全套样品表面的红外光谱,与滑石粉的标准光谱相比较,分辨样品光谱是否具有滑石粉的特征吸收波长,从而判断样品是否含有滑石粉禁用物质。

3.2 试剂

3.2.1 溴化钾(KBr),光谱纯。

3.2.2 滑石粉,医药食品级,2 000 目。

3.3 仪器设备和材料

3.3.1 傅立叶变换红外光谱仪,波数范围 $4\ 000\ \text{cm}^{-1} \sim 400\ \text{cm}^{-1}$,最小分辨率 $0.3\ \text{cm}^{-1}$,配备衰减全反射(ATR)测定装置。

3.3.2 分析天平:感量 $0.1\ \text{mg}$ 。

3.3.3 玛瑙研钵。

3.3.4 红外压片机。

3.3.5 鼓风干燥箱,温度 $120\ ^\circ\text{C}$ 可控。

3.3.6 红外线快速干燥箱。

3.3.7 玻璃干燥器。

3.3.8 不锈钢筛,200 目。

3.3.9 剪刀。

3.4 样品准备

3.4.1 溴化钾的预处理

将光谱纯级的溴化钾(3.2.1)用玛瑙研钵(3.3.3)充分研磨,过不锈钢筛(3.3.8),收集筛下颗粒,置

于鼓风干燥箱(3.3.5)120℃中至少4h,然后存放于玻璃干燥器(3.3.7)中。

3.4.2 滑石粉的处理

将滑石粉(3.2.2)置于红外线快速干燥箱(3.3.6)内,快速烘干。称取1mg~2mg烘干的滑石粉(3.2.2)粉末,加入200mg经3.4.1处预处理的溴化钾干燥粉末放在玛瑙研钵中充分研磨均匀,直至混合物无明显样品颗粒为止。以上操作应在红外线快速干燥箱(3.3.6)内完成。将上述混合物用红外压片机(3.3.4)进行压片,加压不超过14MPa,压制成透明薄片,待测。

3.4.3 安全套样品的处理

取1个安全套代表性样品,分别在距离安全套的闭口端和开口端1cm的范围,用剪刀裁取尺寸约20mm×20mm的单层薄膜,保持样品表面平整、表面物质无跌落,待测。以上操作应在红外线快速干燥箱(3.3.6)内完成。

3.5 分析步骤

3.5.1 滑石粉标准物质的红外光谱采集

把3.4.2步骤制备好的试片放入红外光谱仪(3.3.1)的样品架。以空气为背景,采集4000 cm^{-1} ~400 cm^{-1} 间光谱。

3.5.2 安全套样品的红外光谱采集

把3.4.3步骤制备好的安全套样品放在ATR棱镜上,分别在安全套的内表面和外表面选取至少2个部位进行采集。以空气为背景,采集4000 cm^{-1} ~400 cm^{-1} 间光谱。

3.6 光谱分析

将样品红外光谱进行适当的ATR校正等数据处理,对比样品红外光谱和基体聚合物的标准红外光谱,对照滑石粉标准物质红外光谱,观察样品图谱在4000 cm^{-1} ~400 cm^{-1} 间是否具有滑石粉标准物质红外光谱中的Si—O—Mg等特征官能团振动吸收的特征组峰,参见附录A,对样品中是否含有滑石粉进行定性判别,参见附录B判别示例。

4 定量方法(电感耦合等离子体原子发射光谱法)

4.1 原理

滑石粉主要成分是天然的水合硅酸镁($3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$),不溶于混合酸(硝酸+高氯酸),可与四氟硼酸反应生成溶于水的镁盐。试样进行微波消解处理,试液用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定,计算试样中滑石粉含量。

4.2 试剂

除非另有规定,仅使用分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的三级水。

4.2.1 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

4.2.2 高氯酸($\rho=1.76\text{ g/mL}$)。

4.2.3 四氟硼酸(40%)。

4.2.4 硝酸-四氟硼酸混合溶液:量取100 mL硝酸(4.2.1),缓缓倒入870 mL水中,再量取30 mL四氟硼酸溶液(4.2.3)一并混匀,得硝酸-四氟硼酸混合溶液。

