



中华人民共和国国家标准

GB/T 19719—XXXX  
代替 GB/T 19719—2005

首饰 镍释放量的测定 光谱法

Jewellery—Determination of the release of nickel—Method of spectrometry

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

(本草案完成时间：)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 19719—2005《首饰 镍释放量的测定 光谱法》，与GB/T 19719—2005相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了氨水溶液为氢氧化钠溶液（见第5章，2005年版的第5章）；
- b) 增加了“长度测量器具”（见6.5）；
- c) 更改了试样数量的要求（见7.1，2005年版的7.4）；
- d) 更改了试样测试面积的定义（见7.2.1，2005年版的6.1.1）；
- e) 删除了参考试片（见2005年版的6.3）；
- f) 删除了去离子充气水的制备（见2005年版的7.1.1）；
- g) 更改了人工汗液的制备方法（见8.1, 2005年版的7.1.2）；
- h) 增加了校准溶液、检出限和定量限、重复测量次数的要求（见8.4.2、8.4.3和8.4.4）；
- i) 更改了结果的解释（见9.2，2005年版的8.2）；
- j) 更改了试验报告的要求（见第10章，2005年版的第9章）；
- k) 增加了样品是否释放镍的初筛（见附录A）。

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专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国首饰标准化技术委员会（SAC/TC 256）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2005年首次发布为GB/T 19719—2005；

——本次为第一次修订。

# 首饰 镍释放量的测定 光谱法

## 1 范围

本文件描述了首饰中镍的释放量的测试方法。

本文件适用于人体穿孔部位的首饰以及与人体皮肤长期直接接触的首饰。其他含镍制品可参考使用。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

GB 28480 首饰 安全技术要求

GB/T 28485 镀层饰品 镍释放量的测定 磨损和腐蚀模拟法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 原理

将需测试镍释放量的样品浸入人工汗液一星期，排除干扰。溶入人工汗液的镍离子浓度可用原子吸收光谱法、电感耦合等离子体光谱法或其他适当的分析方法测定。镍释放量的单位为微克/（厘米<sup>2</sup>·星期）[ $\mu\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{week})$ ]。

与皮肤长期直接接触的含非镍镀层的首饰应先按照GB/T 28485进行测试，然后按照本文件中的程序进行测试。

在测试前，可先按附录A来判断样品中是否存在可释放的镍。

## 5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯且不含镍的试剂，试验用水应符合GB/T 6682中规定的二级水或以上级别的水。

5.1 氯化钠。

5.2 DL-乳酸：质量分数大于88%， $\rho=1.21\text{ g/mL}$ 。

5.3 尿素。

5.4 氢氧化钠：固体，纯度至少98%。

5.5 盐酸：质量分数为36%~38%，密度为 $1.19\text{ g/mL}$ 。

5.6 硝酸：质量分数为65%~68%，密度为 $1.40\text{ g/mL}$ 。

5.7 1 mol/L 氢氧化钠溶液：称取 $(4.00\pm0.01)\text{ g}$ 的氢氧化钠（5.4）至100 mL烧杯中，加50 mL去离子水，搅拌并冷却至室温，将溶液转移至100 mL容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

5.8 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液：量取 25 mL 的 1 mol/L 氢氧化钠溶液（5.7）至 250 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。

5.9 0.1 mol/L 盐酸溶液：量取 1 mL 盐酸（5.5）置于 100 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。

5.10 稀硝酸（质量分数约为 5%）：将 30 mL 硝酸（5.6）置于预先装有 350 mL 水的 500 mL 烧杯中，搅拌并冷却至室温，然后将溶液转移至 500 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。

