



中华人民共和国国家标准

GB 20814—2006

染料产品中 10 种重金属元素的限量及测定

Limit and determination of the quantity of 10
heavy-metal elements in dye products

2006-12-07 发布

2007-11-01 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

本标准的全部技术内容为强制性。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本标准起草单位：国家染料质量监督检验中心(沈阳化工研究院)、上海染料研究所有限公司。

本标准主要起草人：王勇、刘德晨、沈日炯、孙增建。

引 言

随着人们的环保和健康意识的不断加强,经某些染料染色的纺织品由于重金属的存在而危及人体健康的问题亦愈来愈引起人们的重视。目前世界上许多国家对此都进行了严格的限制。要控制纺织品中重金属含量最直接有效的方法是控制用于染色的染料产品中重金属的量。本标准在制定中参考了:国际纺织品生态研究和检测协会 2003 年版 Oeko-Tex 标准 100 和 2003 年版 Oeko-Tex 标准 200,欧共体 2002 年版 Eco-Label 生态标志,以及染料制造工业的生态学与毒理学协会(ETAD)的有关规定,用原子吸收光谱法测定染料产品中重金属的含量,为染料产品中重金属的检测提供了可靠的依据,对染料产品中重金属的含量进行了限制。

染料产品中 10 种重金属元素的限量及测定

1 范围

本标准规定了染料产品中 10 种重金属元素的允许含量(限量)及其测定方法。
本标准适用于各类剂型的商品染料。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

JJG 694 原子吸收分光光度计检定规程

3 要求

染料产品中所含的 10 种重金属元素的量应符合表 1 的规定。而对于液状染料、涂料色浆等产品的重金属元素的限量应按其固含量进行折算。

表 1 重金属元素的限量

序号	元素名称	元素符号	限量/(mg/kg)
1	镉(cadmium)	Cd	20
2	钴(cobalt)	Co	500
3	铬(chromium)	Cr	100
4	铜(copper)	Cu	250
5	铁(iron, ferrum)	Fe	2 500
6	锰(manganese)	Mn	1 000
7	镍(nickel)	Ni	200
8	铅(lead, plumbum)	Pb	100
9	锑(antimony)	Sb	50
10	锌(zincum)	Zn	1 500

注:对于某些染料产品分子结构中含有的重金属元素,可不考核该元素的量。

4 试验方法

本方法所用试剂均为分析纯或优于分析纯的试剂。

所用水均应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。检验结果的判定按 GB/T 1250—1989 中 5.2 修约值比较法进行。

4.1 原理

染料样品经混酸消解后制备成水溶液,再用原子吸收光谱仪测定该溶液中各金属元素的含量。

4.2 试剂和材料

4.2.1 硝酸。

4.2.2 高氯酸。

4.2.3 盐酸。

4.2.4 混酸:高氯酸+硝酸(1/3)。

4.2.5 硼氢化钠。

4.2.6 氢氧化钠。

4.2.7 高纯乙炔气。

4.2.8 高纯氩气。

4.2.9 容量瓶:25 mL、50 mL、100 mL、200 mL、500 mL、1 000 mL。

4.2.10 移液管:0.5 mL、1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、20 mL。

4.2.11 锥形瓶:150 mL。

4.2.12 10种重金属元素(表1)的标准溶液:向法定(SI)计量单位购买各重金属元素(表1)的标准溶液,并需密封冷藏。

4.3 仪器和设备

4.3.1 原子吸收光谱仪:须符合JJG 694要求。

4.3.2 加热器。

4.4 试验步骤

4.4.1 标准工作溶液制备

使用容量瓶(4.2.9)、移液管(4.2.10),将10种重金属元素的标准溶液(4.2.12)分别配制成适用于各重金属元素标准工作曲线的标准工作溶液。如:对于锰元素配制0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作溶液各25 mL或25 mL、50 mL、100 mL不等;对于锑元素配制2.5 ng/mL 、5.0 ng/mL 、10.0 ng/mL 的标准工作溶液。

4.4.2 试样的前处理

称取染料试样1 g(精确至0.000 1 g),置于150 mL锥形瓶中(4.2.11),加入10 mL盐酸(4.2.3)和10 mL硝酸(4.2.1),将锥形瓶放在加热器(4.3.2)上缓慢加热,直至黄烟基本消失;稍冷后加入10 mL混酸(4.2.4),在加热器上大火加热,至试样完全消解而得到无色或微黄透明的溶液(为此,有时需酌情补加混酸);稍冷后加入10 mL水,加热至沸并进而冒白烟,再保持数分钟以驱除残余的混酸,然后冷却到室温,把溶液转移至100 mL容量瓶中,用水稀释到刻度(若溶液出现浑浊、沉淀或机械性杂质,则务必过滤)。此染料试样溶液应尽快进行原子吸收光谱测定,如要保存,需密封冷藏。

同时按相同方法制备一空白溶液,测定时作为空白参比溶液。

4.4.3 试样中重金属元素含量的测定

按原子吸收光谱仪的操作规程,将该仪器调至正常运行状态。执行由该仪器的操控电脑所发出的指令,并根据表2的条件,依次绘制各个待测金属元素的标准工作曲线,测定空白参比溶液(4.4.2)的吸光度,测定染料试样溶液(4.4.2)的吸光度;将相关数据输入电脑,获取由电脑自动给出的列有染料试样中重金属含量及其他数据的测定报告。

表2 各重金属元素测定的一般条件

序号	元素名称和符号	测定方法	吸收波长/nm
1	镉-Cd	火焰法	228.8
2	钴-Co	火焰法	240.7
3	铬-Cr	火焰法	357.9

表 2 (续)

序 号	元素名称和符号	测 定 方 法	吸收波长/nm
4	铜-Cu	火焰法	324.7
5	铁-Fe	火焰法	248.3
6	锰-Mn	火焰法	279.5
7	镍-Ni	火焰法	232.0
8	铅-Pb	火焰法	283.3
9	锑-Sb	氢化物法	217.6
10	锌-Zn	火焰法	213.9

4.5 结果的确定

两次平行测定误差不超过 10%，或 ≤ 2 mg/kg(对于低含量)时，取其算术平均值作为测定结果。

5 试验报告

试验报告需给出试验过程的下述要点：

- a) 样品的名称和来源；
- b) 本标准编号和年代号；
- c) 检验日期；
- d) 测定方法的说明(当客户有此要求时)；
- e) 使用仪器的名称和型号；
- f) 各重金属元素的名称和检出量；
- g) 其他需要说明的事项。