4.2.5 镁标准储备溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):使用有证标准物质。

4.2.6 镁标准工作溶液:分别吸取一定体积的镁标准储备溶液(4.2.5)于一组 100 mL 塑料容量瓶中,用硝酸-四氟硼酸混合溶液(4.2.4)稀释至刻度,混匀。使其浓度满足表 1 要求。

表 1 标准工作溶液系列浓度

单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)

系列号	0	1	2	3	4
镁(Mg)	0	1	2	5	10

4.3 仪器设备

4.3.1 高压密闭微波消解仪。

4.3.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

4.3.3 分析天平:感量 0.1 mg。

4.3.4 塑料容量瓶:50 mL、100 mL。

4.4 试样准备

试样应具有代表性。先用剪刀将安全套以储精囊为中心大致剪为四份,取任意一份再等分为两份,一份用作测试,一份用作空白试验。

4.5 试验步骤

4.5.1 试样消解

称量均匀试样约 0.2 g,精确到 0.001 g,置于微波消解罐内,分别加入 5.0 mL 硝酸(4.2.1),1.0 mL 高氯酸(4.2.2),1.5 mL 四氟硼酸(4.2.3),1.0 mL 去离子水。将消解罐封闭,参照附录 C 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 的塑料容量瓶(4.3.4)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。

4.5.2 空白试验

称取与试样相同的试样量,按照与试样处理(4.5.1)相同的操作步骤进行空白试验。只加入 5.0 mL 硝酸(4.2.1),1.0 mL 高氯酸(4.2.2),2.0 mL 去离子水,不加四氟硼酸(4.2.3)。

4.5.3 测定

4.5.3.1 绘制校准曲线

仪器工作条件参见附录 D,以 285.213 nm 为镁元素的分析波长,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 应大于或等于 0.995。

4.5.3.2 测定

在与 4.5.3.1 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。

如果消解溶液中镁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-四氟硼酸混合溶液(4.2.4)进行适当稀释至校准曲线范围水平后再测定。

4.6 计算

试样中滑石粉的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V_1 \times f \times 5.27}{m_1 \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X —— 试样中滑石粉的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c₁ —— 测定用试样溶液中镁的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- c₀ —— 测定用空白溶液中镁的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V₁ —— 试样消解液定容体积,单位为毫升(mL);
- f —— 试样消解液稀释倍数;
- 5.27 —— 镁换算为滑石粉(3MgO · 4SiO₂ · H₂O 相对分子质量 379.3)的系数;
- m₁ —— 试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

4.7 检测限

本方法镁的检测限为 10 mg/kg。

5 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 试样描述;
- b) 使用的标准(说明采用定性方法或定量方法);
- c) 试验结果;
- d) 偏离标准的差异;
- e) 在试验中观察到的异常现象;
- f) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)

