



中华人民共和国国家标准

GB/T 17593.3—2006

纺织品 重金属的测定 第3部分：六价铬 分光光度法

Textiles—Determination of heavy metals—
Part 3: Chromium(VI)—Spectrophotometry

2006-05-25 发布

2006-12-01 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 3 部分:六价铬 分光光度法
GB/T 17593.3—2006

*

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 7 千字
2006 年 12 月第一版 2006 年 12 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-28431 定价 8.00 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



GB/T 17593.3—2006

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3部分。

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/SC 1)归口。

本部分由纺织工业标准化研究所、中华人民共和国天津出入境检验检疫局负责起草。

本部分主要起草人：徐路、斯颖、张华、于涛。

纺织品 重金属的测定

第3部分:六价铬 分光光度法

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分光光度计测定纺织品萃取溶液中可萃取六价铬[Cr(VI)]含量的方法。

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 3922—1995,eqv ISO 105-E04:1994)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

3 原理

试样用酸性汗液萃取,将萃取液在酸性条件下用二苯基碳酰二肼显色,用分光光度计测定显色后的萃取液在 540 nm 波长下的吸光度,计算出纺织品中六价铬的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 酸性汗液

根据 GB/T 3922 配制酸性汗液,试液应现配现用。

4.2 (1+1)磷酸溶液

磷酸(H_3PO_4 , $\rho=1.69\text{ g/mL}$)与水等体积混合。

4.3 六价铬标准储备溶液(1 000 mg/L)

可使用标准物质或按如下方法配制:

重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 优级纯)在 $(102\pm 2)^\circ\text{C}$ 下干燥 $(16\pm 2)\text{ h}$ 后,称取 2.829 g 置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

注:除非另有规定,标准储备溶液在常温($15^\circ\text{C}\sim 25^\circ\text{C}$)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。

4.4 六价铬标准工作溶液(1 mg/L)

移取 1 mL 标准储备溶液(4.3)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。当天配制。

4.5 显色剂

称取 1 g 二苯基碳酰二肼($\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$),溶于 100 mL 丙酮中,滴加 1 滴冰乙酸。

注:溶液应放在棕色瓶内,置于 4°C 条件下保存,有效期为两周。

5 仪器与设备

- 5.1 分光光度计:波长 540 nm,配有光程为 40 mm 或其他合适的比色皿。
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 测定步骤

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

移取 20 mL 样液(6.1),加入 1 mL 磷酸溶液(4.2)后,再加入 1 mL 显色剂(4.5)混匀;另取 20 mL 水,加 1 mL 显色剂和 1 mL 磷酸溶液,作为空白参比溶液。室温下放置 15 min,在 540 nm 波长下测定显色后样液的吸光度,该吸光度记为 A_1 。

考虑到样品溶液的不纯和褪色,取 20 mL 的样液加 2 mL 水混匀,水作为空白参比溶液,在 540 nm 波长下测定空白样液的吸光度,该吸光度记为 A_2 。

注:试样掉色严重并影响到测试结果时,可用硅镁吸附剂吸附或用其他合适方法,去除颜色干扰后,再按 6.2 测定,并在试验报告中说明。

7 标准工作曲线的绘制

7.1 分别取 0、0.5、1.0、2.0、3.0 mL 六价铬标准工作溶液(4.4)于 50 mL 的容量瓶中,加入水稀释至刻度,配制成浓度为 0、0.01、0.02、0.04、0.06 $\mu\text{g/mL}$ 的溶液。

7.2 分别取 7.1 中不同浓度的溶液 20 mL,加入 1 mL 显色剂和 1 mL 磷酸溶液,摇匀;另取 20 mL 的水,加入 1 mL 显色剂和 1 mL 磷酸溶液作为空白溶液。室温下显色 15 min,在 540 nm 波长下测定吸光度。

7.3 以吸光度为纵坐标,六价铬离子浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,绘制标准工作曲线。

8 计算和结果的表示

根据式(1)计算每个试样的校正吸光度:

$$A = A_1 - A_2 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A ——校正吸光度;

A_1 ——显色后样液的吸光度;

A_2 ——空白样液的吸光度。

用校正后的吸光度数值,通过工作曲线查出六价铬浓度。

根据式(2)计算试样中可萃取的六价铬含量:

$$X = \frac{c \times V \times F}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——试样中可萃取的六价铬含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——样液中六价铬浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——样液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

F ——稀释因子。

以两个试样的平均值作为样品的试验结果,计算结果表示到小数点后两位。

9 测定低限和精密度

9.1 测定低限

本方法的测定低限为 0.20 mg/kg。

9.2 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不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%。

10 试验报告

试验报告包括下列内容:

- a) 本部分的编号;
 - b) 样品的详细描述;
 - c) 试验结果;
 - d) 试验日期;
 - e) 试验中出现的异常情况;
 - f) 与规定程序的偏离。
-