5.11 除脂溶液：将 5 g 非离子型表面活性剂（例如：十二烷基苯磺酸钠或烷基苯磺酸钠）溶入 1 000 mL 水中。其他中性的市售洗涤剂经稀释后也可使用。

5.12 （适用于电镀业的）蜡或漆：在试样表面上涂上一层或多层，目的是在进行镍释放量试验时防止镍从非测试表面逸出。

注1：使用蜡时，将样品浸入熔融的蜡中。为了提高蜡的附着性，在不改变样品特性的前提下，可以对样品进行预热。

注2：为覆盖裂缝和裂纹，可能需要涂上2~3层漆以达到预期效果。可使用低倍率（例如：2倍~5倍）放大镜目测遮盖效果。

## 6 仪器设备

6.1 pH 计：至少为 0.01 级。

6.2 分析光谱仪：仪器对镍的检出限不大于 0.01 mg/L。推荐使用电感耦合等离子体发射光谱仪或原子吸收光谱仪。

6.3 带温控的水浴锅或烘箱：控温能力为  $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

6.4 带盖的容器：容器和盖均以不含镍且耐酸的非金属材料（如玻璃、聚丙烯、聚四氟乙烯、聚苯乙烯等）制成。试样用一个以上述同样材料制成的支架悬浮于人工汗液中，以避免试样测试面积（7.2.1）接触容器的底部或壁。选择合适形状和大小的容器和支架，以使所用人工汗液能全部覆盖试样。也可以用线将试样悬挂在人工汗液中而不接触容器。

为了消除容器和支架中镍的干扰，容器和支架浸入稀硝酸（5.10）贮存 4 h 以上进行预处理。预处理以后，以去离子水冲洗并干燥。或者可以使用一次性容器。

6.5 长度测量器具：用于测量试样的测试面积，例如精密度为 0.05 mm 数字卡尺或精密度为 0.005 mm 的千分尺。

## 7 试样

### 7.1 试样数量

因同一批次的产品可能存在差异，只要可能，至少选择3个平行样进行测试。

### 7.2 试样测试面积

#### 7.2.1 试样测试面积的定义

本文件中将首饰或首饰（不含太阳镜和镜架）中与皮肤长期直接接触或与身体穿孔部位接触的表面定义为“试样测试面积”。试样测试面积的确定参见附录B.4。

在计算镍释放量的试样测试面积时，应不包括不含镍的部件和被掩盖部分。

#### 7.2.2 试样测试面积的测定

应通过标记试样区域的轮廓来确定试样测试面积，单位为平方厘米（ $\text{cm}^2$ ）。应假定试样按照预期佩戴或使用，并使用适当的长度测量器具（6.5）进行测量。若无法标记轮廓，则可使用常见的几何形状来确定试样测试面积（见附录B）。

为达到必要的分析灵敏度，试样测试面积至少为 $0.2 \text{ cm}^2$ 。必要时完全相同的首饰或首饰（不含太阳镜和镜架）可以一起测试以达到该最小面积。

### 7.2.3 试样测试面积以外的面积

为避免从试样非测试表面上释放出镍，这类表面应除去或加以保护，使其不接触人工汗液。在去除油脂（7.3）后，涂上一层或多层能防止镍释放的蜡或漆（5.12）。

注：如果样品由均一材料制成，可考虑在不掩盖的情况下对整个样品进行测试。具体参照附录B.4。

### 7.3 样品除脂

在室温下，将试样置于除脂溶液（5.11）中轻轻搅动2 min，用水冲洗并晾干。去除油脂后的样品，应使用塑料镊子或戴清洁的防护手套进行后续试验。

注：这一清洗步骤的目的是去除外来的油脂和皮肤的分泌物，而不是去除任何保护层。

## 8 分析步骤

### 8.1 人工汗液的制备

人工汗液为含有下列成分的水溶液：

- a) 氯化钠（5.1），质量分数为0.5%；
- b) 乳酸（5.2），质量分数为0.1%；
- c) 尿素（5.3），质量分数为0.1%；
- d) 1 mol/L 的氢氧化钠溶液（5.7）和0.1 mol/L 氢氧化钠溶液（5.8）。

