

中华人民共和国国家标准

GB/T 17593.2—2007

纺织品 重金属的测定 第2部分：电感耦合等离子体原子 发射光谱法

Textiles—Determination of heavy metals—
Part 2: Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2007-12-05 发布

2008-09-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中华人民共和国
国家标准
纺织品 重金属的测定
第2部分:电感耦合等离子体原子
发射光谱法

GB/T 17593.2—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 0.5 字数 9 千字
2008年3月第一版 2008年3月第一次印刷

*

书号:155066·1-30764 定价 10.00 元

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)68533533

前 言

GB/T 17593《纺织品 重金属的测定》包括以下部分：

- 第 1 部分：原子吸收分光光度法；
- 第 2 部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：六价铬 分光光度法；
- 第 4 部分：砷、汞 原子荧光分光光度法。

本部分为 GB/T 17593 的第 2 部分，采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP)测定。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国纺织工业协会提出。

本部分由全国纺织品标准化技术委员会基础分会(SAC/TC 209/SC1)归口。

本部分起草单位：天津出入境检验检疫局、纺织工业标准化研究所。

本部分主要起草人：闫婧、于涛、朱纓、诸乃彤、郭维、王彦生。

纺织品 重金属的测定

第2部分:电感耦合等离子体原子 发射光谱法

警告——使用 GB/T 17593 的本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 17593 的本部分规定了采用等离子体原子发射光谱仪(ICP)对纺织品中可萃取重金属砷(As)、镉(Cd)、钴(Co)、铬(Cr)、铜(Cu)、镍(Ni)、铅(Pb)、锑(Sb)八种元素同时测定的方法。

本部分适用于纺织材料及其产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17593 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 3922 纺织品耐汗渍色牢度试验方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样用酸性汗液萃取后,用电感耦合等离子体原子发射光谱仪在相应分析波长下测定萃取液中铅、镉、砷、铜、钴、镍、铬、锑八种重金属元素的发射强度,对照标准工作曲线确定各重金属离子的浓度,计算出试样中可萃取重金属含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,仅使用优级纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 酸性汗液

根据 GB/T 3922 的规定配制酸性汗液,试液应现配现用。

4.2 单元素标准储备溶液

各元素标准储备溶液可使用标准物质或按如下方法配制。

4.2.1 砷(As)标准储备溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)

称取 0.132 g 于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷,温热溶于 1.2 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

4.2.2 镉(Cd)标准储备溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)

称取 0.203 g 氯化镉($\text{CdCl}_2 \cdot 5/2\text{H}_2\text{O}$),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

4.2.3 钴(Co)标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$)

称取 2.630 g 无水硫酸钴[用硫酸钴($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)于 500°C~550°C 灼烧至恒重],加 150 mL 水,加热至溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

4.2.4 铬(Cr)标准储备溶液(100 μg/mL)

称取 0.283 g 重铬酸钾(K₂Cr₂O₇),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

4.2.5 铜(Cu)标准储备溶液(100 μg/mL)

称取 0.393 g 硫酸铜(CuSO₄ · 5H₂O),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

4.2.6 镍(Ni)标准储备溶液(100 μg/mL)

称取 0.448 g 硫酸镍(NiSO₄ · 6H₂O),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

4.2.7 铅(Pb)标准储备溶液(100 μg/mL)

称取 0.160 g 硝酸铅[Pb(NO₃)₂],用 10 mL 硝酸溶液(1+9)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

4.2.8 锑(Sb)标准储备溶液(100 μg/mL)

称取 0.274 g 酒石酸锑钾(C₄H₄KO₇Sb · 1/2H₂O),溶于盐酸溶液(10%),移入 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(10%)稀释至刻度。

注:除另有规定外,标准储备溶液在常温(15℃~25℃)下保存期为六个月,当出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,应重新制备。

4.3 标准工作溶液(10 μg/mL)

根据需要,分别移取适量镉、铬、铜、镍、铅、锑、锌、钴标准储备溶液于加有 5 mL 浓硝酸的 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,配制成浓度为 10 μg/mL 的标准工作溶液。

注:此溶液有效期为一周,若出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,应重新配制。

5 仪器和装置

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP):氩气纯度≥99.9%,以提供稳定清澈的等离子体焰炬,在仪器合适的工作条件下进行测定。