滑石粉和天然乳胶(聚异戊二烯)的红外光谱

A.1 红外光谱仪的测定条件

A.1.1 干涉仪动镜移动速度=0.632 9 cm/s。

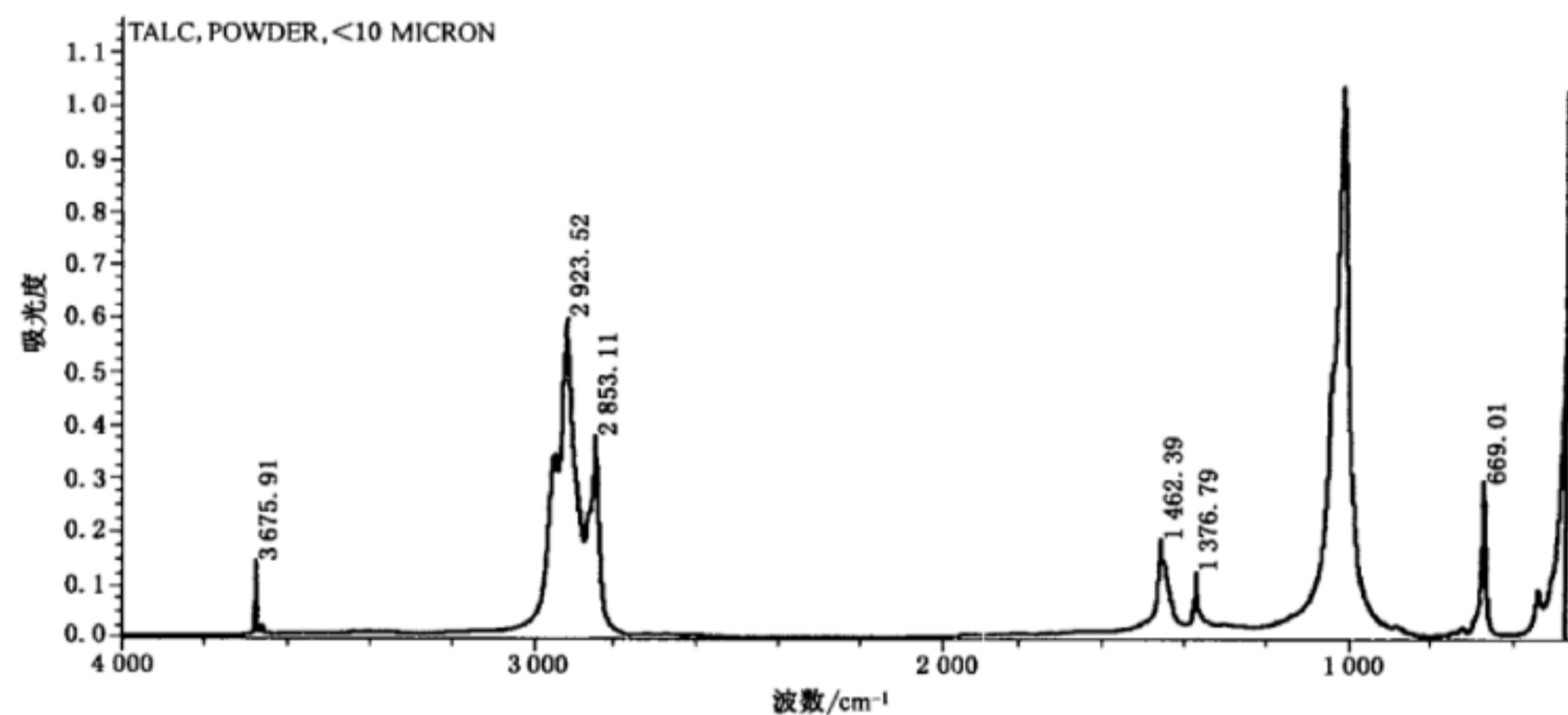
A.1.2 光栅孔径=100%。

A.1.3 分辨率=4 cm⁻¹。

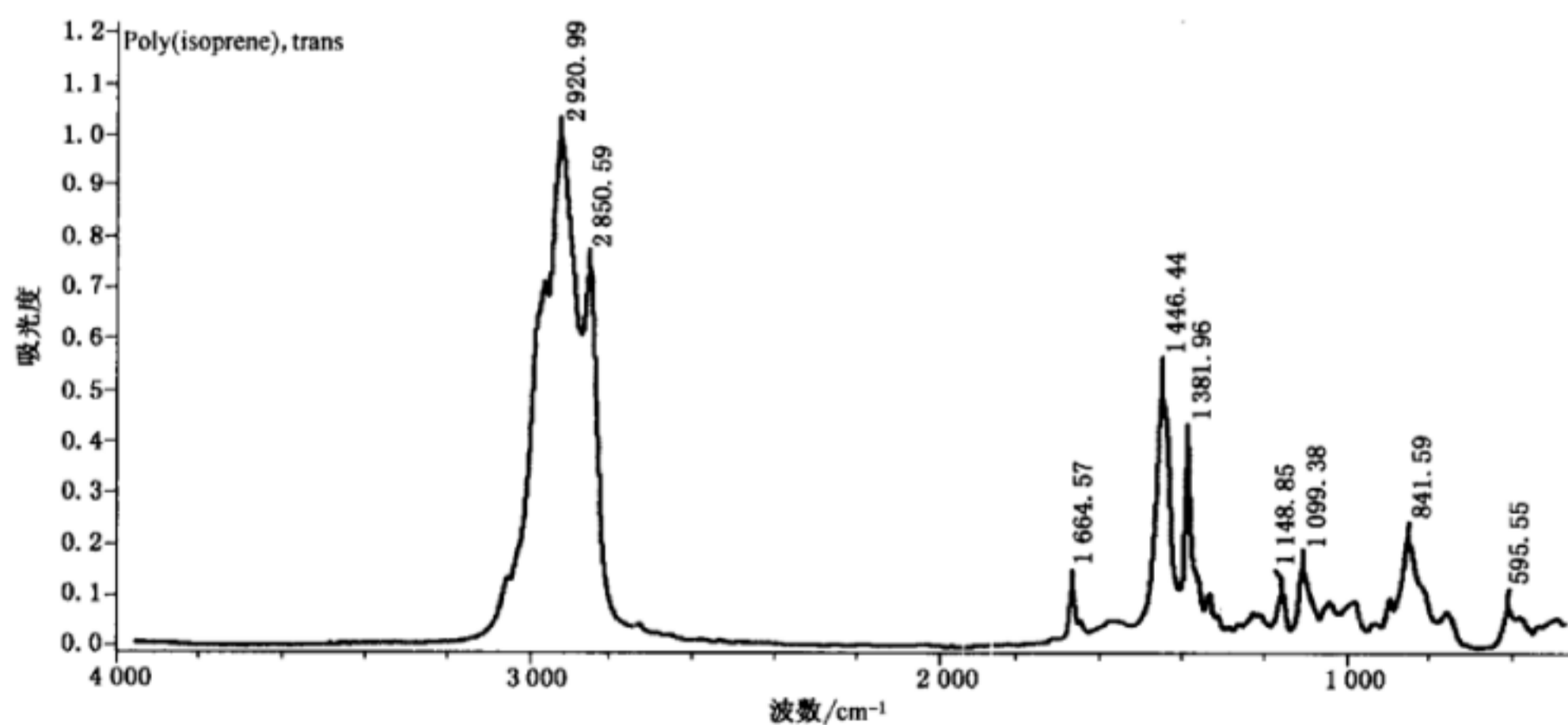
A.1.4 扫描次数=32。

A.2 红外光谱图

滑石粉和天然乳胶(聚异戊二烯)的红外光谱见图 A.1,滑石粉主要特征吸收峰见表 A.1。



a)



b)

图 A.1 滑石粉和天然乳胶(聚异戊二烯)的红外光谱

表 A.1 滑石粉主要特征吸收峰

波数 cm^{-1}	峰强度
667~671	中
1 016~1 020	很强
3 675~3 679	强

附录 B

(资料性附录)

