



中华人民共和国国家标准

· GB/T 38402—2019

皮革和毛皮 化学试验 六价铬含量的 测定：色谱法

Leather and fur—Chemical tests—Determination of chromium (VI) content;
Chromatographic method

[ISO 17075-2:2017, Leather—Chemical determination of chromium(VI)
content in leather—Part 2: Chromatographic method, MOD]

2019-12-31 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会



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:色谱法
GB/T 38402—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.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
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 1.25 字数 34 千字
2020年1月第一版 2020年1月第一次印刷

书号: 155066·1-64074 定价 21.00 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)68510107

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 17075-2:2017《皮革 皮革中六价铬含量的化学测定 第 2 部分：色谱法》。

本标准与 ISO 17075-2:2017 相比在结构上有较多调整，附录 A 给出了本标准与 ISO 17075-2:2017 的章条编号对照一览表。

本标准与 ISO 17075-2:2017 相比存在技术性差异，附录 B 给出了相应技术性差异及其原因一览表。

本标准还进行了以下编辑性修改：

- 标准名称修改为《皮革和毛皮 化学试验 六价铬含量的测定：色谱法》；
- 修改了 ISO 17075-2:2017 附录 B 和附录 C 中的色谱柱型号和规格，仪器参数相应进行了调整；
- 将 ISO 17075-2:2017 附录 A 中的验证数据改为国内实验室验证结果；
- 将 ISO 17075-2:2017 附录 D 中的试验数据修改为我国实验室试验数据。

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：广州谱临晟科技有限公司、北京先明乐施科技发展有限公司、广州检验检测认证集团有限公司、中国皮革制鞋研究院有限公司、峰安皮业股份有限公司、浙江盛汇化工有限公司、江西隆华皮革有限公司、盛国(东莞)新材料科技有限公司、广州番禺职业技术学院、陕西科技大学。

本标准主要起草人：吕生华、刘科江、韩婉清、桑军、许权辉、袁本安、姜德云、孙世成、陈群雄、曾皓、徐群娜、黄敏。

皮革和毛皮 化学试验 六价铬含量的测定：色谱法

1 范围

本标准规定了色谱法测定皮革、毛皮中六价铬含量的方法。
本标准适用于各类皮革、毛皮及其制品中六价铬含量的测定。

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)

GB/T 22807 皮革和毛皮 化学试验 六价铬含量的测定：分光光度法(GB/T 22807—2019,ISO 17075-1:2017,MOD)

QB/T 1267 毛皮 化学、物理和机械、色牢度试验 取样部位(QB/T 1267—2012,ISO 2418:2002,MOD)

QB/T 1272 毛皮 化学试验样品的准备(QB/T 1272—2012,ISO 4044:2008,MOD)

QB/T 1273 毛皮 化学试验 挥发物的测定(QB/T 1273—2012,ISO 4684:2005,MOD)

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—2018,ISO 4044:2008,MOD)

QB/T 2717 皮革 化学试验 挥发物的测定(QB/T 2717—2018,ISO 4684:2005,MOD)

3 原理

用磷酸盐缓冲液萃取试样中的可溶性六价铬，过滤后用带 UV-VIS 或 DAD 检测器的离子交换色谱测定萃取液中的六价铬含量。

4 试剂和材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯。

4.1 水，试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

4.2 磷酸盐缓冲液(0.1 mol/L)：将 22.8 g 磷酸氢二钾($K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$ ，相对分子质量 228)溶解在 1 000 mL 蒸馏水中，用磷酸溶液(4.3)将 pH 值调节至 8.0 ± 0.1 ，用氩气或氮气(4.7)或超声水浴排出空气。

注：磷酸盐缓冲液建议现配现用，也可在 $0\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 中保存一周，使用前恢复至室温并重新排出空气。

4.3 磷酸(H_3PO_4)溶液：将 700 mL 磷酸(质量分数为 85%、密度为 1.71 g/mL)用蒸馏水稀释至 1 000 mL。

注：先在 1 000 mL 容量瓶中加入 200 mL 蒸馏水，然后加入 700 mL 磷酸，用蒸馏水定容。

4.4 重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$)标准物:使用前在 $(102\pm 2)^\circ C$ 下干燥 $(16\pm 2)h$ 。

