



中华人民共和国国家标准

GB/T 30158—2013

纺织制品附件镍释放量的测定

Determination of nickel released from accessories on textile products

2013-12-17 发布

2014-10-15 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国纺织工业联合会提出。

本标准由全国纺织品标准化技术委员会基础标准分技术委员会(SAC/TC 209/SC 1)归口。

本标准起草单位：中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、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。

本标准主要起草人：傅科杰、冯云、丁友超、傅丹华、杨树娟、保琦蓓、杨力生、张弛、任清庆。

纺织制品附件镍释放量的测定

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本标准规定了纺织制品中直接与皮肤频繁接触附件镍释放量的测定方法。
本标准适用于纺织制品中的附件,如拉链、纽扣等镍释放量的测定,其他类附件可参照执行。

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 8170 数字修约规则与极限数值的表述和判定

GB/T 30156 纺织制品涂层附件腐蚀和磨损的方法

3 原理

将用于测试镍释放量的附件样品放置于人工汗液中一星期 $[(168 \pm 2) \text{h}]$,用原子吸收光谱仪、电感耦合等离子体发射光谱仪或者其他合适的分析仪器测定释放溶液中镍的浓度,结合样品面积计算出附件的镍释放量。镍的释放量用微克每平方米每星期 $[\mu\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{周})]$ 表示。

4 试剂

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,且应不含有镍。试验用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水或以上级别的水。

4.1 氯化钠。

4.2 DL-乳酸:大于 88%(质量分数), $\rho=1.21 \text{ g/mL}$ 。

4.3 尿素。

4.4 氢氧化钠:固体,纯度 98%以上。

4.5 1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 $(4.00 \pm 0.01) \text{g}$ 氢氧化钠(4.4)至 100 mL 烧杯内,加水 50 mL,搅拌并冷却至室温,将溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容至刻度。

4.6 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液:量取 25 mL 氢氧化钠溶液(4.5)至 250 mL 容量瓶中,用水稀释定容至刻度。

4.7 盐酸: $\rho=1.16 \text{ g/mL}$,32%(体积分数)。

4.8 0.1 mol/L 盐酸溶液:量取 10 mL 盐酸(4.7)至 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容至刻度,混匀。

4.9 硝酸:65%(质量分数), $\rho=1.40 \text{ g/mL}$ 。

4.10 稀硝酸溶液:约为 5%(质量分数)。将 30 mL 硝酸(4.9)移入预先装有 350 mL 水的 500 mL 烧杯中,搅拌并冷却至室温,将溶液移入 500 mL 容量瓶,用水稀释至刻度。

4.11 脱脂溶液:将 5 g 阴离子型表面活性剂(例如,十二烷基苯磺酸钠或烷基苯磺酸钠)溶解于 1 000 mL 水中。其他中性的商业洗涤剂经稀释后也可使用。

4.12 蜡或漆:选用合适的蜡和漆,在试样的非测试表面涂上一层或多层,防止在进行镍释放量试验时镍从非测试表面逸出。

4.13 镍标准储备液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):称取 0.448 g 硫酸镍($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。也可购买有证国家标准溶液进行配制。

注:除另有规定外,标准储备溶液在常温(15 $^{\circ}\text{C}$ ~25 $^{\circ}\text{C}$)下保存期为 6 个月,当出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,需重新配制。

5 仪器与设备

5.1 pH 计:测量精度至少为 0.05。

5.2 分析仪器:仪器对镍的检测限至少为 0.01 mg/L。推荐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其他合适的分析仪器。

5.3 带温控的水浴或烘箱:控温能力为(30 \pm 2) $^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 带盖的容器:容器和盖均以不含镍且耐酸的非金属材料(如玻璃、聚丙烯、聚四氟乙烯、聚苯乙烯等)制成。采用合适的方式使样品悬浮于人工汗液中,应避免试样测试部位接触容器的底部或壁,所用汗液应能全部覆盖试样。

