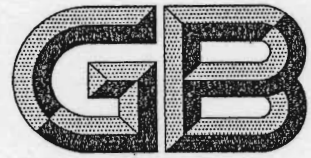


ICS 59.140.30
Y 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 22930—2008

皮革和毛皮 化学试验 重金属含量的测定

Leather and fur—Chemical tests—
Determination of heavy metal content

2008-12-30 发布

2009-09-01 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

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国皮革工业标准化技术委员会(SAC/TC 252)归口。

本标准起草单位：中华人民共和国嘉兴出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：沈兵、丁云、王练、张萌萌、裘翼舟。

皮革化学 皮革中重金属
含量的测定

Leather and fur—Chemical test—
Determination of heavy metal content

皮革和毛皮 化学试验

重金属含量的测定

1 范围

本标准规定了皮革、毛皮中铅(Pb)、镉(Cd)、镍(Ni)、铬(Cr)、钴(Co)、铜(Cu)、锑(Sb)、砷(As)、汞(Hg)九种元素的总量和可萃取量的测定方法。

本标准适用于各类皮革、毛皮及其制品。

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 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—2008,ISO 3696:1987,MOD)

QB/T 1267 毛皮成品 样块部位和标志

QB/T 1272 毛皮成品 化学分析试样的制备及化学分析通则

QB/T 1273 毛皮成品 挥发物含量的测定

QB/T 2706 皮革 化学、物理、机械和色牢度试验 取样部位(QB/T 2706—2005,ISO 2418:2002,MOD)

QB/T 2716 皮革 化学试验样品的准备(QB/T 2716—2005,ISO 4044:1977,MOD)

QB/T 2717 皮革 化学试验 挥发物的测定

3 原理

重金属总量:试样经微波消解后,将消解液定容,用电感耦合等离子发射光谱(ICP-AES)法同时测定铅、镉、镍、铬、钴、铜、锑、砷、汞等重金属的浓度,计算出试样中重金属总量。

重金属可萃取量:试样经人造汗液萃取后,萃取液用电感耦合等离子发射光谱(ICP-AES)法同时测定铅、镉、镍、铬、钴、铜、锑、砷、汞等重金属的浓度,计算出试样中重金属可萃取量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 的二级水或相当纯度的水。

4.1 硝酸,优级纯。

4.2 过氧化氢,优级纯。

4.3 酸性汗液,按 GB/T 3922 配制,现配现用。

4.4 铅、镉、镍、铬、钴、铜、锑、砷、汞各重金属标准贮备溶液(标准物质,介质为 HCl 或 HNO₃),1 000 μg/mL。

5 仪器和装置

5.1 电感耦合等离子发射光谱仪(ICP-AES),氩气纯度大于等于 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。仪器工作参考条件为:

- a) 辅助气流量 0.5 L/min;
- b) 泵速 100 r/min;
- c) 积分时间:长波(>260 nm)5 s,短波(<260 nm)10 s;
- d) 参考分析波长:铜 327.395 nm,钴 238.892 nm,镍 231.604 nm,铈 206.834 nm,镉 228.802 nm,铬 205.560 nm,铅 220.353 nm,砷 193.696 nm,汞 194.164 nm。

5.2 微波消解仪,具有压力控制系统,配备聚四氟乙烯消化罐。

5.3 可控温加热板。

5.4 分析天平,精确至 0.1 mg。

5.5 机械振荡器,圆周运动,可控温(37±2)℃,振荡频率(100±10)r/min。

5.6 2号砂芯漏斗。

6 试样制备

6.1 取样

6.1.1 标准部位取样

6.1.1.1 皮革:按 QB/T 2706 的规定进行。

6.1.1.2 毛皮:按 QB/T 1267 的规定进行。

6.1.2 非标准部位取样

如果不能从标准部位取样(如直接从鞋、服装上取样),应在可利用面积内的任意部位取样,样品应具有代表性并在试验报告中详细记录取样情况。

注:切取样块过程中避免损伤毛被,保持毛被完好。

6.2 试样的制备

6.2.1 皮革:按 QB/T 2716 的规定进行。

6.2.2 毛皮:按 QB/T 1272 的规定进行。

6.2.3 除去样品上面的胶水、附着物,将试样混匀,装入清洁的试样瓶内待测。

7 试验步骤

7.1 重金属总量的测定

7.1.1 消解

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.1 mg)置于聚四氟乙烯消化罐内,加入 1 mL 过氧化氢(4.2)和 4 mL 硝酸(4.1),在可控温加热板(5.3)上于 140℃加热 10 min。冷却后盖上内盖,套上外罐,拧紧罐盖,放入微波消解仪(5.2)中,按以下程序消解:压力 0.5 MPa 消解 1 min、压力 2.0 MPa 消解 2 min、压力 3.0 MPa 消解 4 min。消解完成后,消化罐于微波消解仪中冷却 10 min~20 min,然后取出消化罐,打开外盖和内盖。待冷却至室温后,将消解液转移到 25 mL 容量瓶中,用蒸馏水洗涤消化罐,洗涤液合并至容量瓶中,用水定容至刻度,供电感耦合等离子发射光谱测定用。