4.5 六价铬标准储备液(1 mg/mL):称取 2.829 g 重铬酸钾(4.4),用蒸馏水溶解、转移、洗涤、定容到 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶中,每 1 mL 溶液中含 1 mg 铬。

4.6 六价铬标准溶液($1\ \mu\text{g/mL}$):准确移取 1 mL 六价铬标准储备液(4.5)至 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶中,用磷酸盐缓冲液(4.2)稀释定容至刻度,每 1 mL 溶液中含 $1\ \mu\text{g}$ 铬。

注1:此溶液在 $0^\circ C\sim 4^\circ C$ 下可保存1周,使用前恢复至室温。

注2:可直接使用市售标准溶液配制六价铬标准溶液($1\ \mu\text{g/mL}$)。目前市售六价铬标准样品有“水中六价铬成分分析标准物质”。

4.7 氩气(或氮气,建议用氩气);不含氧气,纯度 $\geq 99.99\%$ 。

注:氩气相对密度大,开启时不易向上逸出。

5 仪器和设备

5.1 机械振荡器,水平振荡,频率 (100 ± 10) 次/min。

5.2 锥形瓶, 250 mL ,具磨口塞。

5.3 导气管和流量计,适用于流速 $(50\pm 10)\text{ mL/min}$ 。

5.4 带玻璃电极的pH计,精确至0.1。

5.5 容量瓶, 25 mL 、 $1\ 000\text{ mL}$ 。

5.6 移液管,各种规格。

5.7 微孔滤膜,孔径 $0.45\ \mu\text{m}$,聚四氟乙烯或聚酰胺(尼龙66)。

5.8 离子交换色谱(IC),带紫外(UV)检测器,或高效液相色谱(HPLC),带离子交换柱和UV检测器。推荐使用二极管阵列检测器(DAD)。

5.9 分析瓶,用于HPLC分析。

5.10 分析天平,精度 $0.1\ \text{mg}$ 。

6 取样及试样的制备

6.1 取样

皮革按QB/T 2706的规定进行。

毛皮按QB/T 1267的规定进行。

若试样无法按照QB/T 2706或QB/T 1267的要求取样(如鞋面、皮革服装上的皮革),应在报告中注明取样过程。

6.2 试样的制备

皮革按QB/T 2716的规定进行。

毛皮按QB/T 1272的规定进行,制样过程中应避免损伤毛被,保持毛被完好。

尽可能干净地除去试样上面的胶水、附着物,将试样混匀,装入清洁的试样袋内待测。

7 试验步骤

7.1 分析液的制备

称取剪碎的试样 $(2.0\pm 0.1)\text{ g}$,精确至 0.001 g 。

移取 100 mL 已排气的磷酸盐缓冲液(4.2)至 250 mL 锥形瓶(5.2)中,插入导气管(5.3)(导气管不

得接触液面),向锥形瓶中通入氢气或氮气(4.7),流量为 (50 ± 10) mL/min,5 min后移去导气管,加入试样并盖好磨口塞,置于振荡器(5.1)内室温($18\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 26\text{ }^{\circ}\text{C}$)水浴萃取 (180 ± 5) min,振荡频率 (100 ± 10) 次/min。

注1:振荡过程中注意避免试样黏附在液面上方的瓶壁上。

注2:萃取条件对本方法的试验结果有直接影响,用不同的萃取条件(如萃取溶剂、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。

萃取结束后用滤膜(5.7)过滤,然后检查萃取液的pH值,应在7.0~8.0之间,如果超出这一范围,则需要减少称样质量重新进行萃取。将滤液转移至分析瓶(5.9)中,待测。

