



中华人民共和国国家标准

GB/T 43821—2024

纺织品 铅释放量的测定

Textiles—Determination of lead release

2024-03-15 发布

2024-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国纺织工业联合会提出。

本文件由全国纺织品标准化技术委员会(SAC/TC 209)归口。

本文件起草单位：上海市质量监督检验技术研究院、安徽恒益智能科技股份有限公司、桐昆集团股份有限公司、浙江荣大时尚科技有限公司、深圳市上示科技有限公司、浙江西大门新材料股份有限公司、必维申美商品检测(上海)有限公司、中纺标检验认证股份有限公司、晋江市广知林针织有限公司、福建拓普检测技术有限公司、绍兴绿地针织有限公司、中纺标(福建)检测有限公司、东莞市惟思德科技发展有限公司。

本文件主要起草人：高铭、赵海浪、隋娇娇、刘宇、林圣光、李孟丽、陈伟略、宋明起、孙燕琳、苏涛、高权、李坚、陈金爱、李仲贵、章文福。



纺织品 铅释放量的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件描述了采用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)、石墨炉原子吸收光谱仪(GFAAS)或电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)测定纺织品及纺织制品附件经人工唾液处理后铅释放量的试验方法。

本文件适用于纺织品及纺织制品附件(纽扣、拉链等)的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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
- GB/T 18886—2019 纺织品 色牢度试验 耐唾液色牢度
- GB/T 30156 纺织制品涂层附件腐蚀和磨损的方法
- GB/T 30158—2013 纺织制品附件镍释放量的测定
- GB/T 40139 材料表面积的测量 高光谱成像三维面积测量法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

将试样制备后置于人工唾液中振荡处理,采用电感耦合等离子体发射光谱仪、石墨炉原子吸收光谱仪或电感耦合等离子体质谱仪测定振荡处理后人工唾液中铅浓度,结合试样面积计算出单位时间内试样的铅释放量。铅释放量用微克每平方米小时[$\mu\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{h})$]表示。

5 试剂或材料

除非另有规定,所有试剂均应为优级纯。水为 GB/T 6682 中规定的一级水。

- 5.1 硝酸:65%(质量分数), $\rho=1.40\text{ g/mL}$ 。
- 5.2 铅标准储备液($1\,000\text{ }\mu\text{g/mL}$):电子天平(6.3)称取 0.160 g 硝酸铅[$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$],用 10 mL 10%(体积分数)硝酸溶液溶解,移入 100 mL 容量瓶(6.6)中用 10%(体积分数)硝酸溶液稀释至刻度,得到质量浓度为 $1\,000\text{ }\mu\text{g/mL}$ 铅标准储备液,当铅标准储备液保存中出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象,宜重新配制。也可使用经国家认证并授予标准物质证书的铅标准物质或标准样品储备液。

注：铅标准储备液在常温(15℃~25℃)下保存期为6个月。

5.3 铅标准中间工作液(10 μg/mL)：准确吸取1 mL铅标准储备液(5.2)于100 mL容量瓶(6.6)中，用1%(体积分数)硝酸溶液稀释至刻度，得到10 μg/mL铅标准中间工作液，当铅标准中间工作液保存中出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象，宜重新配制。

注：铅标准中间工作液在常温(15℃~25℃)下保存期为2周。

5.4 铅系列标准工作液：准确吸取一定量铅标准中间工作液(5.3)于100 mL容量瓶(6.6)中，用1%(体积分数)硝酸溶液稀释至刻度，得到合适浓度的铅系列标准工作液。使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定时，可配制成0.00 μg/mL、0.02 μg/mL、0.04 μg/mL、0.20 μg/mL、0.40 μg/mL、0.80 μg/mL、1.00 μg/mL的系列标准工作液；使用石墨炉原子吸收光谱仪或电感耦合等离子体质谱仪测定时，可配制成0.00 μg/mL、0.01 μg/mL、0.02 μg/mL、0.04 μg/mL、0.05 μg/mL、0.08 μg/mL、0.10 μg/mL的系列标准工作液。铅系列标准工作液现配现用。

5.5 铋内标储备液(1 000 μg/mL或100 μg/mL)：经国家认证并授予标准物质证书的铋标准物质或标准样品储备液。

注：铋内标储备液在常温(15℃~25℃)下保存期为12个月。

5.6 铋内标工作液：准确吸取一定量铋内标储备液(5.5)，用1%(体积分数)硝酸溶液逐级稀释成合适浓度的铋内标工作液，可配制成0.005 μg/mL的铋内标工作液。铋内标工作液现配现用。