将 $(1.00 \pm 0.01) \text{ g}$ 尿素（5.3）， $(5.00 \pm 0.05) \text{ g}$ 氯化钠（5.1）和 $(1.00 \pm 0.01) \text{ g}$ 乳酸（5.2）置于1 000 mL烧杯中。加入900 mL水，搅拌至所有试剂完全溶解。用合适的缓冲溶液校准pH计（6.1）。将pH计（6.1）的电极浸入人工汗液，缓慢搅拌并逐滴加入1 mol/L氢氧化钠溶液（5.7）至pH达到5.50。随后继续缓慢搅拌并逐滴加入0.1 mol/L氢氧化钠溶液（5.8），直至pH值稳定在 $(6.50 \pm 0.05)$ 。10 min后再次测试人工汗液的pH值，确保pH值仍在 $(6.50 \pm 0.05)$ 范围内。

将人工汗液移至1 000 mL容量瓶中，并用水定容。使用前，保证人工汗液的pH值在 $(6.50 \pm 0.05)$ 范围内。如果需将人工汗液的pH值降低至 $(6.50 \pm 0.05)$ ，应缓慢搅拌并逐滴加入0.1 mol/L盐酸溶液（5.9）。

配制的人工汗液应当日制备。

### 8.2 释放过程

将除脂后的试样（7.3）放入带盖的容器（6.4）。为防止试样与容器接触，可使用支架或绳线类支撑物将其悬挂。

按照试样测试面积约每平方厘米1 mL的比例加入适量的人工汗液（8.1）。试样测试面积应全部浸入人工汗液，但用蜡或漆保护的表面不必浸入。不管试样测试面积大小，人工汗液至少为0.5 mL。记录试样测试面积和使用的人工汗液体积。用密闭的盖子封盖容器，以免人工汗液蒸发。将容器静置在温度恒定的水浴锅或烘箱内（6.3），于 $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下静置 $(168 \pm 2) \text{ h}$ 。

对于非常小的试样，可能需要将多个样品放入容器中才能达到所需的最小表面积。在这种情况下样品不能相互接触。

(168±2)h后，将试样缓慢从人工汗液中取出。适当翻转试样以收集包括试样孔洞内的所有溶液。

注：为收集所有释放溶液，可能需要用少量人工汗液（8.1）冲洗试样。冲洗液并入释放溶液中。

将溶液定量地移入一个经过酸洗（5.10）的大小适当的容量瓶中。容量瓶大小的选定应考虑测定镍时所用仪器的检出限。为防止释放出的镍再沉淀，向溶液内加入适量稀硝酸（5.10），用水定容、混匀，使溶液中硝酸浓度约为1%，此溶液即为测试溶液。测试溶液的最后体积至少为2 mL。

如果需要过滤以避免损坏分析光谱仪或堵塞仪器，则应在测试分析前使用适当膜尺寸的过滤器来除去释放溶液中的微粒。

### 8.3 空白试验

与试样同时进行空白试验。使用的容器、支架和试验过程（包括过滤）完全相同，只是容器内不加试样。使用等量的人工汗液和等量的稀硝酸。

### 8.4 镍的测定

#### 8.4.1 概述

用分析光谱仪（6.2）测定测试溶液中的含镍量。

#### 8.4.2 校准溶液

用于镍测定的校准溶液应与测试溶液基体匹配（包括硝酸浓度），且校准溶液的浓度范围应能够覆盖测试溶液中的镍浓度。

#### 8.4.3 检出限和定量限

以空白溶液中11次镍元素测试结果标准偏差的3倍作为检出限，以空白标准溶液中11次镍元素测试结果标准偏差的10倍作为定量限。如果要求稀释释放溶液，稀释后的释放溶液的镍浓度应超过定量限。

#### 8.4.4 重复测量数

每种测试溶液应至少重复测试两次，取平均值作为测试结果。

## 9 结果计算

### 9.1 镍释放量

按式（1）计算试样的镍释放量 $d$ ，以微克每平方厘米每星期 [ $\mu\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{week})$ ]表示：

$$d = \frac{V \times (c_1 - c_2)}{1\,000 \times a} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$a$ ——试样测试面积，单位为平方厘米（ $\text{cm}^2$ ）；