注:取样质量减少时,方法的检出限将会提高。

7.2 色谱分析

参照附录C(直接测定)或附录D(柱后衍生测定)的条件进行。

方法应经回收率试验(7.4)验证,在相应浓度水平上的精密度可参考附录E。

记录进样体积 V_M 和峰面积 A 。

7.3 标准工作曲线的绘制

分析液(7.1)中六价铬的含量采用外标法定量。

分别移取适量的六价铬标准溶液(4.6)配制系列质量浓度的标准工作溶液,溶液中铬的含量应覆盖测量的范围。

至少配制5个质量浓度的标准工作溶液,绘制标准工作曲线,可参考表1。

表1 标准工作溶液的配制

六价铬标准溶液(4.6)的体积/mL	1.25	2.5	5	12.5	25
磷酸盐缓冲液(4.2)的体积/mL	23.75	22.5	20	12.5	0
最终体积/mL	25 mL容量瓶,定容至刻度				
六价铬的质量浓度/ $(\mu\text{g/L})$	50	100	200	500	1 000

分别将标准工作溶液转移至分析瓶中进行HPLC测定,溶液的进样体积与分析液的进样体积相同,记录进样体积 V_C (μL)。

以六价铬质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为 x 轴,相应的峰面积为 y 轴,绘制标准工作曲线。

7.4 回收率的测定

移取相同体积的磷酸盐缓冲液(4.2)和分析液(7.1),分别加入适当体积的六价铬标准溶液(4.6),使溶液中六价铬的含量为 10 mg/kg ,且两种溶液的最终体积一致。在相同的色谱系统中测定两种溶液,进样体积与绘制标准工作曲线时的进样体积一致,记录峰面积分别为 A_u 和 A_s 。测得的峰面积应在标准工作曲线范围内,否则应减少磷酸盐缓冲液和分析液的移取体积,重新测定。回收率应在80%~120%之间。

注:如果添加的六价铬无法检出,表明试样中含有还原剂,可得出“试样中不含六价铬(低于检出限)”的结论。

8 计算和结果的表述

8.1 六价铬含量的计算

按式(1)计算试样中的六价铬含量:

$$w_{\text{Cr(VI)}} = \frac{(A-b) \times V_0 \times V_C}{V_M \times m \times F} \quad \text{.....(1)}$$

式中:

$w_{\text{Cr(VI)}}$ —— 试样中的六价铬含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A —— 分析液中六价铬色谱峰的峰面积;

b —— 标准工作曲线的截距;

V_0 —— 试样中加入的萃取液体积,单位为毫升(mL);

V_C —— 标准工作溶液的进样体积,单位为微升(μL);

V_M —— 分析液的进样体积,单位为微升(μL);

m —— 称取试样的质量,单位为克(g);

F —— 标准工作曲线的斜率。

8.2 试样中的六价铬含量(以绝干质量计)的换算

按式(2)计算试样中的六价铬含量(以绝干质量计):

$$w_{\text{Cr(VI)-dry}} = w_{\text{Cr(VI)}} \times D \quad \text{.....(2)}$$

式中:

$w_{\text{Cr(VI)-dry}}$ —— 试样中的六价铬含量(以绝干质量计),单位为毫克每千克(mg/kg);

$w_{\text{Cr(VI)}}$ —— 试样中的六价铬含量[由式(1)计算得到],单位为毫克每千克(mg/kg);

D —— 换算系数。

其中:

$$D = \frac{100}{100 - w} \quad \text{.....(3)}$$

式中:

w —— 按 QB/T 2717 或 QB/T 1273 测得的试样中的挥发物含量, %。

8.3 回收率

按式(4)计算回收率:

$$R = \frac{A_s \times (V_1 + V_2) - A \times V_1}{A_s \times (V_1 - V_2)} \times 100 \quad \text{.....(4)}$$

式中:

R —— 回收率, %;

V_1 —— 加标溶液中移取的分析液体积,单位为毫升(mL);

V_2 —— 加标溶液中加入的标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

A_s —— 7.4 测定的分析液加标后六价铬的色谱峰面积;

A —— 7.2 测定的分析液中六价铬的色谱峰面积;