5.7 人工唾液：按照GB/T 18886—2019中4.3的规定配制人工唾液，避光保存，有效期为1周。

5.8 脱脂溶液：适当稀释的中性洗涤剂，例如质量分数为0.5%的十二烷基苯磺酸钠水溶液。

5.9 蜡或漆：不含铅，用于试样的非测试表面的涂覆，防止试验时铅从非测试面释放。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体发射光谱仪、石墨炉原子吸收光谱仪或电感耦合等离子体质谱仪。

6.2 恒温水浴振荡器：温度控制在(37±2)℃，振荡频率为(60±5)r/min。

6.3 电子天平：分度值为0.001 g。

6.4 钢直尺：测量范围0 mm~200 mm，分度值为1 mm。

6.5 带盖的容器：配旋口密封盖，由非金属、无铅和耐硝酸材料组成，例如玻璃、聚丙烯、聚四氟乙烯和聚苯乙烯。容器使用前宜在5%(体积分数)硝酸溶液中浸泡处理至少4 h。

6.6 容量瓶：50 mL、100 mL等。

7 试验步骤

7.1 试样制备

7.1.1 纺织品的制备

7.1.1.1 取样

将纺织试样剪成(10.0±0.5)cm²或其他合适尺寸。同一批次试样尽可能取三份试样进行试验。

注：织物主要是柔性材料，通过合理假设织物的任意部位均能被婴幼儿和儿童吮吸或放入口中。因此，不对织物的尺寸进行限制。

7.1.1.2 测量测试面积

用钢直尺(6.4)准确测量并计算纺织试样的测试面积。

7.1.2 纺织制品附件的制备

7.1.2.1 取样

对能被婴幼儿和儿童放入口中的纺织制品附件部分进行取样测试。为达到仪器分析灵敏度和最小进样量,被测试样测试面积至少 0.5 cm^2 。必要时相同的试样可一起测试以达到该最小面积。同一批次试样尽可能取三份试样进行试验。

注:纺织制品附件的任一尺寸(高度、长度或宽度)小于 5 cm ,或者通过合理假设能被婴幼儿和儿童接触的可拆卸、凸出部分的任一尺寸小于 5 cm ,则认为附件能被婴幼儿和儿童放入口中。

7.1.2.2 测量测试面积

按 GB/T 30158—2013 附录 A 中 A.1 或 GB/T 40139 规定测量纺织制品附件的测试面积。

7.1.2.3 磨损模拟

纺织制品涂层(电镀、油漆、聚合物或类似涂层)附件参考 FZ/T 01163 鉴别纺织附件涂层是否含铅。

无铅涂层的纺织制品附件按照 GB/T 30156 进行腐蚀和磨损。如有可能,应对整件物品进行处理。含铅涂层的纺织制品附件不做腐蚀和磨损处理。

7.1.2.4 遮蔽

若试样存在非测试表面(不能放入婴幼儿和儿童口中的面),为避免从试样非测试表面上释放出铅,这类表面应除去或加以保护,使其不接触人工唾液。在非测试表面上涂覆一层或多层防止铅释放的蜡或漆(5.9)。

7.1.2.5 脱脂

在室温下,将制备的纺织制品附件置于脱脂溶液(5.8)中轻轻搅动 2 min ,以水冲洗、晾干。脱脂步骤仅适用于需要去除多余油脂的试样部位。脱脂后,需使用塑料镊子夹取试样或佩戴清洁的防护手套进行后续试验。

注:这一清洗步骤的目的是去除外来的油脂和皮肤分泌物。本步骤会去除试样表面可能存在的铅污染,若需要测试这类铅污染,则不进行脱脂处理,但免除了清洗程序,可能影响试样的铅释放。

7.2 试样溶液的制备

将试样置于带盖的容器(6.5),根据试样测试面积,以 1 mL/cm^2 的比例添加人工唾液(5.7)。试验测试面积应全部浸入人工唾液(5.7),蜡或漆保护的表面不必浸入。用密闭的盖子封盖容器(6.5),以免唾液蒸发。记录试样测试面积和使用的人工唾液体积。如果试样结构蓬松,可适当增加人工唾液体积,保证试样被完全浸没。

将封盖容器(6.5)放置在恒温水浴振荡器(6.2)中振荡处理 $(60\pm5)\text{ min}$,将振荡处理的人工唾液定量转移至适当的容量瓶中,容量瓶大小的选定宜考虑测定铅的仪器灵敏度。为防止释放出的铅再沉淀,向容量瓶内加入适量的 10% (体积分数)硝酸溶液,以水稀释至刻度,使溶液中硝酸体积分数约为 1% ,得到试样溶液。

