



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4105—2015

进出口纺织品 铬橙、铬酸铅、 钼铬红的筛选检测方法

Screening method of lead sulfochromate yellow, lead chromate and
lead chromate molybdate on import and export textiles

2015-05-26 发布

2016-01-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 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：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：徐敏、柳映青、黄伯熹、梁灌、周长征、麦晓霞、任忠海、李胜梅、陈森淼。

进出口纺织品 铬橙、铬酸铅、 钼铬红的筛选检测方法

1 范围

本标准规定了纺织品中铬橙、铬酸铅、钼铬红的等离子体发射光谱仪筛选检测方法。

本标准适用于各种纺织品中铬橙、铬酸铅、钼铬红的筛选检测(临界值 1 000 mg/kg)。铅、铬、钼元素的检出限为10 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

JJG 768 发射光谱仪检定规程

3 方法提要

试样经微波消解处理,用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)测定,根据工作曲线确定溶液中铅(Pb)、铬(Cr)、钼(Mo)各金属元素的含量,再对试样中是否含有铬橙、铬酸铅、钼铬红进行筛选。

4 试剂

除非另有规定,仅使用优级纯试剂。所用水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

4.2 过氧化氢($\rho=1.11$ g/mL)。

4.3 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

4.4 铅、铬、钼标准储备溶液(100 μ g/mL):按 GB/T 602 配制或直接购买有证标准物质。

4.5 硝酸-盐酸混合溶液:量取 120 mL 硝酸(4.1),缓缓倒入 840 mL 水中,再量取 40 mL 盐酸溶液(4.3)一并混匀。

5 仪器设备

5.1 微波消解仪,配有温度传感器。

5.2 电感耦合等离子体发射光谱仪,符合 JJG 768 要求。

5.3 分析天平:感量为 0.1 mg。

5.4 容量瓶:50 mL、100 mL, A 级。

6 试样准备

从样品上取两块试样,剪碎成 2 mm×2 mm 以下,混匀。

7 试验步骤

7.1 试样消解

称量试样约 0.2 g,精确至 0.1 mg,,置于微波消解罐内,加入 6.0 mL 硝酸(4.1),1.0 mL 过氧化氢(4.2),2.0 mL 盐酸(4.3),1.0 mL 水。将消解罐封闭,参照表 A.1 给出的微波消解程序进行消解。

消解罐冷却至室温后,打开消解罐,将消解溶液转移至 50 mL 的容量瓶中,用水洗涤消解内罐和内盖 3 次,将洗涤液并入容量瓶中,用水定容至刻度,过滤。滤液用电感耦合等离子体发射光谱分析。

7.2 空白试验

不加试样,按照与试样消解处理(7.1)相同的操作步骤进行,得到空白试验溶液。

7.3 测定

7.3.1 绘制校准曲线

准确吸取 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL 铅、铬、钼标准储备溶液(4.4)于一组 100 mL 容量瓶中,后用硝酸-盐酸混合溶液(4.5)稀释至刻度,混匀。此系列标准溶液浓度分别为:0 μg/mL、1.0 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL。

注:标准工作溶液在 4℃ 以下避光保存,有效期为 1 个月。

在确定的仪器工作条件(参见表 A.2)下,按照浓度由低至高依次测定系列标准工作溶液,绘制校准曲线,校准曲线的线性相关系数应大于等于 0.999。

7.3.2 测定方法

在与 7.3.1 相同条件下测量所得的试样溶液,根据工作曲线和试样溶液的谱线强度值,仪器给出试样溶液(7.1)和空白试验溶液(7.2)中元素铅(Pb)、铬(Cr)、钼(Mo)的浓度值。

如果溶液中元素的浓度超出校准曲线的线性范围,则应该对消解溶液用硝酸-盐酸混合溶液(4.5)进行适当稀释至校准曲线范围水平后再测定。

8 计算

试样中各元素的含量按式(1)计算:

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

式中:

X_i ——试样中重金属 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_i ——试样溶液中重金属 i 的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

c_{i0} ——空白溶液中重金属 i 的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——试样溶液最终的定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

试样中金属的总量以各元素的质量分数 X_i 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示。

9 试样中铬橙、铬酸铅、钼铬红的筛选判定

9.1 试样中铬橙的筛选判定

如果试样中铅元素的含量小于 640 mg/kg 或铬元素的含量小于 105 mg/kg,可判断试样中铬橙的含量小于临界值(1 000 mg/kg)。

如果试样中铅元素的含量大于或等于 640 mg/kg 且铬元素的含量大于或等于 105 mg/kg,则试样中有可能含有超过临界值 1 000 mg/kg 的铬橙,由生产商提供产品的配方或其他相关信息后再作进一步判断。

9.2 试样中铬酸铅的筛选判定

如果试样中铅元素的含量小于 640 mg/kg 或铬元素的含量小于 160 mg/kg,可判断试样中铬酸铅的含量小于临界值(1 000 mg/kg)。

如果试样中铅元素的含量大于或等于 640 mg/kg 且铬元素的含量大于或等于 160 mg/kg,则试样中有可能含有超过临界值 1 000 mg/kg 的铬酸铅,由生产商提供产品的配方或其他相关信息后再作进一步判断。

9.3 试样中钼铬红的筛选判定

如果试样中铅元素的含量小于 640 mg/kg 或铬元素的含量小于 110 mg/kg 或钼元素的含量小于 30 mg/kg,可判断试样中钼铬红的含量小于临界值(1 000 mg/kg)。

如果试样中铅元素的含量大于或等于 640 mg/kg 且铬元素的含量大于或等于 110 mg/kg 且钼元素的含量大于或等于 30 mg/kg,则试样中有可能含有超过临界值 1 000 mg/kg 的钼铬红,由生产商提供产品的配方或其他相关信息后再作进一步判断。

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

A.1 微波消解仪工作条件,见表 A.1。

表 A.1 微波消解样品的温度控制程序

步骤	时间/min	温度/℃
升温 1	5	130
恒温 2	5	130
升温 3	5	180
恒温 4	5	180
升温 5	5	200
恒温 6	35	200
降温 7	—	—

A.2 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件¹⁾,见表 A.2。

表 A.2 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件

工作条件	等离子气流量 (L/min)	辅助气流量 (L/min)	雾化气流量 (L/min)	RF 功率 /W	试液提升量 (mL/min)	积分时间 /s	观测方式
设定参数	15	0.8	0.2	1 300	1.0	1~5	轴向

A.3 参考元素分析波长及检出限,见表 A.3。

表 A.3 参考元素分析波长及检出限

元素	分析波长/nm	检出限/(mg/kg)
Pb	220.353	10
Cr	267.716	10
Mo	202.031	10

1) 非商业性声明:所列参考电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件是在 Optima 7000 DV 电感耦合等离子体发射光谱仪上完成的,此处列出试验用仪器型号仅为提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家或型号的仪器。

附 录 B
(资料性附录)
元素与化合物换算系数

表 B.1 元素与化合物换算系数表

物质	CAS 号	分子式	铅元素的换算 因子	铬元素的换算 因子	钼元素的换算 因子
铬橙	1344-37-2	$\text{PbCrO}_4 \cdot \text{PbSO}_4$	1.562 5	9.295 1	—
铬酸铅	7758-97-6	PbCrO_4	1.559 8	6.215 7	—
钼铬红	12656-85-8	$7\text{PbCrO}_4 \cdot \text{PbMoO}_4 \cdot 2\text{PbSO}_4$	1.561 8	8.890 9	33.73