A_{s0} —— 7.4 测定的缓冲溶液加标后六价铬的色谱峰面积。

8.4 结果的表述

试样中的六价铬含量取两次平行试验结果的算术平均值作为试验结果,以 mg/kg 表示,精确至 0.1 mg/kg,两次平行试验结果的差值与平均值之比应小于 10%。

若测试结果以试样绝干质量为基准,应注明试样中的挥发物含量(%),精确至 0.1%。

本方法的测试结果与 GB/T 22807 的测定结果应具有类似的趋势(两种方法的比较参见附录 F),当发生争议时,以本标准规定方法的测试结果为准。

本方法检出限为 3 mg/kg。

9 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- a) 本标准编号；
- b) 样品名称、种类、取样的详细信息；
- c) 样品中六价格的含量(mg/kg)，精确至 0.1 mg/kg；
- d) 若结果以样品绝干质量为基准，应注明样品中的挥发物含量(%)，精确至 0.1%；
- e) 对色谱条件的简要描述(如直接测定或柱后衍生测定)；
- f) 如果回收率小于 80%或大于 105%，详细注明回收率；
- g) 试验中出现的异常现象；
- h) 与本标准规定的方法的任何偏离。

附录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 17075-2:2017 相比的结构变化情况

本标准与 ISO 17075-2:2017 相比在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 A.1。

表 A.1 本标准与 ISO 17075-2:2017 的章条编号对照情况

本标准章条编号	对应的 ISO 17075-2:2017 章条号
3	4
4	5
5	6
6.1	7.1 的部分内容
6.2	7.1 的部分内容
7.1	7.2 和第 1 章中第 3 段
7.2	7.3
7.3	7.4
7.4	7.5
8.1	8.1 的部分内容
8.2	8.1 的部分内容
8.3	8.2
8.4	8.3 和第 1 章的部分内容
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	附录 B
附录 D	附录 C
附录 E	附录 A
附录 F	附录 D

附录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 17075-2:2017 的技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 17075-2:2017 的技术性差异及其原因。

表 B.1 本标准与 ISO 17075-2:2017 技术性差异及其原因

本标准的章条编号	技术性差异	原因
1	增加了标准的使用范围,扩大了标准的使用范围	符合 GB/T 1.1 的编写规定,并适合我国需要
2	关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,调整的情况具体反映在第 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(见 4.1); ——增加引用了 GB/T 22807(见 8.4); ——用修改采用国际标准的 QB/T 1267,代替了 ISO 2418(见 6.1); ——用修改采用国际标准的 QB/T 1272,代替了 ISO 4044:2017(见 6.2); ——用修改采用国际标准的 QB/T 1273,代替了 ISO 4684(见 8.2); ——用修改采用国际标准的 QB/T 2706,代替了 ISO 2418(见 6.1); ——用修改采用国际标准的 QB/T 2716,代替了 ISO 4044:2017(见 6.2); ——用修改采用国际标准的 QB/T 2717,代替了 ISO 4684(见 8.2)	将 ISO 17075-2:2017 中引用的 ISO 标准改为我国的标准,便于我国使用;增加引用了 GB/T 22807,表明争议处理方法
—	删除了 ISO 17075-2:2017 的“3 术语和定义”	“六价铬”的概念已被行业熟知
3	简化了原理内容,删除了原理中涉及的具体试验条件,并增加了 DAD 检测器的离子交换色谱的测定方法	符合我国标准编写规定,增加了方法选择,拓宽了标准的适用性
4.3	增加了磷酸的质量分数要求	便于操作
4.5	删除了六价铬储备液可用市售溶液的规定	与其他同类标准保持一致
4.7	增加了对氩气(或氮气,建议用氩气)的纯度要求	要求更加明确,确保不同实验室间数据的可比性
5.4、5.5、5.6	增加了 pH 计、容量瓶和移液管	根据实际需要修改
6	删除了 ISO 17075-2:2017 中“6.9 切刀”	试样制备直接按照我国相关标准进行
6.1、6.2	将 ISO 17075-2:2017 第 7 章中“取样和试样的准备”进行了细化,分为“取样”“试样的制备”,同时增加对“毛皮”产品的要求	便于我国使用,同时与相关国家标准保持一致

