

GB/T 17593.4—2006 勘误

中华人民共和国国家标准 GB/T 17593.4—2006《纺织品 重金属的测定 第4部分：砷、汞 原子荧光分光光度法》勘误：

1 4.6 条中的“加水约 600 mL”应为“加水约 60 mL”。

特此更正。

全国纺织品标准化技术委员会基础分会

瑞安市质量技术监督检测院



中华人民共和国国家标准

GB/T 17593.4—2006

纺织品 重金属的测定 第4部分：砷、汞 原子荧光分光光度法

Textiles—Determination of heavy metals—
Part 4: Arsenic and mercury—
Atomic fluorescence spectrophotometry

2006-05-25 发布

2006-12-01 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

GB/T 17593《纺织品 重金属的测定》包括以下部分：

- 第1部分：原子吸收分光光度法；
- 第2部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第3部分：六价铬 分光光度法；
- 第4部分：砷、汞 原子荧光分光光度法。

本部分为 GB/T 17593 的第4部分。

本部分由中国纺织工业协会提出。

本部分由全国纺织品标准化技术委员会基础分会(SAC/TC209/SC1)归口。

本部分起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、纺织工业标准化研究所。

本部分主要起草人：蔡建和、徐鑫华、曹锡忠、丁友超、沈崇钰、周静珠、郑宇英。

纺织品 重金属的测定

第4部分:砷、汞

原子荧光分光光度法

警告——使用 GB/T 17593 的本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

GB/T 17593 的本部分规定了采用原子荧光分光光度仪(AFS)测定纺织品中可萃取砷(As)、汞(Hg)含量的方法。

本部分适用于纺织材料及其产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17593 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后的所有修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 3922 纺织品耐汗渍色牢度实验方法(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—1992,neq ISO 3696:1987)

3 原理

3.1 砷测定

用酸性汗液萃取试样后,加入硫脲-抗坏血酸将五价砷转化为三价砷,再加入硼氢化钾使其还原成砷化氢,由载气带入原子化器中并在高温下分解为原子态砷。在 193.7 nm 荧光波长下,对照标准曲线确定砷含量。

3.2 汞测定

用酸性汗液萃取试样后,加入高锰酸钾将汞转化为二价汞,再加入硼氢化钾使其还原成原子态汞,由载气带入原子化器中。在 253.7 nm 荧光波长下,对照标准曲线确定汞含量。

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 规定的一级水。

4.1 硝酸:65%~68%。

4.2 硝酸溶液(1+19):量取 50 mL 硝酸(4.1),缓缓倒入 950 mL 水中,混匀。

4.3 酸性汗液:按 GB/T 3922 配制。现配现用。

4.4 硼氢化钾溶液(10 g/L):称取 0.5 g 氢氧化钠,用约 80 mL 水溶解,加入 10.0 g 硼氢化钾溶解后,再加水至 1 000 mL。当日使用。

4.5 硼氢化钾溶液(0.1 g/L):称取 2 g 氢氧化钠,加水约 600 mL 溶解后,加入 0.10 g 硼氢化钾溶解后,加水至 1 000 mL。现配现用。

4.6 硫脲-抗坏血酸混合液:分别称取 2.0 g 硫脲和 2.0 g 抗坏血酸,加水约 600 mL 溶解后,加入 10 mL 硝酸(4.1),加水至 100 mL。现配现用。

4.7 高锰酸钾溶液(4 g/L):0.4 g 高锰酸钾溶解于 100 mL 水中,避光保存。

4.8 标准储备溶液

可使用标准物或按如下方法配制。

4.8.1 砷标准储备溶液(100 mg/L):精确称取于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷(As_2O_3) 0.132 0 g,用 10 mL 100 g/L 氢氧化钠溶液溶解,用适量水转移至 1 000 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(4.2)50 mL,用水稀释至刻度,混匀。

4.8.2 汞标准储备溶液(100 mg/L):精确称取 0.135 4 g 干燥过的二氯化汞(HgCl_2),加 50 mL 硝酸溶液(4.2)溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:除另有规定外,标准储备液在常温($15^\circ\text{C}\sim 25^\circ\text{C}$)下,保存期为 6 个月,当出现浑浊、沉淀或有颜色变化等现象时,应重新配置。

4.9 标准工作溶液

4.9.1 砷标准工作溶液($20\text{ }\mu\text{g/L}$):吸取 1.00 mL 砷标准储备溶液(4.8.1)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,得到浓度为 1 mg/L 的砷标准溶液。再吸取 1 mg/L 的标准溶液 2.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用酸性汗液(4.3)稀释至刻度。当日使用。

4.9.2 汞标准工作溶液($1\text{ }\mu\text{g/L}$):吸取 1.00 mL 汞标准储备溶液中(4.8.2)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,得到浓度为 1 mg/L 的汞标准溶液。再吸取 1 mg/L 的标准溶液 1.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,得到 $10\text{ }\mu\text{g/L}$ 的汞标准溶液。再吸取 $10\text{ }\mu\text{g/L}$ 标准溶液 10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(4.1),用酸性汗液(4.3)稀释至刻度。当日使用。