$V$ ——测试溶液的体积，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）；

$c_1$ ——一周后测试溶液中的镍浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

$c_2$ ——一周后空白试验溶液中的镍浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）。

计算结果表示到小数点后两位。最终结果为所有平行样测试结果的平均值。

## 9.2 结果的解释

9.2.1 检测实验室应对测量结果做不确定度评估，根据评估结果确定测量结果范围，再按照测量结果范围进行符合性判定。当同一首饰的多个样品进行测试时，每个样品的镍释放量均应符合镍释放量的限值要求。

9.2.2 按照测量结果范围进行符合性判定：

- a) 符合：测量结果范围下限小于 GB 28480 规定的镍释放量限值；
- b) 不符合：测量结果范围上限大于 GB 28480 规定的镍释放量限值；
- c) 无法判定：测量结果范围包含 GB 28480 规定的镍释放量限值。

## 10 试验报告

试验报告应至少包括以下信息：

- 样品的信息，包括来源、接收日期、形状；
- 使用的标准（包括发布年号）；
- 样品的前处理，必要时包括部件的去除、被掩盖部分信息；
- 样品镍释放量的结果，按第 9 章的规定计算；
- 样品是否符合其相应限值的说明；
- 测试过程中任何异常情况的记录；
- 报告签发日期；
- 实验室负责人及操作人员的签名；
- 实验室签章。

附 录 A  
(规范性)  
镍释放测试前样品含镍初筛

### A.1 概述

本附录描述了一种采用丁二酮肟筛查首饰中是否含镍的定性方法。

本方法适用于人体穿孔部位的首饰以及与人体皮肤长期直接接触的首饰。

### A.2 原理

该方法原理是镍离子与丁二酮肟在氨水中反应，生成红色金属络合物。

为了提高筛选测试的灵敏度，使用人工汗液并进行加热预处理以诱导表面腐蚀，模拟首饰与皮肤接触时汗液的影响。这种方法能在短时间内得到初步结果。

### A.3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯且不含镍的试剂，试验用水应符合GB/T 6682中规定的二级水或以上级别的水。

A.3.1 氯化钠。

A.3.2 DL - 乳酸：质量分数大于0.88， $\rho = 1.21 \text{ g/mL}$ 。

A.3.3 尿素。

A.3.4 氢氧化钠：固体，纯度至少98%。

A.3.5 二硫代草酰胺( $\text{C}_2\text{H}_4\text{N}_2\text{S}_2$ )。

A.3.6 无水乙酸( $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ )。

A.3.7 三水合乙酸钠( $\text{C}_2\text{H}_3\text{NaO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )。

A.3.8 丁二酮肟( $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2$ )：纯度为99%。

A.3.9 乙醇：体积分数大于95%。

A.3.10 氨水：质量分数为10%，也可用浓度更高的氨水溶液制备。

A.3.11 盐酸：质量分数为36%~38%，密度为1.19 g/mL。

A.3.12 1 mol/L氢氧化钠溶液：称取(4.00±0.01) g氢氧化钠(A.3.4)至100 mL烧杯中，加50 mL去离子水，搅拌并冷却至室温，将溶液转移至100 mL容量瓶中，用水定容，混匀。