表 B.1 (续)

本标准的条款编号	技术性差异	原因
7.1	增加了对萃取温度和温度控制方式的要求	结合我国的实际情况,明确萃取温度范围,提高了不同试验室间数据的可比性
8.4	增加了对试验平行性的要求	减少实验误差
8.4	将 ISO 17075-2:2017“范围”一章中关于与色谱法比对的描述调整为争议处理方法	明确了争议处理方式,便于解决纠纷

表 B.1 (续)

本标准的章条编号	技术性差异	原因
7.1	增加了对萃取温度和温度控制方式的要求	结合我国的实际情况,明确萃取温度范围,提高了不同试验室间数据的可比性
8.4	增加了对试验平行性的要求	减少实验误差
8.4	将 ISO 17075-2:2017“范围”一章中关于与色谱法比对的描述调整为争议处理方法	明确了争议处理方式,便于解决纠纷

附录 C
(资料性附录)
直接测定法色谱条件

C.1 概述

由于实验室仪器设备的多样性,没有唯一适用的设备条件用于本试验,以下仪器参数已被证明是可行的。

实验室所使用的设备参数,应使用回收率测定(见 7.4)验证,在相应浓度水平上的精密度应符合附录 E 的规定。

C.2 离子色谱条件

C.2.1 流动相试剂

C.2.1.1 一般说明:除特殊规定外,所用试剂纯度至少应为分析纯。

C.2.1.2 无水硫酸铵, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (CAS 号: 7783-20-2)。

C.2.1.3 氨水, $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (CAS 号: 1336-21-6), 28% NH_3 水溶液。

C.2.2 流动相的配制

称取 6.607 g 无水硫酸铵,用约 800 mL 蒸馏水溶解后,加入氨水调节 pH 为 8.0 ± 0.2 ,溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,用蒸馏水定容。此溶液中含有 50 mmol 硫酸铵,用滤膜过滤器过滤,室温下保存期为 7 d。

C.2.3 仪器条件

高效液相色谱(配 DAD 检测器或紫外检测器);

柱温: 30 ℃;

流动相: 50 mmol/L 硫酸铵(见 C.2.2);

色谱柱: 阴离子交换柱(季铵盐官能团, 4.6 mm × 55 mm, 3 μm), 或相当者;

检测波长: 372 nm;

流速: 1 mL/min;

进样量: 50 μL;

运行时间: 5 min。

采用 DAD 检测器有利于获得试样色谱峰的光谱图,必要时与标准物质的光谱图进行比较确认。

C.3 加标阴性试样的色谱图和紫外光谱图

图 C.1 给出了添加了 3 mg/kg 六价格的阴性皮革试样的色谱图,图 C.2 给出了保留时间为 2.225 min 的色谱峰提取的紫外光谱图。

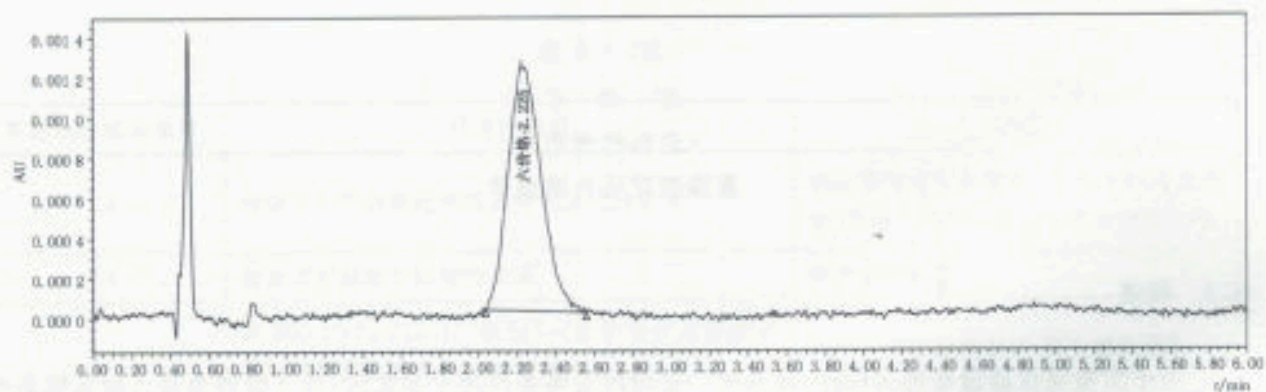


图 C.1 添加 3 mg/kg 的阴性皮革试样的色谱图(保留时间 2.225 min)

