

中华人民共和国国家标准

GB/T 38407—2019

皮革和毛皮化学品 铬鞣剂中六价铬及还原性的测定

Leather and fur chemicals—Determination of chromium (VI) and the reductive potential for chromium tanning agents

[ISO 19071:2016, Leather—Chemical tests—Determination of chromium (VI) and the reductive potential for chromium tanning agents, MOD]

2019-12-31 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

版权声明

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 38407-2019
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100201030070488
防伪号: 2020-1030-0315-0513-1679
时 间: 2020-10-30
定 价: 19元

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
皮 革 和 毛 皮 化 学 品
铬鞣剂中六价铬及还原性的测定
GB/T 38407—2019

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2019年12月第一版

*

书号: 155066·1-64046

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 19071:2016《皮革 化学试验 鞣剂中六价铬及其还原性的测定》。

与 ISO 19071:2016 相比,本标准进行了以下技术性修改,以适应我国实际情况:

——关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下:

- 用修改采用国际标准的 GB/T 6682 代替了 ISO 3696;

——改写了第 3 章原理,删除了原理中涉及的具体试验条件;

——修改了 4.6 中 1,5-二苯卡巴肼溶液的储存温度、存储时间,并增加了变色不能使用情况的说明;

——增加了分析天平的精确度要求(见 5.1);

——增加了对容量瓶、移液管具体的规格要求(见 5.2 和 5.3);

——细化了 7.2 中鞣剂测试液的制备方法;

——调整了第 10 章试验报告。

本标准做了下列编辑性修改:

——将标准名称修改为“皮革和毛皮化学品 铬鞣剂中六价铬及还原性的测定”,与我国皮革标准体系相适应;

——增加了对标准工作曲线示例中公式的说明;

——删除了参考文献。

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:成都产品质量检验研究院有限责任公司、陕西科技大学、广东省惠州市质量计量监督检测所、中国皮革制鞋研究院有限公司、晋江市安海恒泰制革有限公司、江门市蓬江区珠江皮革实业有限公司、广东新虎威实业投资有限公司。

本标准主要起草人:王睿、马建中、苏辉、高党鸽、黄彬、步巧巧、许燕顺、陈剑雄、叶肖丽。

订单号: 0100201030070488 防伪编号: 2020-1030-0315-0513-1679 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

皮革和毛皮化学品

铬鞣剂中六价铬及还原性的测定

1 范围

本标准规定了铬鞣剂中六价铬含量及铬鞣剂还原性的测定方法。

本标准适用于皮革和毛皮用各种类型铬鞣剂中六价铬含量及其还原性的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

将铬鞣剂用水溶解或稀释,加入1,5-二苯卡巴肼与其中的六价铬反应生成紫红色络合物,用正己醇萃取后在规定波长处测定吸光度。

由于铬鞣剂中可能会存在还原剂,导致六价铬测试结果出现负值,因此应通过添加标准物质的方法(通过向初始铬鞣剂溶液中添加不同浓度的六价铬标准溶液)测定铬鞣剂的还原性。

4 试剂和材料

4.1 一般规定:除非另有说明,所用试剂均为分析纯,试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

4.2 磷酸溶液,700 mL($\rho=1.71$ g/mL)磷酸用蒸馏水稀释至 1 000 mL。

4.3 六价铬标准储备液: $K_2Cr_2O_7$ 基准物质在 (102 ± 2) °C 下干燥 (16 ± 2) h,冷却后用天平准确称取 2.829 g,再用水溶解后转移于 1 000 mL 容量瓶中,并定容至刻度,每 1 mL 该溶液中含有 1 mg 六价铬。

4.4 六价铬标准溶液:将 10 mL 六价铬标准储备液用蒸馏水稀释至 1 000 mL,每 1 mL 该溶液中含有 10 μ g 六价铬。

注:可直接使用市售标准溶液配制六价铬标准溶液(1 μ g/mL)。目前市售六价铬标准样品有 GBW(E)080257 水中六价铬成分分析标准物质,特性值为 100 μ g/mL,相对不确定度为 0.8%。

4.5 冰乙酸。

4.6 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 1 滴冰乙酸保证酸性。

注:将已配好的 1,5-二苯卡巴肼溶液置于棕色瓶中,在 0 °C~4 °C 中遮光保存,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。

4.7 正己醇。

4.8 氯化钠。

4.9 丙酮。

5 仪器和设备

5.1 分析天平,精度 0.1 mg。

- 5.2 容量瓶,25 mL、50 mL、100 mL、1 000 mL。
- 5.3 移液管,1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10 mL、25 mL。
- 5.4 带塞子的棕色烧瓶,100 mL。
- 5.5 分液漏斗,100 mL。
- 5.6 水平振荡器。
- 5.7 紫外分光光度计,波长设置 540 nm。
- 5.8 比色皿,光程为 20 mm 或其他适合的光程。

6 取样及试样制备

取样前应将铬鞣剂混合均匀,固体铬鞣剂应研磨至粉状后使用。
铬鞣剂试样分析液应现配现用。

7 试验步骤

7.1 通则

通常铬鞣剂中可能含有还原剂。因此,初次六价铬添加量要足够高。对于多数试样,起始的六价铬添加量为 60 μg 或 40 μg 。

7.2 六价铬和还原性的测定

分别称取(1.000 \pm 0.001)g 铬鞣剂至 50 mL 容量瓶(5.2)中(最少 4 个不同加标量),用少量蒸馏水溶解铬鞣剂后,分别添加 6 mL、4 mL、3 mL、2 mL 的铬标准溶液(4.4)至容量瓶(5.2)中,使溶液中含标准六价铬量分别为 60 μg 、40 μg 、30 μg 、20 μg ,并用蒸馏水定容至 50 mL。

