

ICS 59.140.30
Y 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 22807—2008

GB/T 22807—2008

皮革和毛皮 化学试验 六价铬含量的测定

Leather and fur—Chemical tests—Determination of chromium VI content

中华人民共和国
国家标准
皮革和毛皮 化学试验
六价铬含量的测定
GB/T 22807—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷

*

书号:155066·1-36917 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 22807-2008

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

本标准参考了国际标准草案 ISO/DIS 17075:2006《皮革和毛皮 化学试验 六价铬含量的测定》。ISO/DIS 17075:2006 国际标准草案所使用的方法基于国际皮革工艺师和化学师联合会 (IULTCS) 的方法标准 IULTCS/IUC 18。

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、大连隆生服饰有限公司、中国皮革和制鞋工业研究院、陕西科技大学资源与环境学院、BLC-方圆(海宁)皮革检测中心。

本标准主要起草人: 沈兵、吴琦、赵立国、丁绍兰、黄新霞。

$$w_{\text{CrVI-dry}} = w_{\text{CrVI}} \times D \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$w_{\text{CrVI-dry}}$ ——以绝干质量计算的样品中六价铬含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；

w_{CrVI} ——样品中可溶性六价铬含量(以样品实际质量计算),单位为毫克每千克(mg/kg)；

D ——转换成绝干质量的换算系数。

其中：
$$D = \frac{100}{100 - w} \quad \dots\dots\dots (3)$$

w ——按 QB/T 2717 测得的样品中的挥发物含量,％。

8.3 回收率

$$R = \frac{(E_{1s} - E_{2s}) - (E_1 - E_2)}{M_2 \times F} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

R ——回收率,％；

E_{1s} ——加二苯卡巴肼溶液、六价铬标准溶液的试样溶液的吸光度；

E_{2s} ——不加二苯卡巴肼溶液、加六价铬标准溶液的试样溶液的吸光度；

E_1 ——加二苯卡巴肼溶液的试样溶液的吸光度；

E_2 ——不加二苯卡巴肼溶液的试样溶液的吸光度；

M_2 ——添加的六价铬含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

F ——校准曲线的斜率,单位为毫升每微克($\text{mL}/\mu\text{g}$)。

8.4 结果表示

六价铬含量应注明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,用 mg/kg 表示,修约至 0.1 mg/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％。

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

本方法检测限为 3 mg/kg。

如果检测到的六价铬含量超过 3 mg/kg,应将测试溶液与标准溶液(4.6)的紫外光谱相比较,以判定阳性结果是否由干扰物质引起的。

9 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- 本标准编号；
- 样品名称、种类、取样的详细信息；
- 脱色剂种类；
- 如果不使用 2 cm 的比色皿,说明比色皿的厚度；
- 样品中的六价铬含量(mg/kg)应注明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,％；
- 试验报告结果保留一位小数；
- 如果回收率小于 80％或大于 105％,详细注明回收率；
- 试验中出现的异常现象；
- 实测方法与本标准不同之处；
- 试验人员、日期。

皮革和毛皮 化学试验 六价铬含量的测定

1 范围

本标准规定了皮革、毛皮中六价铬含量的测定方法。

本标准适用于各类皮革、毛皮产品及其制品。

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。

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 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

用 pH 值在 7.5~8.0 之间的磷酸盐缓冲液萃取试样中的可溶性六价铬,需要时,可用脱色剂除去对试验有干扰的物质。滤液中的六价铬在酸性条件下与 1,5-二苯卡巴肼反应,生成紫红色络合物,用分光光度法在 540 nm 处测定。

萃取条件对本方法的试验结果有直接的影响,用不同的萃取条件(萃取剂、pH 值、萃取时间等)得到的结果与本方法得到的结果没有可比性。

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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 磷酸氢二钾缓冲液($\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$):0.1 mol/L。将 22.8 g 磷酸氢二钾(相对分子质量 228)溶解在 1 000 mL 蒸馏水中,用磷酸(4.3)将 pH 值调至 8.0 ± 0.1 ,再用氩气或氮气排出空气。

4.2 1,5-二苯卡巴肼溶液:称取 1,5-二苯卡巴肼 1.0 g,溶解在 100 mL 丙酮中,加一滴乙酸,使其呈酸性。

注:已配好的 1,5-二苯卡巴肼溶液应保存在棕色瓶中,在 4℃ 时遮光存放,有效期 14 d。溶液出现明显变色(特别是粉红色)时不能再使用。

4.3 磷酸溶液(H_3PO_4):将浓度为 85%、密度为 1.71 g/mL 的磷酸 700 mL,用蒸馏水稀释至 1 000 mL。

4.4 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)标准品:在 $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下干燥 $(16 \pm 2)\text{h}$ 。

4.5 六价铬标准储备液:称取 0.282 9 g 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)(4.4),用蒸馏水溶解、转移、洗涤、定容到 1 000 mL 容量瓶中,每 1 mL 该溶液中含有 0.1 mg 铬。

4.6 六价铬标准溶液:用移液管移取 10 mL 六价铬标准储备液(4.5)至 1 000 mL 容量瓶中,用磷酸氢二钾缓冲液(4.1)稀释至刻度,每 1 mL 该溶液中含有 1 μg 铬。

4.7 氩气(或氮气,最好是氩气):不含氧气,纯度至少为 99.998%。

注:用氩气代替氮气,因其相对密度大,开启时不易向上逸出;而氮气相对密度比空气小,容易逸出容器。