注:容器的选择可参见附录 A,为了消除玻璃容器中镍的干扰,建议容器在实验前采用稀硝酸溶液(4.10)浸泡 4 h 以上,用水冲洗干净,干燥。

5.5 测量器具:用于测量样品的测试面积,如精度为 0.01 mm 的游标卡尺。

5.6 天平:精度为万分之一。

6 样品前处理

6.1 样品测试前准备

见附录 B。

6.2 样品测试面积

6.2.1 样品测试面积的确定

样品测试面积应为表面直接与皮肤频繁接触的附件的面积,单位为平方厘米(cm^2)。

为达到必要的分析灵敏度,被测样品测试面积至少 0.2 cm^2 。必要时完全相同的样品可以一起测试以达到该最小面积。

当样品由均一性材料制成时,样品的整个面积都应被考虑,无论其是否频繁与人体皮肤接触。

注:样品测试面积计算参见附录 A。

6.2.2 样品测试面积以外面积的保护

为避免从样品非测试表面上释放出镍,这类表面应除去或加以保护,使其不接触人工汗液。在去除油脂后,涂上一层或多层能防止镍释放的蜡或漆(4.12)。

6.3 样品脱脂

在室温下,将样品置于脱脂溶液(4.11)中轻轻搅动 2 min,以水冲洗、晾干。去除油脂后的样品,应

使用塑料镊子或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的分泌物，而不是去除防护涂层。

7 步骤

7.1 人工汗液的制备

人工汗液为含有下列成分的水溶液：

- a) 氯化钠(4.1), 0.5% (质量分数)；
- b) 乳酸(4.2), 0.1% (质量分数)；
- c) 尿素(4.3), 0.1% (质量分数)；
- d) 1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.5)和 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.6)。

将(1.00±0.01)g 尿素(4.3), (5.00±0.05)g 氯化钠(4.1)和(1.00±0.01)g 乳酸(4.2)置于 1 000 mL 烧杯中, 加入水 900 mL, 搅拌至试剂完全溶解。

用 1 mol/L 的氢氧化钠溶液(4.5)调节人工汗液 pH 值至(5.50±0.05), 然后逐滴加入 0.1 mol/L 的氢氧化钠溶液, 直至 pH 值稳定在(6.50±0.05)。10 min 后再测试人工汗液的 pH 值, 确保仍在(6.50±0.05)范围内。

将人工汗液转移至 1 000 mL 容量瓶, 以水稀释至刻度, 人工汗液配制后应在当天内使用。

注：pH 调试过程中可逐滴加入 0.1 mol/L 的盐酸(4.8), 使 pH 值降低。

7.2 释放过程

将试样采用合适的方式置于带盖的容器(5.4)内, 按照试样测试面积每平方厘米 1 mL 的比例加入人工汗液(7.1)。试样测试面积应全部浸入人工汗液中, 但用蜡或漆保护的表面不必浸入。无论试样测试面积大小, 人工汗液至少为 0.5 mL。用密闭的盖子封盖容器, 以免汗液蒸发。记录试样测试面积和使用的人工汗液体积。

将容器静置于温度恒定的水浴或烘箱(5.3)内, 于(30±2)℃下静置(168±2)h, 不要搅动。

(168±2)h 后, 将试样缓慢地从人工汗液中取出, 并适当地翻转以收集包括试样孔洞内的所有人工汗液, 不要冲洗试样。

将收集到的人工汗液定量转移至适当的容量瓶中。为防止释放出的镍再沉淀, 向容量瓶内加入适量的稀硝酸溶液(4.10), 以水稀释至刻度, 使溶液中硝酸浓度约为 1%, 此溶液即为测试溶液。

容量瓶大小的选定应考虑测定镍时所用仪器的灵敏度, 测试溶液的最后体积至少为 2 mL。

注：测试溶液建议避免过滤, 以免发生溶液污染而影响结果。

7.3 测定

选用合适的仪器(5.2)对测试溶液进行镍浓度测试, 由于不同仪器试验条件不同, 因此不可能给出普遍的参数, 附录 C 所列试验条件已被证明对测试是合适的。

7.3.1 校准溶液

采用镍标准储备液(4.13)配制成系列校准溶液, 校准溶液基体应与测试溶液尽量保持一致, 校准溶液的浓度范围应包括测试溶液中镍的浓度。

7.3.2 试样数量

只要可能, 至少用 3 份平行样品进行测定。

7.3.3 空白试验

与试样同时进行空白试验。空白试验过程按(7.2)进行。

7.3.4 质量控制

可采用质量控制参考片对测试结果进行质量控制,具体实验过程按步骤(7.2)进行。质量控制参考片应满足附录 D 的要求。

8 结果的计算

按式(1)计算样品的镍释放量,以微克每平方米每星期 $[\mu\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{周})]$ 表示。

$$d = \frac{V \times (c_1 - c_0)}{1\,000a} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- a —— 试样测试面积,单位为平方厘米(cm^2);
- V —— 测试溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c_1 —— 一周后测试溶液中的镍浓度,单位为微克每升($\mu\text{g}/\text{L}$);
- c_0 —— 一周后空白试验溶液中的镍浓度,单位为微克每升($\mu\text{g}/\text{L}$)。