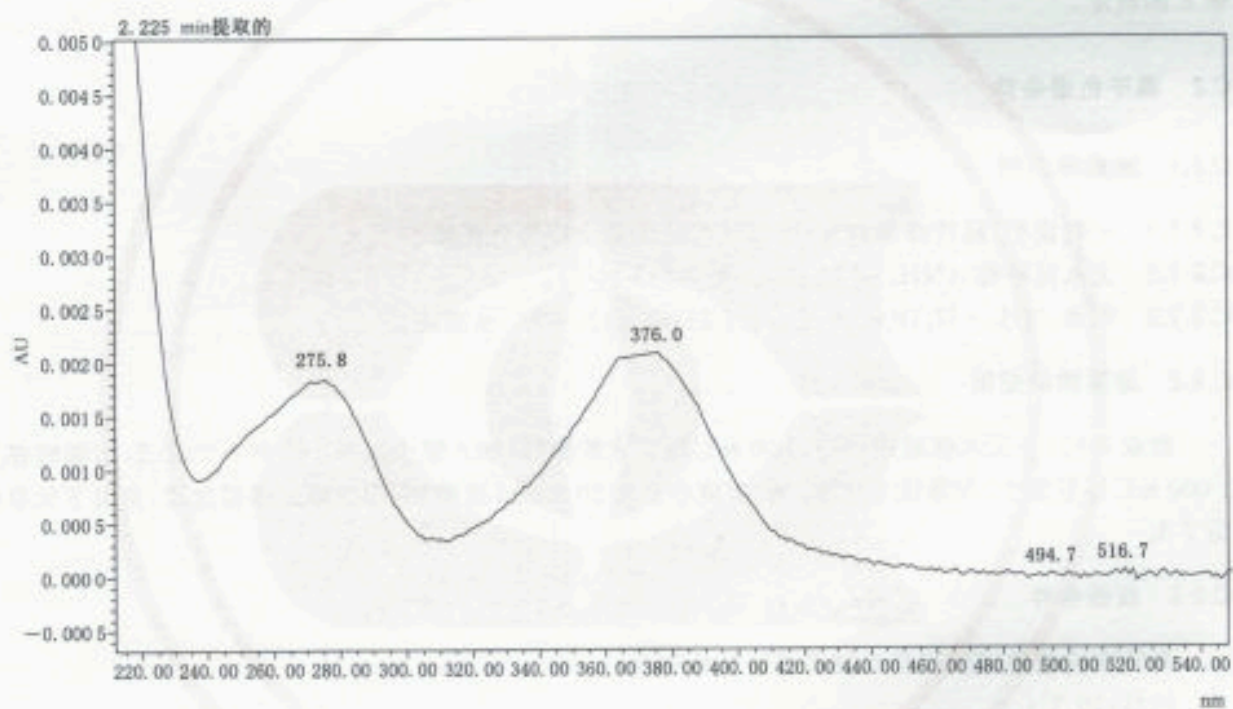


图 C.2 从图 C.1 保留时间 2.225 min 色谱峰处提取的紫外光谱图

附录 D
(资料性附录)
柱后衍生测定法色谱条件

D.1 概述

由于实验室仪器设备的多样性,没有唯一适用的设备条件用于本试验,以下仪器参数已被证明是可行的。

实验室所使用的设备参数,应进行回收率测定(7.4)验证,在相应浓度水平上的精密度应符合附录 E。

D.2 色谱系统和设备要求

D.2.1 色谱系统

配柱后衍生反应池的离子色谱系统示意图见图 D.1。



图 D.1 配柱后衍生反应池的离子色谱系统示意图

六价铬采用阴离子交换色谱柱测定。

含 1,5-二苯卡巴肼的柱后衍生试剂,通过分析柱与反应管间的零死体积三通加入。

反应管可确保从色谱柱流出的洗脱液与柱后反应试剂的充分混合,洗脱液中的六价铬把衍生试剂中的 1,5-二苯卡巴肼氧化为 1,5-二苯卡巴肼,并生成含铬的红/紫络合物,该络合物可通过多波长检测器(MWD)或二极管阵列检测器(DAD)在 540 nm 波长处检测。

注:为保护系统的情性,建议采用全 PEEK 流路,为了降低系统峰和试样颜色的干扰,建议采用 DAD 检测器并且实施光谱校正,采用长光程的流通池可以提高灵敏度。

为延长分析柱的寿命,建议使用保护柱,填充聚苯乙烯-二乙烯基苯颗粒的保护柱是适用的。

D.2.2 设备及要求

D.2.2.1 两套合适的液相色谱(LC)泵,一套用于传送系统的流动相,一套用于传送柱后衍生试剂。

D.2.2.2 自动进样器或手动注射阀,配试样注射环。

D.2.2.3 柱温箱。

- D.2.2.4 分析柱,填充阴离子交换固定相。
- D.2.2.5 零死体积三通。
- D.2.2.6 合适的反应管。
- D.2.2.7 检测器,可在 540 nm 波长处检测的 MWD 或 DAD。

D.3 仪器参考条件

D.3.1 流动相和柱后试剂

