



中华人民共和国国家标准

GB/T 30157—2013

纺织品 总铅和总镉含量的测定

Textiles—Determination of total content of lead and cadmium

2013-12-17 发布

2014-10-15 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国纺织工业联合会提出。

本标准由全国纺织品标准化技术委员会基础标准分技术委员会(SAC/TC 209/SC 1)归口。

本标准起草单位:中纺标(北京)检验认证中心有限公司、国家纺织制品质量监督检验中心、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:章辉、井婷婷、郑宇秀、保琦蓓、冯云、傅科杰。

纺织品 总铅和总镉含量的测定

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本标准规定了纺织产品中总铅和总镉含量的测定方法。

本标准适用于各种纺织产品。

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 原理

试样经浓酸消解,消解后的溶液经稀释定容后用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-AES)在适当的条件下测定铅和镉的发射强度,或用原子吸收分光光度计测量铅和镉的吸光度,对照标准工作曲线确定各种金属离子的浓度,计算出试样中重金属的总量。

4 试剂和材料

除非另有说明,仅使用分析纯或以上级别的试剂和 GB/T 6682 规定的二级水或以上级别的水。

4.1 浓硝酸

4.2 3%(体积分数)硝酸

取 3 mL 浓硝酸(4.1),用二级水定容至 100 mL。

4.3 氟硼酸

4.4 氢氟酸

4.5 过氧化氢

4.6 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。

4.6.1 铅(Pb)标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

称取 0.160 g 硝酸铅 $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$,用 10 mL 硝酸(1+9)溶解,移入 100 mL 容量瓶中稀释至刻度。

4.6.2 镉(Cd)标准储备溶液(1 000 μg/mL)

称取 0.203 g 氯化镉($\text{CdCl}_2 \cdot \frac{5}{2}\text{H}_2\text{O}$),用 10 mL 硝酸(1+9)溶解,移入 100 mL 容量瓶中,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 6 个月,当出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,宜重新制备。

4.7 标准工作溶液(50 μg/mL)

从标准储备溶液中准确移取 2.50 mL 置于容量瓶中,用 3%硝酸(4.2)定容至 50 mL。

注:标准工作溶液在常温(15℃~25℃)下有效期一般为二周,若出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,宜重新制备。

5 设备和仪器

- 5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-AES)或原子吸收分光光度计。
- 5.2 微波消解仪:带程序温度控制功能。
- 5.3 消解容器。
- 5.4 一次性刀片。
- 5.5 容量瓶:50 mL,100 mL。
- 5.6 移液管:0.5 mL,1.0 mL,2.0 mL。
- 5.7 水相过滤膜:孔径 0.45 μm。
- 5.8 天平:精度为 0.01 mg。

6 分析步骤

6.1 试样的制备与处理

6.1.1 制备

取有代表性试样,将试样剪碎至 5 mm×5 mm 的小片,称取 0.2 g 左右的试样,精确至 0.000 1 g。

6.1.2 消解

往装有待测试样和空白的消解容器中分别加入 5.0 mL 浓硝酸(4.1),待试样和酸在室温下反应完全后,将消解容器密封并放置到微波消解仪(5.2)中,用 10 min 升温至(175±5)℃,并在(175±5)℃保持 5 min,让试样冷却至少 5 min,然后从微波消解仪中取出。打开消解容器前应先通风柜中将微波消解罐冷却到室温或冷却至少 30 min。

注 1:由于消解仪型号不同,不同实验室可采用不同的消解程序,只要保证样品消解完全即可。

注 2:对于 PU 等较难消解的涂层样品,可加入适量氟硼酸、氢氟酸和双氧水等。

注 3:在试验中如使用了氢氟酸,要加 30 mL 4%的硼酸到每个容器中,使之与氢氟酸络合以保护石英等离子炬管。

6.1.3 样液定容

将消化后的溶液转移于 50 mL 的容量瓶(5.5)中,用少量水分 3 次淋洗消解容器,合并淋洗液于容量瓶中,用水定容到刻度,混匀,过水相过滤膜(5.7),滤液应尽快用于电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-AES)或原子吸收分光光度计(5.1)分析。

注:纺织产品用辅料和装饰部件的预处理方法参见附录 A。

6.2 ICP-AES 分析和测定

6.2.1 ICP-AES 分析元素的分析波长

Pb 元素分析波长为 220.3 nm, Cd 元素分析波长为 214.4 nm。

注：为了消除其他元素的光谱干扰，可同时选取一条其他波长处的谱线作参考。

6.2.2 测定

6.2.2.1 工作曲线的测定

根据试验要求和仪器情况，将标准工作溶液(4.7)用水逐级稀释至适当浓度的系列工作溶液，设置仪器的分析条件，点燃等离子体焰炬，待焰炬稳定后，在相应的波长下，按浓度由低到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($\mu\text{g/mL}$)为横坐标，绘制工作曲线。

6.2.2.2 样液的测定

按 6.2.2.1 所设定的仪器条件，测定空白溶液和样液(6.1.3)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 1：若样液中铅和镉的浓度超过了标准曲线最高点的 1.5 倍，宜将样液进行适当稀释，重新进行分析。

注 2：测定空白溶液和样液中的铅和镉浓度时，也可以采用火焰原子吸收光谱法，采用该方法时应注意校正可能存在的干扰。报告中要注明采用的方法。

注 3：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 B。

6.2.2.3 质量核查

每进行 20 次试验测试后都要做质量校正曲线，以保证试验结果的准确性。

7 结果计算

7.1 试样中的重金属元素 i 的含量，按式(1)计算。

$$w_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_i —— 试样中重金属元素 i 的总含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