取测定结果的算术平均值作为试验结果,计算结果按 GB/T 8170 修约到小数点后两位。

9 试验报告

试验报告至少应包括以下内容:

- a) 样品的信息,包括样品来源、接样日期、测试面积、其他必要的描述;
- b) 使用的标准(包括发布年号);
- c) 试样的前处理方法;
- d) 样品镍释放量的结果;
- e) 任何偏离标准的异常;
- f) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)

样品测试面积的计算和试验容器选择

样品测试面积的计算是影响测试结果的重要因素,样品测试面积的测量可按以下方法进行。

A.1 测试面积测量方法

A.1.1 测试面积测量

选定好样品可能直接与皮肤频繁接触的表面的几何形状,然后根据其形状选取合适的数学公式计算其面积。测试面积的测定应使用合适的测量器具进行测量。对于形状不规则的表面,可测量其投影面积进行试验。

A.1.2 简化计算测试面积

如果可能的话,使用常见的几何体来分解并计算样品的测试面积,例如:

- a) 立方体;
- b) 棱柱体;
- c) 圆柱体;
- d) 圆锥体;
- e) 球体。

A.2 镍释放测试的试验容器

样品的试验容器(5.4)应选用能满足使测试液体积(mL)与测试面积(cm^2)比例接近 1 : 1 的合适容器。对于那些由于其面积或形状原因不能达到 1 : 1 比例的,可参考表 A.1 所给出的比例。

表 A.1 测试液体积与测试面积参考比例

表面积/ cm^2	测试液体积/mL
0~5	按测试面积与体积 1 : 1 取
5~10	10
10~25	25
25~50	50
>50	100

附 录 B
(规范性附录)
进行镍释放测试前的准备要求

B.1 概述

本附录为进行镍释放测试前对测试样品的准备要求。

B.2 要求与原理

对样品进行镍释放的测试,首先需要选择好最有可能直接与皮肤频繁接触样品表面,然后确定采用何种镍释放的测试方法。在进行测试前,需先测定所选定表面的表面积并选择合适的仪器设备测定测试溶液中镍的浓度。

B.3 镍释放测试方法的确定

直接与皮肤频繁接触的不含涂层的样品可直接按本标准方法进行测定。

直接与皮肤频繁接触的含涂层且涂层中不含镍的样品先根据 GB/T 30156 进行前处理,再按本标准方法进行测定。

直接与皮肤频繁接触的含涂层且涂层中含镍的样品可直接按本标准方法进行测定,或先按 GB/T 30156 进行处理后再按本标准方法进行测定。

注:可采用 X 射线荧光光谱、扫描电镜-能谱或其他合适的方法来确定样品的涂层中是否含有镍。

B.4 直接与皮肤频繁接触测试表面的确定

本标准的基本要求是进行测试的样品的镍释放量必须具有代表性。没有直接与皮肤频繁接触的样品表面不应作为测试面积进行选取。进行镍释放测定的表面应确定是均质还是非均质材料制成,可通过视觉观察得出。

对于均质物品,不用考虑表面是否直接与皮肤频繁接触,可对整个样品表面进行镍释放量的测定。

对于非均质物品,镍释放量的测定需选取具有代表性表面进行。具体可参考以下情形:

a) 情形 1

直接与皮肤频繁接触的表面由不同材料组成或存在不同表面处理方式时,应进行拆卸成或剪成各自含有均质的分部分。各分部分根据均质材料样品进行测试。

计算各分部分的镍释放量,进行面积加权后得到直接与皮肤频繁接触部分的平均释放量。应尽可能计算直接与皮肤频繁接触未掩盖部分的面积。

b) 情形 2

当样品既不符合上述情形 1,又不能拆卸或剪切时,将整个样品按均质样品进行测试,以平均镍释放量表示最终结果。

在没有其他选择的情况下,平均镍释放量是可以得到的最佳评估。

附 录 C
(资料性附录)
仪器参考工作条件

C.1 石墨炉原子吸收光谱仪

表 C.1 是参考横向加热石墨炉工作条件,其他型号仪器可以参照使用。

表 C.1 横向加热石墨炉工作条件

步骤	升温程序	温度/℃	时间/s	载气流速/(L/min)
1	蒸发过程	85	5.0	3.0
2		95	40.0	3.0
3		120	10.0	3.0
4	灰化过程	800	5.0	3.0
5		800	1.0	3.0
6		800	2.0	3.0
7	原子化过程	2 400	1.0	0
8		2 400	2.0	0
9		2 400	2.0	3.0

注:基体改进剂推荐用 1 000 μg/L~1 500 μg/L 的硝酸钼为基体改进剂,进样方式为共进,进样量为 5 μL,灰化温度可提高到 850 ℃。

C.2 电感耦合等离子体发射光谱仪

表 C.2 是参考电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件,其他型号仪器可以参照使用。

表 C.2 电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件

高频功率发生器	入射功率/W	1 120
气路系统	观测高度/mm	10
	等离子气流量/(L/min)	15
	辅助气/(L/min)	1.5
	雾化器流量/(L/min)	0.8
	蠕动泵转速/(r/min)	15
	清洗时间/s	10
数据处理系统	仪器稳定延时/s	15
	进样延时/s	20
	一次性读数时间/s	5
	长波部分积分时间/s	5
	积分次数	3
分析波长/nm		Ni 231.604

附录 D
(规范性附录)
质量控制参考片的要求

为满足本标准的测试要求,各实验室对质量控制参考片的测试结果应分布在 $[0.19, 0.49] \mu\text{g}/(\text{cm}^2 \cdot \text{周})$ 的范围之间,区间左右两端分别为实验室可接受结果的上下区间边界。质量控制参考片不可重复使用。

D.1 参考片的组分

下列合金成分证明是合适的:

为准确地生产质量控制参考片,至少配制需要 1 kg 合金。将金(纯度不低于 99.99%)、铜(纯度不低于 99.9%)、镍(纯度不低于 99.9%)和锌(纯度不低于 99.9%)的称量精确到 $\pm 0.1 \text{ g}$,以获得如下组分(见表 D.1):

表 D.1 参考试片的组分

元素	质量分数/%
Au	76.0
Cu	16.0
Ni	6.0
Zn	2.0

此外,还可以采用 24%(质量分数)预先制作好的合金(组分如表 D.2 所示)和 76%(质量分数)的金生产参考片。

表 D.2 预先制作好的合金组分

元素	质量分数/%
Cu	66.7
Ni	25.0
Zn	8.3

参考片中金含量的质量偏差不得超过 $\pm 0.1\%$,铜、镍、锌的质量偏差不得超过 $\pm 0.2\%$,合金的维氏硬度应为 $(190 \pm 5) \text{ HV}$ 。

质量控制参考片应采用上述的合金制成,并具有下列尺寸(见图 D.1):

——直径: $(12.0 \pm 1.0) \text{ mm}$;

——厚度： (0.5 ± 0.1) mm；

——中央孔径： (1.0 ± 0.2) mm。

注：整个操作过程应避免材料表面沾染镍。

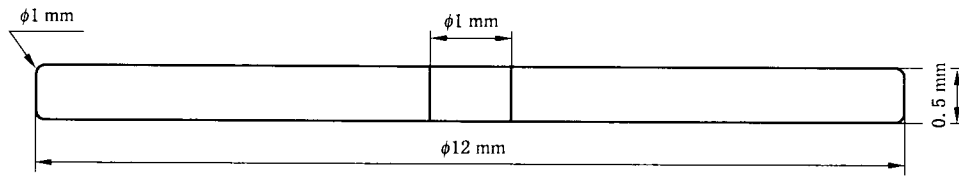


图 D.1 质量控制参考片的尺寸

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纺织制品附件镍释放量的测定
GB/T 30158—2013

*

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)64275323 发行中心:(010)51780235
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 字数 20 千字
2014年4月第一版 2014年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-48812 定价 18.00 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



GB/T 30158-2013