空白试验:不加试样,用与处理试样相同的方法和等量的试剂做空白试验。

7.1.2 测定

将铅、镉、镍、铬、钴、铜、铈、砷、汞各重金属标准贮备溶液(4.4)稀释至一系列合适浓度的标准工作溶液,用电感耦合等离子发射光谱仪(5.1)在参考波长下同时测定铅、镉、镍、铬、钴、铜、铈、砷、汞等重金属的光谱强度,以光谱强度为纵坐标,重金属浓度为横坐标,制作标准工作曲线。

将 7.1.1 所得的试样溶液和空白溶液分别用电感耦合等离子发射光谱仪(5.1)在参考波长下测定铅、镉、镍、铬、钴、铜、铈、砷、汞等重金属的光谱强度,对照标准工作曲线计算各重金属的浓度。

7.2 重金属可萃取量的测定

7.2.1 萃取

称取约 2.0 g 试样(精确至 0.1 mg),置于 100 mL 具塞三角烧瓶中,准确加入 50 mL 酸性汗液(4.3),盖上塞子后轻轻振荡,使样品充分湿润。然后在机械振荡器(5.5)上于(37±2)℃振荡(60±5)min。萃取液用 2 号砂芯漏斗(5.6)过滤。

空白试验:不加试样,用与处理试样相同的方法和等量的试剂做空白试验。

7.2.2 测定

将 7.2.1 所得的溶液按 7.1.2 的方法测定。

8 结果的表述

8.1 重金属含量的计算

按式(1)计算试样中的重金属含量:

$$w_i = \frac{(c_i - c_{i0}) \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w_i ——试样中的重金属 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_i ——由工作曲线计算出的试样溶液中重金属 i 的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- c_{i0} ——由工作曲线计算出的空白溶液中重金属的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样称取的质量,单位为克(g)。

8.2 以绝干质量计算的试样中重金属含量的换算

按式(2)计算出以绝干质量计算的试样中的重金属含量:

$$w_{i-dry} = w_i \times D \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- w_{i-dry} ——以绝干质量计算的试样中的重金属 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- w_i ——试样中的重金属 i 的含量(以试样实际质量计算),单位为毫克每千克(mg/kg);
- D ——转换成绝干质量的换算系数[$D = \frac{100}{100 - W}$, W 为按 QB/T 2717 或 QB/T 1273(带毛)测得的样品中的挥发物含量,%]。

8.3 结果表示

重金属含量应注明是以试样实际质量为基准,还是以试样绝干质量计算为基准,用 mg/kg 表示,修约至 0.1mg/kg。当发生争议或仲裁试验时,以绝干质量为准。挥发物用%表示,修约至 0.1%。

两次平行试验结果的差值与平均值之比应不大于 10%,以两次平行试验结果的算术平均值作为结果。

8.4 检测限和回收率

本方法的检测限和回收率参见附录 A。

9 试验报告

试验报告应包含以下内容:

- a) 本标准编号;
- b) 样品名称、种类、取样的详细信息;
- c) 样品中的重金属含量(mg/kg),注明总量还是可萃取量;

- d) 应注明试验结果是以样品实际质量为基准,还是以样品绝干质量计算为基准,如果以样品绝干质量计算为基准,应注明样品中的挥发物含量, %;
- e) 试验中出现的异常现象;
- f) 实测方法与本标准不同之处;
- g) 试验人员、日期。

附 录 A
(资料性附录)
方法的检测限和回收率

A.1 检测低限

本方法的检测低限见表 A.1。

表 A.1 方法检测低限

单位为毫克每千克

元素	Cu	Co	Ni	Sb	Cd	Cr	Pb	As	Hg
可萃取量	0.05	0.03	0.05	0.26	0.04	0.02	0.11	0.36	0.50
总量	0.17	0.06	0.07	0.38	0.07	0.09	0.27	0.86	0.64

A.2 加标回收率

本方法的加标回收率在表 A.2 所列的加标浓度下,铅、镉、镍、铬、钴、铜、锑、砷、汞的总量的回收率为 80%~115%。

表 A.2 加标浓度

元素		Cu	Co	Ni	Sb	Cd	Cr	Pb	As	Hg
加标浓度/ (mg/L)	1	0.8	0.08	0.08	0.6	0.02	0.4	0.02	0.02	0.2
	2	4	0.4	0.4	3	0.1	2	0.1	0.1	1
	3	8	0.8	0.8	6	0.2	4	0.2	0.2	2