



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4022—2014

进出口纺织品 痕量铅的测定 纳米二氧化钛富集-电感耦合 等离子体发射光谱法

Import and export textiles—Determination of trace lead
Nano-titanium dioxide enrichment-ICP-AES method

2014-04-09 发布

2014-11-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则编写。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国北京出入境检验检疫局，天祥(天津)质量技术服务有限公司。

本标准主要起草人：唐晓萍、刘阳、王静、韩晶、王强、崔莎莎、席再娟、王海琦、于涛、苗其来、张磊、周征宇、朱林平、严兰珍、胡雅洁、王寅超。

进出口纺织品 痕量铅的测定

纳米二氧化钛富集-电感耦合 等离子体发射光谱法

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

本标准规定了纺织品中可萃取重金属铅(Pb)含量的纳米二氧化钛富集-电感耦合等离子体发射光谱测定方法。

本标准适用于纺织品中可萃取重金属铅(Pb)含量的测定,含量范围:0.1 mg/kg~2 mg/kg。

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 3922 纺织品色牢度试验 耐汗渍色牢度

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,在萃取液中加入纳米二氧化钛,用少量盐酸将吸附在纳米二氧化钛中的铅洗脱,用电感耦合等离子体发射光谱仪测定洗脱液中的铅含量。

4 试剂和材料

除另有规定外,仅使用优级纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 浓硝酸:质量分数为 65%~68%。

4.2 浓盐酸:质量分数为 36%~38%,电子级。

4.3 纳米二氧化钛(TiO_2):白色粉末状,平均粒径 $\leq 25\text{ nm}$,比表面积 $60\text{ m}^2/\text{g}\sim 75\text{ m}^2/\text{g}$,二氧化钛含量 99.5%。处理方法:将纳米 TiO_2 置于 100 mL 烧杯中,加入 30%的硝酸溶液(4.4),使硝酸溶液没过纳米 TiO_2 ,浸泡 30 min,并不时搅拌,用超纯水洗至中性,抽滤。重复操作一次后,在 100 °C 下烘干,避光保存,备用。

4.4 30%硝酸溶液:量取 300 mL 浓硝酸(4.1),缓缓倒入 700 mL 水中,搅拌混匀。

4.5 10%硝酸溶液:量取 100 mL 浓硝酸(4.1),缓缓倒入 900 mL 水中,搅拌混匀。

4.6 4%盐酸溶液:量取 40 mL 浓盐酸(4.2),缓缓倒入 960 mL 水中,搅拌混匀。

4.7 酸性汗液:根据 GB/T 3922 的规定配制酸性汗液,试液应现用现配。

4.8 铅(Pb)标准储备溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):可使用有证标准物质或按如下方法配制:

称取 0.160 g 硝酸铅 $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$,用 10 mL 10%的硝酸溶液(4.5)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,

稀释至刻度。除另有规定外,标准储备溶液在 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,应重新制备。

4.9 铅(Pb)标准工作溶液(10 μg/mL):移取 10 mL 100 μg/mL 的铅标准储备溶液(4.8)于 100 mL 容量瓶中,加入 1 mL 浓硝酸(4.1),用水定容至刻度,配制成浓度为 10 μg/mL 的铅标准工作溶液。除另有规定外,标准工作溶液在 15℃~25℃下保存期为 7 d,当出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,应重新制备。