5.2 具塞三角烧瓶:150 mL。

5.3 恒温水浴振荡器:(37±2)℃,振荡频率为 60 次/min。

6 分析步骤

6.1 萃取液制备

取有代表性样品,剪碎至 5 mm×5 mm 以下,混匀,称取 4 g 试样两份(供平行试验),精确至 0.01 g,置于具塞三角烧瓶(5.2)中。加入 80 mL 酸性汗液(4.1),将纤维充分浸湿,放入恒温水浴振荡器(5.3)中振荡 60 min 后取出,静置冷却至室温,过滤后作为样液供分析用。

6.2 测定

6.2.1 将标准工作溶液(4.3)用水逐级稀释成适当浓度的系列工作溶液。根据试验要求和仪器情况,设置仪器的分析条件,点燃等离子体焰炬,待焰炬稳定后,在相应波长下,按浓度由低至高的顺序测定系列工作溶液中各待测元素的光谱强度。以光谱强度为纵坐标,元素浓度(μg/mL)为横坐标,绘制工作曲线。

6.2.2 按 6.2.1 所设定的仪器条件,测定空白溶液和样液(6.1)中各待测元素的光谱强度,从工作曲线上计算出各待测元素的浓度

注:不同仪器的分析条件可能有所不同,部分 ICP 光谱仪的工作条件及待测元素的分析波长参见附录 A。

7 结果的计算

试样中可萃取重金属元素*i*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 ——试样中可萃取重金属元素 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；

C_i ——样液中被测元素 i 的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

C_{i0} ——空白溶液中被测元素 i 的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V ——样液的总体积,单位为毫升(mL)；

m ——试样的质量,单位为克(g)。

取两次测定结果的算术平均值作为试验结果,计算结果表示到小数点后两位。

8 测定低限和精密度

8.1 测定低限

本方法的测定低限见表 1。

表 1 可萃取重金属元素测定低限

元素	测定低限/(mg/kg)
砷(As)	0.20
镉(Cd)	0.01
钴(Co)	0.02
铬(Cr)	0.12
铜(Cu)	0.06
镍(Ni)	0.05
铅(Pb)	0.23
铟(Sb)	0.09

注：不同仪器的检出限会有差异,本方法测定低限仅供参考。

8.2 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试获得的两次测试结果的绝对差值都不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

9 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本部分的编号；
- b) 样品的描述；
- c) 试验日期；
- d) 样品中的各重金属的含量；
- e) 与本部分的任何偏差。

附录 A
(资料性附录)

ICP 光谱仪的工作条件

表 A.1 ICP 光谱仪的工作条件

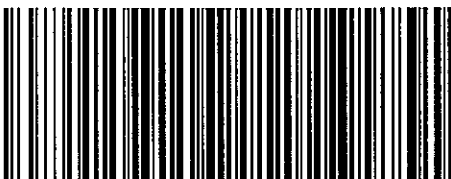
光谱仪型号		IRIS HR	IRIS Advantage ICAP	JY 238	JY 70P	JY 381	P-4 010	Baird PS4	ICP-2 000
高频功率发生器	入射功率/W	1 150	1 150	1 000	1 480	1 000	1 000	1 150	1 800
	反射功率/W	—	—	<5	—	—	<5	<5	<3
	工作频率/MHz	27.12	27.12	40.68	56	40.68	27.12	40.68	40.68
气路系统	观测高度/mm	15	15	15	18	16	13	10	15
	冷却气/(L/min)	14	14	15	15	16	11	12	12
	辅助气/(L/min)	0.5	0.5	—	1.0	1.0	1.0	1.0	0.4
	载气/(L/min)	—	—	0.3	1.0	0.7	0.6	0.5	0.4
	雾化器压力/kPa(psi)	270.3(30.06)	165.9(24.06)	—	—	—	—	—	—
蠕动泵转速/(r/min)	100	100	—	—	—	—	—	—	
数据处理系统	短波部分积分时间/s	30	10	视元素而定	视元素而定	5	5	5	5
	长波部分积分时间/s	10	5			5	5	5	5
	积分次数	3	3			3	4	4	2

表 A.2 元素的分析波长及衍射级

单位为纳米

元素	Pb	Cd	As	Cu	Co	Ni	Cr	Sb
波长(衍射级)	220.3(152)	214.4(157)	189.0(177)	324.7(103)	228.6(147)	221.6(152)	267.7(126)	231.1(145)
	261.4(129)	226.5(148)	228.8(146)	327.3(102)	237.8(141)	231.6(145)	283.5(118)	206.8(162)
		228.8(147)						252.8(133)

注：括号中注明的光谱衍射级仅对全谱直读 ICP-AES 光谱仪适用。



GB/T 17593.2-2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-30764

定价: 10.00 元