A.3.13 0.1 mol/L氢氧化钠溶液：量取25 mL的1 mol/L氢氧化钠溶液(A.3.12)至250 mL容量瓶中，用水定容，混匀。

A.3.14 0.1 mol/L盐酸溶液：量取1 mL盐酸(A.3.11)置于100 mL容量瓶中，用水定容，混匀。

A.3.15 十二烷基硫酸钠(或月桂醇硫酸钠)或其他阴离子型表面活性剂洗涤剂。

### A.4 仪器设备

A.4.1 常用实验室仪器设备。

A.4.2 平底培养皿：由玻璃或其他非金属材料制成，预测试时无需使用。

A.4.3 棉签：一端有棉球。



A. 4. 4 pH计：至少为0.01级。

A. 4. 5 烘箱：控温能力为 $(50 \pm 3)^\circ\text{C}$ 。

A. 4. 6 砂纸：600目~1200目。

A. 4. 7 天平：精确到0.01 g。

## A. 5 试验步骤

### A. 5. 1 溶液制备

#### A. 5. 1. 1 丁二酮肟溶液

0.8%的丁二酮肟乙醇溶液的制备方法如下：

称取 $(0.80 \pm 0.05)$  g丁二酮肟（A. 3. 8）到100 ml容量瓶中，用乙醇（A. 3. 9）溶解并定容。

#### A. 5. 1. 2 人工汗液

进行测试时，人工汗液应在当日制备。具体制备方法见8. 1。

#### A. 5. 1. 3 二硫代草酰胺溶液

0.5%的二硫代草酰胺乙醇溶液的制备如下：

称取 $(0.50 \pm 0.05)$  g二硫代草酰胺（A. 3. 5）置于100 ml容量瓶中，用乙醇（A. 3. 9）溶解并定容。

#### A. 5. 1. 4 乙酸钠缓冲溶液

pH值为4.5的乙酸钠缓冲溶液的制备如下：

称取5.60 g三水合乙酸钠（A. 3. 7）置于10 ml容量瓶中，加入2.4 ml无水乙酸（A. 3. 6）溶解，并用去离子水定容。

#### A. 5. 1. 5 除脂溶液

称取5.00 g阴离子表面活性剂（例如十二烷基硫酸钠或月桂醇硫酸钠）（A. 3. 15）于1 000 mL容量瓶中，用水定容。也可使用经稀释的市售中性洗涤剂。

### A. 5. 2 样品准备——待测表面的清洁

待测表面是指插入人体穿孔部位或与皮肤直接长期接触的表面。

在室温下，将试样置于除脂溶液（A. 5. 1. 5）中轻轻搅动2 min，用去离子水冲洗并用吸水纸擦干。进行后续试验时，应使用塑料镊子、陶瓷镊子或干净的防护手套接触除脂后的样品。

注：清洁的目的是为了去除外来的油脂和皮肤分泌物，而不是去除表面涂层。然而，该步骤会显著去除待测表面存在的镍盐。如果需要检测样品表面的镍污染，则省略该步骤。

一件首饰可能由不同材料制成的部件组成，如果它们将与皮肤长期直接接触，则每个部件都应进行测试。

含镍首饰（如回形针、铆钉、硬币）如果与测试样品、表面、试剂或手接触，从而导致二次污染，可能会产生假阳性结果。应避免使用含镍首饰，并在试验前洗手，以消除这种可能性。

### A. 5. 3 测试

#### A. 5. 3. 1 测试准备

##### A. 5. 3. 1. 1 进行测试的人员应具备正常的色觉，能够区分红色和粉红色。

A.5.3.1.2 用于已知会释放镍的样品表面（如铜镍币）检查丁二酮肟溶液（A.5.1.1）和二硫代草酰胺（A.5.1.3）溶液的反应性。

#### A.5.3.2 预测试

样品准备完成后，用1~2滴丁二酮肟溶液（A.5.1.1）和1滴氨水溶液（A.3.10）润湿棉签（A.4.3），检查是否有颜色变化。如果颜色发生变化，丢弃棉签、丁二酮肟溶液（A.5.1.1）和氨水溶液（A.3.10），重新配制溶液，直至颜色无变化。

用棉签在待测样品表面摩擦15秒，在白色背景下观察棉签颜色。如果棉签出现浅粉红色到深红色（测试结果为阳性），表明存在镍，在已排除铁存在的情况下无需进行进一步测试。如果棉签无变红（测试结果为阴性），则进行试验测试。不应在已进行预测试的区域进行试验测试。

#### A.5.3.3 试验测试

##### A.5.3.3.1 试验测试前的样品准备

将试样置于平底培养皿（A.4.2）上，在烘箱（A.4.5）中预热至 $(50 \pm 3)^\circ\text{C}$ 。将1滴人工汗液（A.5.1.2）滴到样品表面上，并在 $(50 \pm 3)^\circ\text{C}$ 温度下在烘箱（A.4.5）中约15分钟。随后，在经人工汗液处理过的表面进行下一步测试（A.5.3.3.2）。