5 仪器设备

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES)。

5.2 恒温水浴振荡器:37℃±2℃,60次/min。

5.3 分液漏斗振荡器:振荡频率 200 次/min。

5.4 离心机:转速 4 000 r/min。

5.5 分析天平:感量 0.01 g。

5.6 具塞三角烧瓶:150 mL。

注:检测过程中使用的所有玻璃器皿在使用前用体积分数约 20%的硝酸溶液浸泡至少 24 h,再用水冲洗干净。

5.7 离心管:100 mL,聚四氟乙烯材质,具密封塞。

5.8 过滤头:0.22 μm,聚四氟乙烯材质。

5.9 分刻度吸量管:5 mL,50 mL。

注:可以使用与手动吸量管同样精度的自动移液器。

6 分析步骤

6.1 样品前处理

6.1.1 萃取

取有代表性样品,剪碎至 5 mm×5 mm 以下,混匀,称取 4 g 试样,精确至 0.01 g,置于具塞三角烧瓶(5.6)中,加入 80 mL 酸性汗液(4.7),将纤维充分浸湿,放入恒温水浴振荡器(5.2)中振荡 60 min 后取出,静置冷却至室温,过滤后的溶液用于吸附。

6.1.2 吸附

用分刻度吸量管(5.9)准确移取 30 mL 萃取液(6.1.1)于离心管(5.7)中,加入 0.05 g 纳米 TiO₂(4.3),混匀,置于分液漏斗振荡器中振荡 10 min(5.3),静置 10 min,离心 5 min(5.4),完全除去上层清液。

注:避免沉淀损失。若分离困难,可将大部分溶液除去后,将剩余的少许溶液烘干。

6.1.3 洗脱

用分刻度吸量管(5.9)准确移取 3 mL 4%盐酸溶液(4.6)于沉淀物(6.1.2)中,置于分液漏斗振荡器中振荡 10 min(5.3),静置 10 min,离心 5 min(5.4),用 0.22 μm 的聚四氟乙烯过滤头(5.8)将上清液注射过滤至样品瓶中,用 ICP-AES 仪分析。

6.2 空白溶液

用酸性汗液(4.7),按照 6.1.1~6.1.3 的步骤进行操作后,洗脱液用 ICP-AES 仪进行分析。

6.3 测定

6.3.1 标准工作曲线的绘制

将标准工作溶液(4.9)用4%的盐酸溶液(4.6)逐级稀释成浓度分别为0 μg/mL、0.05 μg/mL、0.2 μg/mL、0.4 μg/mL、0.6 μg/mL、0.8 μg/mL、1.0 μg/mL的系列工作溶液。参见附录A给出的参数设置仪器工作条件,待仪器稳定后,按照浓度由低至高的顺序依次测定系列工作溶液中铅元素的光谱强度。以光谱强度为纵坐标,以铅元素浓度为横坐标绘制标准工作曲线。

6.3.2 ICP-AES 测定

按照6.3.1中设定的仪器工作条件,测定空白溶液(6.2)和样品洗脱液(6.1.3)中铅(Pb)元素的光谱强度,从工作曲线上计算出铅(Pb)的浓度。

7 结果计算

试样中可萃取重金属铅(Pb)的含量,按式(1)计算:

$$X = \frac{V \times (c - c_0) \times F}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 试样中可萃取铅(Pb)含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

V —— 洗脱时加入盐酸溶液的体积,单位为毫升(mL);

c —— 洗脱液中可萃取铅(Pb)的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

c_0 —— 空白溶液中可萃取铅(Pb)的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

F —— 制备的萃取液总体积与吸附时移取的萃取液体积之比;

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 精密度和回收率

8.1 回收率

样品用酸性汗液萃取后,在萃取液中添加0.1 mg/kg~2 mg/kg的铅,方法回收率在80%~110%之间。

8.2 方法的精密度

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15%,以大于这两个测定值的算术平均值的15%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) 本标准的编号;

SN/T 4022—2014

- b) 样品的描述；
- c) 试验日期；
- d) 试验结果；
- e) 使用的仪器；
- f) 与本标准的任何偏差。

附 录 A
(资料性附录)
ICP 光谱仪的工作条件

表 A.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES)工作条件

项目	参数设置
功率	1.2 kW
雾化气(Ar)压力	28 psi
辅助气(Ar)流量	0.1 L/min
冷却气(Ar)流量	20 L/min
泵速	1.5 mL/min
检测波长(Pb)	220,353 nm
积分时间	25 s
积分次数	2 次
注：1 psi=6 894.76 Pa。	