安全套中含滑石粉的判别示例

B.1 安全套中含滑石粉的判别示例见图 B.1,图 B.2。

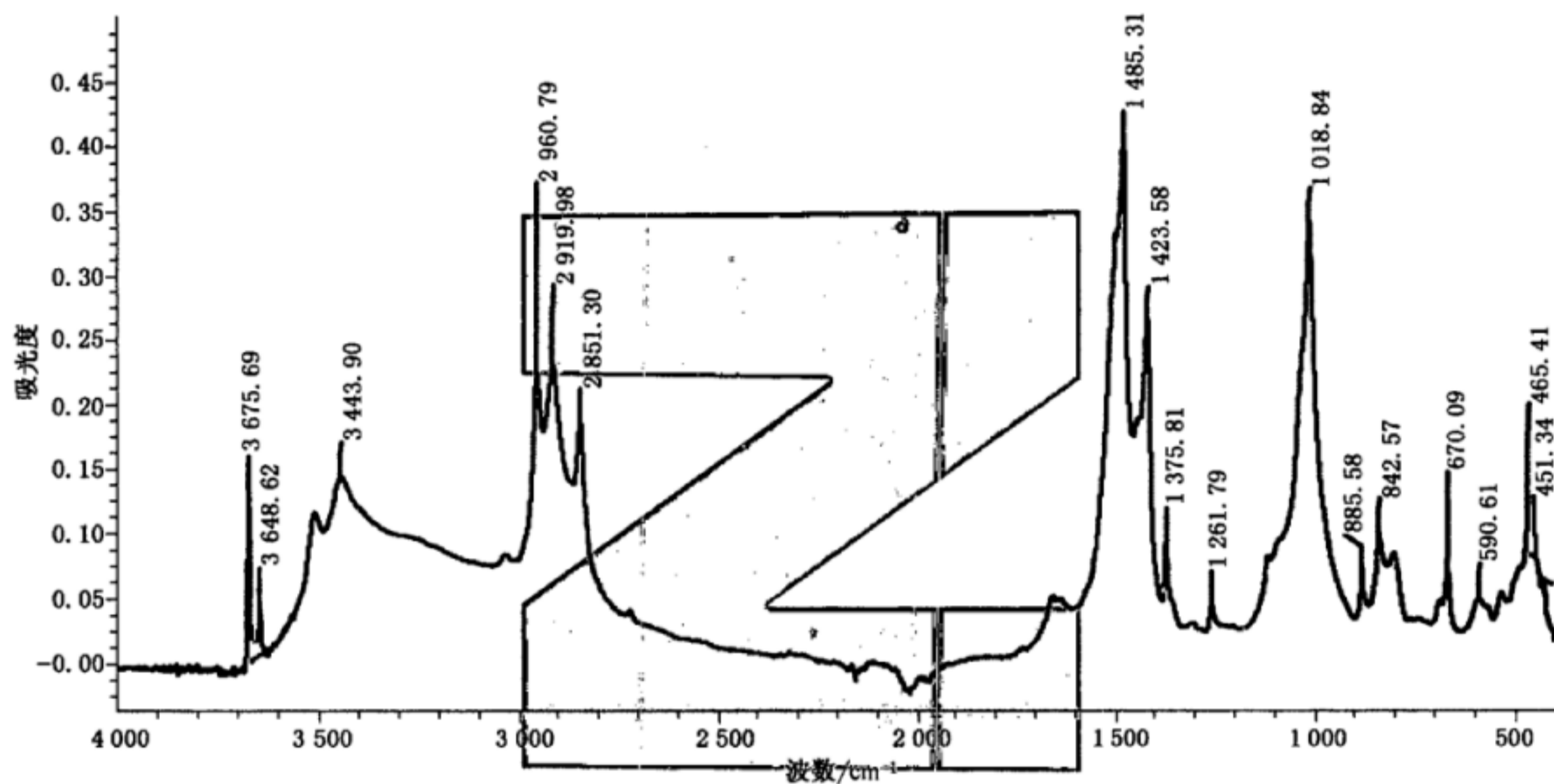


图 B.1 表面含粉末的安全套样品的 ATR 红外谱图

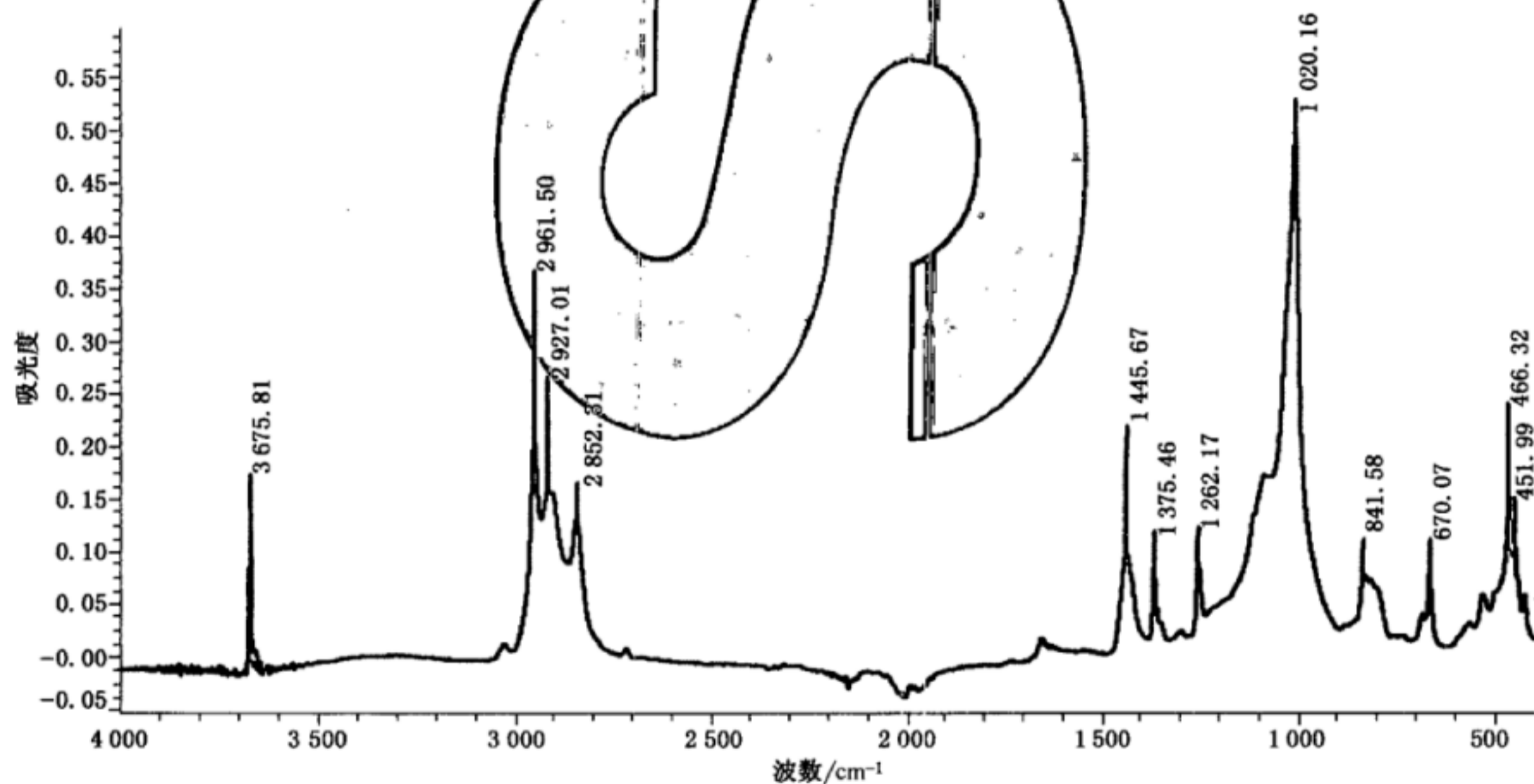


图 B.2 表面含润滑剂的安全套样品的 ATR 红外谱图

B.2 图 B.1 是表面有微量粉末的安全套,在滑石粉的特征吸收峰位置 670 cm^{-1} 、 $1\ 019\text{ cm}^{-1}$ 和 $3\ 676\text{ cm}^{-1}$ 均有明显强度的吸收,因而判定滑石粉的存在。

B.3 图 B.2 是表面有润滑油的安全套,在滑石粉的特征吸收峰位置 670 cm^{-1} 、 $1\ 020\text{ cm}^{-1}$ 和 $3\ 676\text{ cm}^{-1}$ 均有明显强度的吸收,因而判定滑石粉的存在。