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

c_0 —— 空白溶液中被测重金属元素 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)。

7.2 计算结果表示到个位数。低于测定低限时，试验结果为未检出。

8 测定低限和精密度

8.1 方法的检出限

本方法中铅的检出限为 2.50 mg/kg，镉的检出限为 0.25 mg/kg。如果采用火焰原子吸收光谱法分析，方法的检出限可能有所差异。

8.2 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备、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独立测试结果的相对标准偏差不大于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

试验报告至少应给出下述内容:

- a) 使用的标准(即本标准)编号;
- b) 样品来源及描述;
- c) 测试结果;
- d) 任何偏离本标准的细节;
- e) 试验日期。

附录 A (资料性附录)

纺织产品用辅料和装饰部件的前处理方法

A.1 试剂

A.1.1 第 4 章所列试剂。

A.1.2 浓盐酸。

A.2 仪器与设备

A.2.1 第 5 章所列仪器与设备。

A.2.2 金属切割器。

A.2.3 旋转式研磨机。

A.2.4 低温粉碎机。

A.3 分析步骤

A.3.1 样品前处理

A.3.1.1 有涂层样品的制备

用一次性刀片将表面涂层刮下,不要刮掉基质,称取刮下的涂层 20 mg~100 mg 作为试样,精确至 0.1 mg,置于微波消解容器(5.3)中,并按 6.1.2~6.1.3 进行处理。

A.3.1.2 没有涂层的样品的制备

A.3.1.2.1 金属材料

将样品用金属切割器(A.2.2)切碎或用旋转式研磨机(A.2.3)将金属研碎。称取 30 mg~100 mg 试样,精确至 0.1 mg,置于微波消解容器(5.3)中。

往装有待测试样和空白的消解容器中分别加入 4.5 mL 浓硝酸(4.1)和 1.5 mL 浓盐酸(A.1.2),待试样和酸反应完全后,将消解容器密封放置到微波消解仪(5.2)中,用 5.5 min 升温至 $(175\pm 5)^\circ\text{C}$,并在 $(175\pm 5)^\circ\text{C}$ 保持 4.5 min,让样品冷却至少 5 min,然后从微波消解仪中取出。打开消解容器前应先 在通风柜中将微波消解罐冷却到室温或冷却至少 30 min。

根据取样量的大小将消化后的溶液转移于合适的容量瓶(5.5)中,用少量的水淋洗消解容器,合并淋洗液于容量瓶中,用水定容到刻度,混匀,过水相过滤膜(5.7),此液体用 ICP-AES 或原子吸收分光光度计(5.1)分析和测定(6.2)。

注:一般情况下,当取样量在 20 mg~49 mg 时,转移消化后的溶液于 10 mL 容量瓶中;当取样量在 50 mg~100 mg 时,转移消化后的溶液于 25 mL 容量瓶中。

A.3.1.2.2 塑料、聚合物等非硅质材料

将样品用低温粉碎机(A.2.4)粉碎或剪碎到不大于 1 mm×1 mm×1 mm,称取 30 mg~100 mg 粉碎的试样,精确至 0.1 mg,置于微波消解容器中。

往装有测试样和空白的消解容器中分别加入 8.0 mL 浓硝酸,待试样和酸反应完全后,将消解容器密封并放置到微波消解仪中,用 20 min 升温至 $(210\pm 5)^{\circ}\text{C}$,并在 $(210\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 保持 10 min,让样品冷却至少 5 min,然后从微波消解仪中取出。打开消解容器前应先先在通风柜中将消解罐冷却到室温或至少 30 min。

根据取样量的大小将消化后的溶液转移于合适的容量瓶(5.5)中,用少量的水淋洗消解容器,合并淋洗液于容量瓶中,用水定容到刻度,混匀,过水相过滤膜(5.7),此液体用于 ICP-AES 分析或其他合适的仪器(5.1)分析和测定(6.2)。

A.3.1.2.3 水晶、玻璃等硅质材料

将样品用低温粉碎机(A.2.4)粉碎。称取 30 mg~100 mg 粉碎的试样,精确至 0.1 mg,置于微波消解容器中。

往装有测试样和空白的消解容器中分别加入 3 mL 浓硝酸(4.1)和 1 mL 氢氟酸(4.4),待试样和酸反应完全后,将消解容器密封并放置到微波消解仪中,用 5.5 min 升温至 $(175\pm 5)^{\circ}\text{C}$,并在 $(175\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 保持 9.5 min,让样品冷却至少 5 min,然后从微波消解仪中取出。打开消解容器前应先先在通风柜中将微波消解罐冷却到室温或冷却至少 30 min。

根据取样量的大小将消化后的溶液转移于合适的容量瓶(5.5)中,用少量的水淋洗消解容器,合并淋洗液于容量瓶中,用水定容到刻度,混匀,过水相过滤膜(5.7),此液体用于 ICP-AES 或其他合适的仪器(5.1)分析和测定(6.2)。

附录 B
(资料性附录)
ICP 光谱仪的工作条件

表 B.1 ICP 光谱仪的工作条件

| 光谱仪型号 | | IRIS HR | IRIS Advantage ICAP | JY238 | JY70P | JY381 | P-4010 | Baird PS4 | ICP-2000 |
|---------|----------------|--------------|---------------------|-------|-------|-------|--------|-----------|----------|
| 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 B.2 元素的分析波长及衍射级

| 元素 | Pb | Cd |
|---------|-------|-------|
| 波长(衍射级) | 220.3 | 214.4 |
| | 261.4 | 226.5 |
| | | 228.8 |