- D.3.1.1 一般规定:除特殊规定外,所用试剂纯度至少应为分析纯。
- D.3.1.2 无水硫酸铵, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (CAS 号:7783-20-2)。
- D.3.1.3 氨水, $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (CAS 号:1336-21-6), 28% NH_3 水溶液。
- D.3.1.4 1,5-二苯卡巴肼, $\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$ (CAS 号:140-22-7)。
- D.3.1.5 甲醇, CH_3OH (CAS 号:67-56-1)。
- D.3.1.6 浓硫酸, H_2SO_4 (CAS 号:7664-93-9), 纯度 98%。

D.3.2 流动相的配制

溶解 $(13.2 \pm 0.1)\text{g}$ 无水硫酸铵(D.3.1.2)于约 800 mL 蒸馏水中,用氨水(D.3.1.3)调节 pH 至 8.5~9.0,转移至 1 000 mL 容量瓶中,蒸馏水定容至刻度,溶液中硫酸铵浓度为 100 mmol/L。

D.3.3 柱后反应试剂的配制

约 500 mL 蒸馏水中加入 28 mL 浓硫酸(D.3.1.6),于 100 mL 甲醇(D.3.1.5)中溶解 $(0.50 \pm 0.01)\text{g}$ 1,5-二苯卡巴肼(D.3.1.4),溶液与冷却后的酸液混合并转移至 1 000 mL 容量瓶中,用蒸馏水定容至刻度。

D.3.4 仪器条件

色谱柱:阴离子交换柱(键合季铵盐官能团,4.6 mm×55 mm),或相当者;
反应管体积:350 μL ;
进样量:25 μL ;
流动相:100 mmol/L 硫酸铵溶液,流速 1.2 mL/min;
柱后试剂:0.7 mL/min;
运行时间:5 min。