附录 C
(资料性附录)
高压密闭微波消解仪工作条件

表 C.1 微波消解样品的温度控制程序

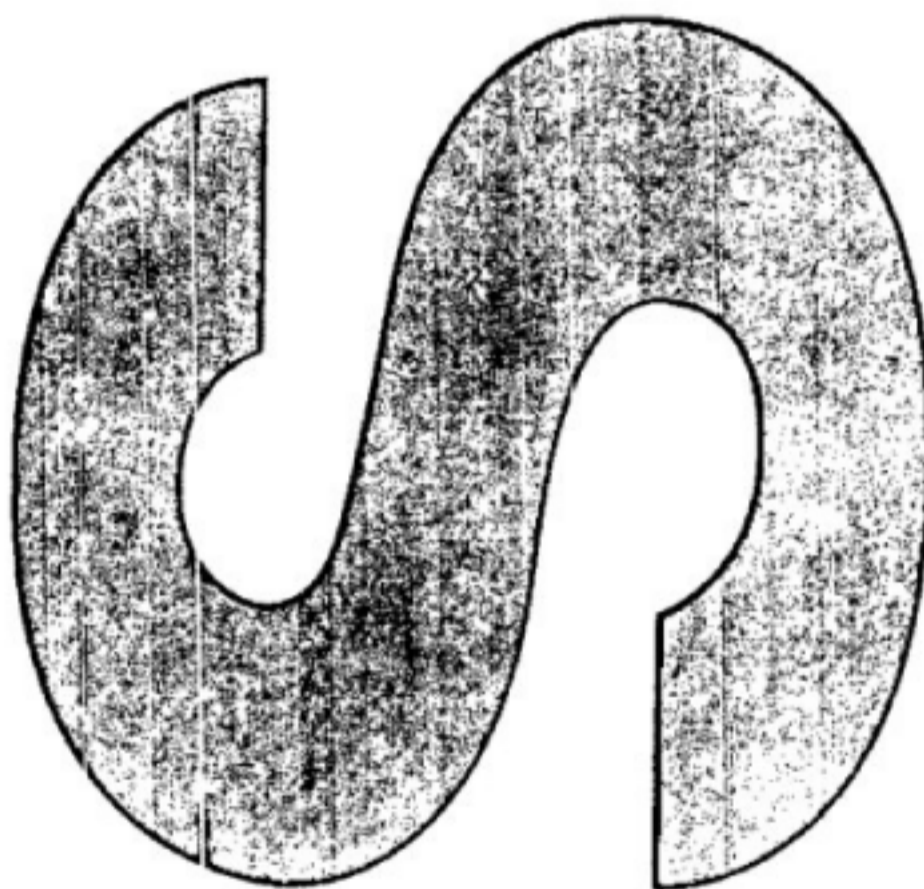
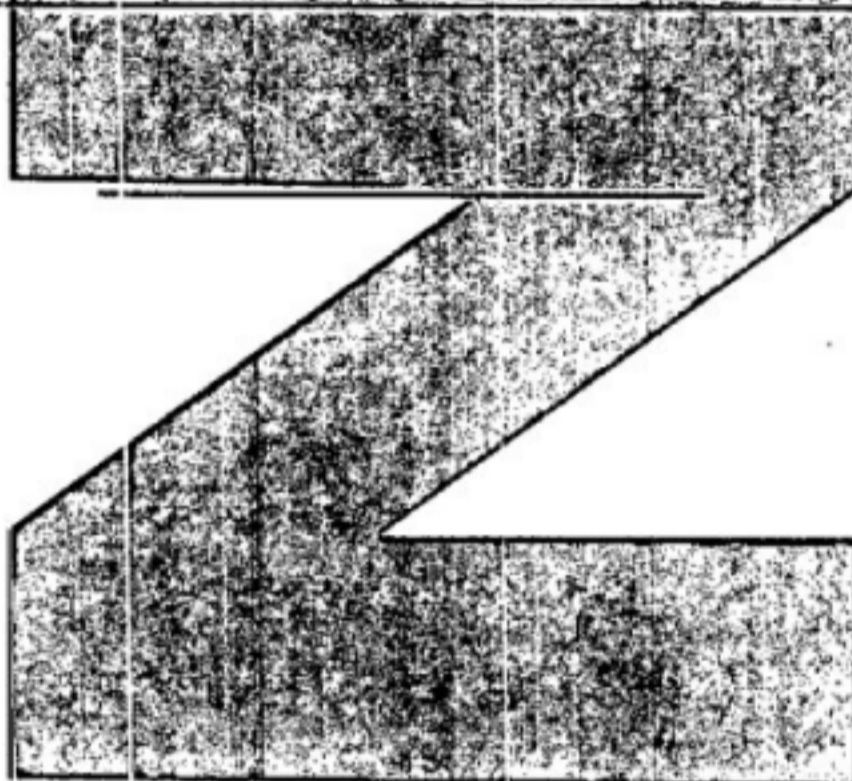
步骤	时间 min	温度 ℃
升温 1	5	130
恒温 2	5	130
升温 3	5	180
恒温 4	5	180
升温 5	5	200
恒温 6	35	200
降温 7	—	—

附录 D
(资料性附录)

电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件

表 D.1 电感耦合等离子体原子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	1300	1.0	1~5	径向



中华人民共和国出入境检验检疫

行业标准

安全套中滑石粉的测定

SN/T 3375—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

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字

2013年5月第一版 2013年5月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-25209 定价 18.00 元



SN/T 3375-2012