##### A.5.3.3.2 测试

将待测样品冷却5分钟，用1~2滴丁二酮肟溶液（A.5.1.1）和1滴氨水溶液（A.3.1）润湿棉签，检查是否有颜色变化。如果颜色发生变化，丢弃棉签、丁二酮肟溶液（A.5.1.1）和氨水溶液（A.3.1），重新配制溶液，直至颜色无变化。用棉签在待测样品表面轻轻摩擦15秒，在白色背景下观察棉签颜色。如果棉签出现浅粉红色到深红色，表明存在镍。

##### A.5.3.4 二硫代草酰胺检测是否含镍

对于含铁的样品，应使用二硫代草酰胺进行进一步测试，以进一步确认样品是否含镍。

不应在已进行预测试（A.5.3.2）或试验测试（A.5.3.3）的样品部分使用二硫代草酰胺进行测试。用1滴乙酸钠缓冲溶液（A.5.1.4）和2滴二硫代草酰胺溶液（A.5.1.3）润湿棉签，检查是否有颜色变化。如果颜色发生变化，丢弃棉签、二硫代草酰胺溶液（A.5.1.3）和乙酸钠缓冲溶液（A.5.1.4），重新配制溶液，直至颜色无变化。

按A.5.2和A.5.3.3.1的步骤准备样品，然后将样品冷却5分钟。用1滴乙酸钠缓冲溶液（A.5.1.4）和2滴二硫代草酰胺溶液（A.5.1.3）润湿棉签，用棉签在待测样品表面上轻轻摩擦5秒。在白色背景下观察棉签颜色。如果棉签出现黑紫色，表明存在镍。

#### A.5.4 表面涂层下夹层或基材的测试——表面磨损

油漆、清漆、电镀层等涂层会阻碍夹层或基材中的镍释放的检测。先根据A.5.3对表面进行测试。如果结果为阴性或无法确定，则使用砂纸（如600目~1200目）或其他不含镍的打磨工具打磨表面，应注意避免去除夹层，然后重复测试。

注1：打磨会损坏首饰。

如果在磨损后测试结果为阳性，先按GB/T 28485进行测试，再根据本文件中规定的方法测定镍释放量。

注2：插入人体穿孔部位的首饰无需先按GB/T 28485进行检测。

#### A.6 结果解释

无论筛选结果如何，都可本文件中规定的方法测定镍释放量。对于非镍镀层首饰，可先进行GB/T 28485测试再按照本文件中规定的方法测定镍释放量，以确定其是否符合GB 28480的要求。

表 A. 1给出了测试结果的解释。如果筛查结果为阳性，被测首饰可能不符合其相应的镍释放限量值的要求。

表A. 1 测试结果的解释

	测试方法		结果
	丁二酮肟	二硫代草酰胺	
颜色变化	浅粉色——深红色	黑紫色	阳性 <sup>a</sup>
	粉色——紫红色	非黑紫色	不确定 <sup>b</sup>
	其他颜色	无需测试	不确定
	颜色无变化	无需测试	阴性
<sup>a</sup> 在对测试表面的不同部分进行二次测试后再次出现阳性结果时，则阳性结果可确认。如果二次测试为阴性，则结果为不确定。 <sup>b</sup> 对于结果为不确定的样品，例如因存在其他金属（如钴、铜和钯）而掩盖了镍引起的红色，建议依照本文件中规定的方法测定具体的镍释放量。			

## 附录 B

### (资料性)

#### 人体穿孔部件和与人体皮肤长期直接接触的首饰在进行镍释放测试前的预处理

##### B.1 概述

本附录规定了镍释放测试前待测样品的制备方法。

由不同材料制成的首饰详见附录C。

##### B.2 原理

首先检查待测样品，选择好最有可能直接与长期接触的表面或身体穿孔部件的表面，然后确定采用的镍释放检测方法。测定进行镍释放量测试的样品表面积，选择合适的仪器设备测定测试溶液中的镍浓度。