D.4 色谱图示例

图 D.2 为 5 $\mu\text{g/L}$ 标准溶液的色谱图,图 D.3 为 3 mg/kg 皮革试样萃取液的色谱图。

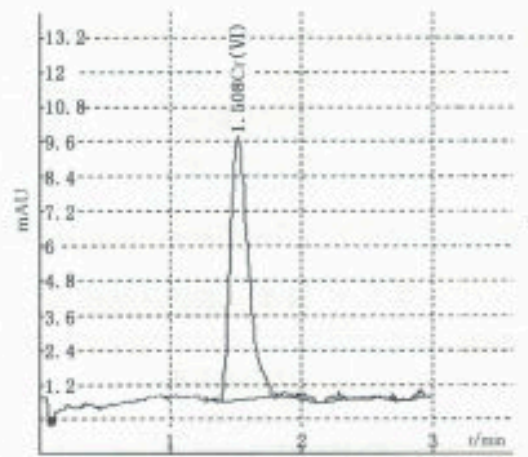


图 D.2 5 µg/L 标准溶液的色谱图

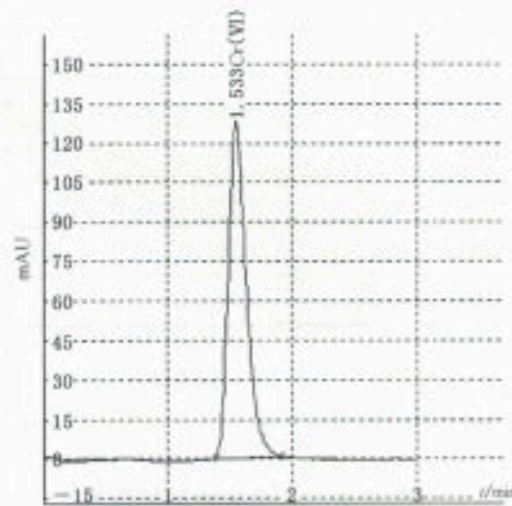


图 D.3 3 mg/kg 皮革试样萃取液的色谱图

附录 E
(资料性附录)
精 密 度

2015年6月经实验室间测试两个皮革试样得到的结果,如表 E.1、表 E.2 和表 E.3 所示。

表 E.1 皮革 A 的测试结果

实验室	六价格测定值 mg/kg			平均值 mg/kg
01	6.41	6.43	6.09	6.31
02	6.20	6.70	6.40	6.43
03	3.57	3.92	3.89	3.79
04	5.90	6.34	5.98	6.07
05	7.10	7.40	6.90	7.13
06	3.86	3.83	4.01	3.90
07	5.80	4.60	5.60	5.33
10	4.20	4.70	4.60	4.50
11	4.10	4.20	3.90	4.07
平均值:5.28 mg/kg。 不确定度:±0.97 mg/kg, $k=2.31(p=95\%)$ 。				

表 E.2 皮革 B 的测试结果

实验室	六价格测定值 mg/kg			平均值 mg/kg
01	30.12	29.48	29.89	29.83
02	29.80	28.90	29.20	29.30
03	26.40	25.40	27.30	26.37
04	29.30	28.64	30.03	29.32
05	30.80	31.00	30.50	30.77
06	24.18	22.61	23.03	23.27
07	24.40	23.80	25.50	24.57
09	29.60	29.40	28.50	29.17
10	21.90	23.70	23.80	23.13
11	26.60	25.10	24.60	25.43
平均值:27.1 mg/kg。 不确定度:±2.1 mg/kg, $k=2.26(p=95\%)$ 。				

表 E.3 实验室间测定两个皮革试样的精密度数据

单位为毫克每千克

铬(VI)含量 ^a	重现性限 ^b	再现性限 ^b
5.28	0.68	2.96
27.1	1.60	6.67
^a 平均值。 ^b $p=95\%$, 第一行和第二行的 k 值分别为 2.31 和 2.26。		

附录 F
(资料性附录)

分光光度法(GB/T 22807)和色谱法(GB/T 38402)的比较

表 F.1 列出了实验室间在 2018 年 6 月对同一个皮革试样中六价铬含量的测定数据。

表 F.1 实验室间分别采用分光光度法(GB/T 22807)和色谱法(GB/T 38402)对同一皮革试样的测定结果
单位为毫克每千克

分光光度法(GB/T 22807)		色谱法(GB/T 38402)	
平均值	标准偏差	平均值	标准偏差
45.6	5.0	45.0	3.1



GB/T 38402-2019

版权专有 侵权必究

书号:155066·1-64074

定价: 21.00 元