5 仪器和设备

5.1 原子荧光分光光度仪:配置顺序注射进样装置。

5.2 空心阴极灯:砷灯和汞灯。

5.3 玻璃砂芯漏斗:60 mL,2 号。

5.4 恒温水浴振荡器:(37 ± 2) $^\circ\text{C}$,60 r/min。

5.5 三角烧瓶:具塞,150 mL。

注:在检测过程中使用的所有玻璃器皿在使用前用硝酸溶液(4.2)浸泡至少 24 h,再用水冲洗干净。

6 测定步骤

6.1 萃取液制备

从剪碎至 $5\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ 以下的混匀样品中称取 4 g 试样两份(供平行试验),精确至 0.01 g,置于三角烧瓶(5.5)中。加入 80 mL 酸性汗液(4.3),盖上瓶塞,用力振摇使纤维充分浸润。置于恒温水浴振荡器(5.4)中振摇(60 ± 5) min。静置,冷却至室温,用玻璃砂芯漏斗(5.3)过滤。

6.2 萃取液处理

6.2.1 砷试液制备

吸取 5.00 mL 萃取液,加入 5.00 mL 硫脲-抗坏血酸混合液(4.6),摇匀,待测。

注:由于溶液中的三价砷容易转化为五价砷,经过还原处理后的试液必须在当日内检测。

6.2.2 汞试液制备

吸取 5.00 mL 萃取液,加入 0.50 mL 硝酸(4.1),再加入 1.00 mL 高锰酸钾溶液(4.7),用酸性汗液(4.3)定容至 10.00 mL,摇匀后静置 1 h,待测。

注:由于低浓度汞的性质不稳定,经过氧化处理后的试液必须在当日内检测。

6.3 标准系列溶液配制

6.3.1 分别吸取砷标准工作溶液(4.9.1)0、1.00、2.00、4.00、5.00 mL,加入 5.00 mL 硫脲-抗坏血酸混合液(4.6),用酸性汗液(4.3)定容至 10.00 mL,混匀。制成浓度为 0、2.00、4.00、8.00、 $10.0\text{ }\mu\text{g/L}$

的砷标准系列溶液。

6.3.2 分别吸取汞标准工作溶液(4.9.2)0、2.00、4.00、8.00、10.00 mL,用酸性汗液(4.3)定容至10.00 mL,混匀。制成浓度为0、0.200、0.400、0.800、1.000 μg/L的汞标准系列溶液。

6.4 测定

6.4.1 仪器分析条件

由于实验室拥有的仪器设备多种多样,因此不可能给出仪器分析的通用条件。下列给出的参数证明是可行的。

使用 AFS-930 原子荧光分光光度仪测量砷、汞的工作条件见表 1,测量条件见表 2。

表 1 仪器工作条件

元 素	As	Hg
光电倍增管负高压/V	290	290
原子化器温度/℃	200	200
原子化器高度/mm	8	8
灯电流/mA	60	30
载气流量/(mL/min)	300	400
屏蔽气流量/(mL/min)	900	900

表 2 测量条件

读数时间/s	7	测量方式	标准曲线
延迟时间/s	2	读数方式	峰面积
注入量/mL	1	重复次数	1

6.4.2 仪器测定

6.4.2.1 砷测定

以硼氢化钾溶液(4.4)作为还原剂,同时以硝酸溶液(4.2)作为洗液,在 6.4.1 条件下进行仪器测定。在 193.7nm 处测定标准系列溶液(6.3.1)的荧光强度,以浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标绘制标准曲线。同样条件下测量砷试液(6.2.1)的荧光强度,与标准工作曲线比较定量。

6.4.2.2 汞测定

以硼氢化钾溶液(4.5)作为还原剂,同时以硝酸溶液(4.2)作为洗液,在 6.4.1 条件下进行仪器测定。在 253.7nm 处测定标准系列溶液(6.3.2)的荧光强度,以浓度为横坐标,荧光强度为纵坐标绘制标准曲线。同样条件下测量汞试液(6.2.2)的荧光强度,与标准工作曲线比较定量。

注:经过大量的样品检测后,原子荧光分光光度仪的自动进样塑料管中可能因沾附高锰酸钾的分解产物而显浅红色,但不影响测试结果。试验结束后,用硝酸溶液(4.2)清洗仪器 20 min,可消除此现象。

6.4.3 空白试验

除不加试样外,均按上述操作步骤进行。

6.4.4 结果计算

试样中可萃取砷或汞含量按式(1)计算:

$$X = \frac{2 \times (C_1 - C_0) \times V \times F}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X —— 试样中可萃取砷或汞的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C₁ —— 样液中砷或汞的含量,单位为微克每升(μg/L);

C₀ —— 试剂空白液中砷或汞含量,单位为微克每升(μg/L);

V ——样液体积,单位为毫升(mL);

m ——样品质量,单位为克(g);

F ——稀释因子。

检测结果取两次测定的平均值。计算结果表示到小数点后三位。

7 测定低限和精密度

7.1 测定低限

本方法砷测定低限为 0.1 mg/kg,汞测定低限为 0.005 mg/kg。

7.2 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的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 10%,以大于 10%的情况不超过 5%为前提。

8 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 试样描述;
 - b) 使用的标准;
 - c) 试验结果;
 - d) 偏离标准的差异;
 - e) 在试验中观察到的异常现象;
 - f) 试验日期。
-