##### B.3 镍释放测试方法的确定

与皮肤长期直接接触的无涂层首饰、含镍涂层首饰，以及所有人体穿孔部件（无论是否有涂层），均应按照本文件进行测试。

带有不含镍涂层且会与皮肤长期直接接触的首饰，先按GB/T 28485进行处理，再采用本文件规定的程序进行测试。

可使用X射线荧光光谱法、显微镜技术或其他合适方法来确定某一首饰是否含无镍涂层。

若无法确定涂层中是否含镍，则应同时采用两种测试方式（先进行GB/T 28485测试和不进行GB/T 28485测试）进行测试。

##### B.4 均质和非均质首饰表面的确定

本文件的基本要求是进行测试的样品的镍释放量必须具有代表性。非直接与皮肤长期接触或非身体穿孔部件的表面不作为测试面积。可通过目视观察来确定待测样品的表面是否为均质的。

对于均质首饰，不用考虑表面是否与皮肤长期直接接触，可对整个样品表面进行镍释放量的测定。

对于非均质首饰，镍释放量的测定需选取具有代表性表面进行。具体可参考以下情形：

###### a) 情形 1：

长期与皮肤直接接触的表面由不同材料组成或存在不同表面处理方式时，应进行拆卸成或切割成各自含有均质的分部分，切割面应进行掩盖处理。各分部分根据均质材料样品进行测试。

计算各分部分的镍释放量，各分部分的镍释放量应符合限量要求。

###### b) 情形 2：

当样品既不符合上述情形1，又不能被拆卸或切割但是可以通过掩盖处理时，应掩盖非长期与皮肤直接接触的表面，测定未掩盖表面的镍释放量。

###### c) 情形 3

当样品既不符合上述情形1，又不符合上述情形2时，将整个样品按均质样品进行测试，以平均镍释放量表示最终结果。

##### B.5 表面积测定方法

###### B.5.1 表面积测量

###### B.5.1.1 概述

选定好穿孔部件或与皮肤长期直接接触的表面的几何形状, 然后根据其形状选择合适的数学公式计算其面积。应使用合适的数字卡尺或数字千分尺测量表面积。对于复杂的表面积, 可使用轮廓投影显微镜或其他显微技术进行辅助计算。

#### B. 5. 1. 2 金属丝缠绕或编织成的首饰

对于由穿孔材料、网状材料、缠绕或编织的金属丝制成的首饰, 计算时只使用外接触面积, 内表面积应忽略不计。

#### B. 5. 2 最小表面积

为达到仪器要求的分析灵敏度, 待测样品的最小表面积应为 $0.2 \text{ cm}^2$ 。必要时可将多个相同类型的待测样品一起浸泡以获得该最小表面积。

#### B. 5. 3 常见的简化形状计算表面积

在可能的情况下, 使用常见的几何形状来计算样品的表面积。常见的几何形状包括:

- a) 长方体;
- b) 棱柱体;
- c) 圆柱体;
- d) 圆锥体;
- e) 球体。

## 附录 C

(资料性)

## 由不同材料制成的首饰

当样品由一种材料制成,并具有相同的表面处理时,可以假设待测样品的镍释放量与整个样品的镍释放量相同。然而,不同的材料接触皮肤时,镍释放量可能会超过 $0.2 \mu\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{week})$ 或 $0.5 \mu\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{week})$ 。因此,制造商必须了解可能发生这种情况。

例如:

- a) 当含镍合金与样品中的贵金属或更高合金电化学接触时,发生双金属腐蚀;例如:
    - 1) 由于铬含量低或硫含量高而具有较低耐腐蚀性的不锈钢与金、铂等贵金属或高合金不锈钢等的接触;
    - 2) 用银基合金钎焊不锈钢;
    - 3) 银层与镍基材的接触;
    - 4) 铬层与镍基材的接触;
    - 5) 白金合金镀铑或其他贵金属;
    - 6) 使用含磷焊料焊接镍合金。
  - b) 含镍的有机涂层;
  - c) 不含镍的有机涂层,用于镍镀层或含镍合金的保护或装饰;
  - d) 表面状态,例如:
    - 1) 由于焊接、钎焊或其它热处理造成的;或用于表面电镀的电镀溶液中存在镍或其他元素;或在生产、组装或交付过程中损伤表面。
    - 2) 任何对首饰表面进行的除脂、打磨或抛光的操作。
-