移取 25 mL 上述配制的溶液至 100 mL 分液漏斗(5.5),加 0.5 mL 磷酸溶液(4.2)和 0.5 mL 二苯卡巴肼溶液(4.6),用手摇动分液漏斗(5.5)数次。至少 5 min 后,加约 3 g 氯化钠(4.8)和 5 mL 正己醇(4.7)至分液漏斗(5.5)。

将分液漏斗(5.5)置于水平振荡器(5.6)上以 250 r/min 的速度继续振荡 5 min。取出静置 2 min~3 min 待分液漏斗(5.5)中的溶液出现相分离。将有机相转移至 25 mL 容量瓶(5.2)(第一次萃取)。在分离后的水相中按先后顺序再次添加 0.5 mL 二苯卡巴肼溶液(4.6)和 5 mL 正己醇(4.7)并按照第一次萃取步骤进行萃取、分离(第二次萃取)。若在三次萃取后,有机相不再呈紫红色,则终止萃取,若有机相仍有紫红色,继续萃取直至有机相颜色透明。

将装有有机萃取相的容量瓶用正己醇(4.7)定容至 25 mL。静置 10 min 后,使用紫外分光光度计(5.7)以正己醇(4.7)作为参比空白在波长 540 nm 处测定其吸光度。

添加了六价铬标准溶液的每个试样均应按照以上步骤试验。

注:如果铬鞣剂中含有更高含量的还原剂时,相应提高六价铬的添加量。为避免使用过多标准储备液(4.3)引起的溶液的体积稀释问题,可使用更高浓度的六价铬标准储备液。

8 方法可靠性

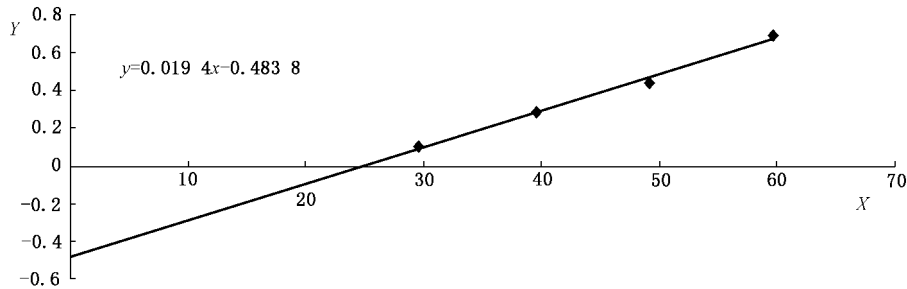
试验开始前应先使用质控样品[15 μg Cr(VI)]对回收率进行测定。质控样品的制备按照第 7 章的规定进行,使用蒸馏水作为基质。

质控样品中六价铬的含量通过标准工作曲线定量,标准工作曲线中六价铬的含量分别为 5 μg 、10 μg 、20 μg 、25 μg 、35 μg Cr(VI)。加标浓度按照第 7 章的规定,以蒸馏水为基质。

9 结果的计算与表示

通过铬鞣剂加标后测得的吸光度值计算铬鞣剂中的六价铬含量。

以吸光度值为 Y 轴,以标准六价铬添加量和试样质量的比值为 X 轴绘制标准工作曲线。(示例见图 1)



说明:

- X —— $m_{Cr(VI)}/m_s, \mu\text{g/g}$;
 Y —— 吸光度值;
 $m_{Cr(VI)}$ —— 六价铬加标量, μg ;
 m_s —— 试样的质量, g。

图 1 铬鞣剂加标后标准工作曲线(测试曲线)示例

其中 $y = bx + a$, 该例中 b 为 0.019 4, a 为 -0.483 8。

应对标准曲线的线性进行检查。线性回归模型应具有足够的代表性,应至少 4 个点用于计算标准曲线。若标准曲线为非线性,必要时可再加一个点。

关于标准曲线说明如下:

如果线性相关性 > 0.90 , 所有的点都可使用;

如果线性相关性 ≤ 0.90 , 从最低加标浓度点开始逐个删除。

按照式(1)计算铬鞣剂中六价铬含量:

$$w_{Cr(VI)} = \frac{a}{b} \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $w_{Cr(VI)}$ —— 铬鞣剂中六价铬含量,单位为毫克每千克(mg/kg),精确至 0.1 mg/kg;
 a —— 标准曲线的常数;
 b —— 标准曲线的斜率;
 f —— 稀释比例(标准规定条件下为 2)。

若计算结果为正值,则铬鞣剂中含有六价铬。试验报告中说明计算结果为铬鞣剂中六价铬含量。

若计算结果为负值,则表示铬鞣剂存在还原性。这种情况下,试验报告中注明六价铬含量“ $< 3 \text{ mg/kg}$ ”,并写出计算结果的绝对值,并注明“该数值表征了铬鞣剂的还原性”。

10 试验报告

试验报告应包含以下内容:

- 本标准编号;
- 样品名称、编号、类型、厂家(或商标);
- 被测试样品状态的描述;

- d) 六价铬含量(mg/kg);
 - e) 还原性,计算结果的绝对值(mg/kg),并注明“该数值表示铬鞣剂的还原性”;
 - f) 使用比色皿的光程,如 20 mm;
 - g) 与本标准规定的方法的任何偏离。
-



GB/T 38407-2019

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-64046