7.3 空白溶液的制备

除不加试样外,其余步骤按 7.2 操作。

7.4 仪器工作条件

仪器参考工作条件见附录 A。

7.5 标准曲线的制作

在附录 A 或其他合适的仪器工作条件下,使用电感耦合等离子体发射光谱仪、石墨炉原子吸收光谱仪或电感耦合等离子体质谱仪(6.1)按质量浓度由低至高依次测定铅系列标准工作液(5.4)中铅的信号响应值。使用电感耦合等离子体质谱仪测定时,将铅系列标准工作溶液(5.4)注入仪器的同时,注入铋内标工作液(5.6),得到铅与铋的信号响应比值。

电感耦合等离子体发射光谱仪或石墨炉原子吸收光谱仪测定时,以铅质量浓度为横坐标、铅元素响应信号值为纵坐标,绘制标准曲线。计算标准曲线线性相关系数,线性相关系数应不小于 0.995。

电感耦合等离子体质谱仪测定时,以铅质量浓度为横坐标、铅与铋的响应信号比值为纵坐标,绘制标准曲线。计算标准曲线线性相关系数,线性相关系数应不小于 0.995。

7.6 试样溶液的测定

在与标准曲线测定相同的仪器工作条件下,使用电感耦合等离子体发射光谱仪、石墨炉原子吸收光谱仪或电感耦合等离子体质谱仪(6.1)依次测定空白溶液(7.3)、试样溶液(7.2)。使用电感耦合等离子体质谱仪测定时,将空白溶液(7.3)、试样溶液(7.2)注入仪器的同时,在线加入内标工作液(5.6),得到相应铅与铋信号响应比值。根据铅标准曲线(7.5)得到空白溶液(7.3)和试样溶液(7.2)的铅浓度。

如试样溶液(7.2)中铅浓度高于铅标准曲线的最高浓度,应使用 1%(体积分数)硝酸溶液稀释后再测定,且空白溶液(7.3)应随其平行稀释后测定。

8 结果计算和表示

单位时间内试样铅释放量按公式(1)计算:

$$d = \frac{V \times (C_1 - C_0) \times f}{a \times t} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- d ——试样铅释放量,单位为微克每平方厘米小时[$\mu\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{h})$];
- V ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- C_1 ——试样溶液中铅质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- C_0 ——空白溶液中铅质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- f ——稀释因子;
- a ——试样的测试面积,单位为平方厘米(cm^2);
- t ——人工唾液振荡处理试样的时长,1 h。

根据取样数量计算测定结果的算术平均值作为试验结果,结果修约至小数点后三位。

9 定量限和精密度

9.1 定量限

方法定量限为 0.020 $\mu\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{h})$ 。

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

互独立进行测试,获得的两次独立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 20%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20%的情况不超过 5%为前提。

10 试验报告

试验报告至少应包括以下内容:

- a) 试样的信息,包括试样来源、测试面积及其他必要的描述;
- b) 本文件编号;
- c) 取样说明;
- d) 磨损处理说明(如适用);
- e) 测试仪器类型;
- f) 铅释放量的测定结果;
- g) 任何偏离本文件的细节;
- h) 试验日期。

附录 A
(资料性)
仪器参考工作条件

A.1 电感耦合等离子体发射光谱仪参考工作条件

表 A.1 给出了电感耦合等离子体发射光谱仪的参考工作条件。

表 A.1 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件

仪器参数	参数值	仪器参数	参数值
入射功率	1 150 W	雾化气流量	0.6 L/min
等离子体气流量	12.5 L/min	蠕动泵转速	45 r/min
辅助气流量	0.5 L/min	谱线波长	220.3 nm、261.4 nm

A.2 石墨炉原子吸收光谱仪参考工作条件

表 A.2 和表 A.3 给出了石墨炉原子吸收光谱仪的参考工作条件。

表 A.2 石墨炉原子吸收光谱仪参考工作条件

仪器参数	参数值
谱线波长	283.3 nm
狭缝	0.7 nm
灯电流	5 mA

表 A.3 石墨炉程序升温参考工作条件

步骤	温度 ℃	升温速率 ℃·s ⁻¹
1	110	5
2	130	15
3	850	10
4	1 600	0
5	2 450	1



A.3 电感耦合等离子体质谱仪参考工作条件

表 A.4 给出了电感耦合等离子体质谱仪的参考工作条件。

表 A.4 电感耦合等离子体质谱参考工作条件

仪器参数	参数值	仪器参数	参数值
铅分析质量数	206/207/208	铋分析质量数	209
测定模式	标准模式	射频功率	1 550 W
冷却气(Ar)流量	14.0 L/min	雾化室温度	2.7 ℃
辅助气(Ar)流量	0.8 L/min	重复次数	3
载气(Ar)流量	1.0 L/min	驻留时间	0.05 s

参 考 文 献

[1] FZ/T 01163 纺织品及其附件总铅和总镉含量的测定 X 射线荧光光谱(XRF)分析法



www.bzxz.net

免费标准下载网