

## 分光光度法检测纺织品中六价铬的含量

铬有二价、三价和六价三种价态，医学研究证明，引起中毒的主要是六价铬。六价铬为吞入性毒物/吸入性极毒物，具有强氧化性，易穿透生物膜，可通过消化、呼吸道、皮肤及粘膜侵入人体。过量铬的摄入会引起肾脏、肝脏、神经系统和血液的广泛病变，导致死亡。

在纺织品行业，生产工艺中常使用重铬酸钾做染色的媒染剂或氧化剂，从而使纺织品上可能残留少量的六价铬。在人体汗液作用下，其残留的六价铬被汗液溶解并渗透到皮肤当中，被人体吸收，造成溃疡或过敏反应，引起皮炎和湿疹等，甚至还会引起胃道及肝、肾功能的损害。

为了防止六价铬对人体的伤害，国家规定纺织品中重金属六价铬的残留量必须小于 0.5mg/Kg。并发布标准 GB/T 17593.3-2006《纺织品 重金属的测定 第 3 部分：六价铬 分光光度法》来进行相关的检测。该检测方法是基于六价铬的二苯基碳酰二肼显色分光光度法检测原理确定纺织品中六价铬的含量。具体检测流程为：纺织品试样用酸性汗液萃取，然后将萃取液在酸性条件下用二苯基碳酰二肼显色，并用分光光度计测定显色后在 540nm 波长下的吸光度，最后计算出纺织品中六价铬的含量。

本文采用日立 U3900 紫外可见分光光度计，根据国标相关规定进行纺织品中六价铬的测定。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器及试剂

仪器：日立 U3900 紫外可见分光光度计；水浴振荡器。

试剂：超纯水；优级纯磷酸；1mg/L 六价铬标准溶液；分析纯二苯基碳酰二肼；分析纯丙酮；分析纯冰乙酸；

### 1.2 样品前处理

#### 1.2.1 酸性汗液的配制

依据 GB/T 3922-1995 《纺织品耐汗渍色牢度试验方法》，配制酸性汗液，需用现配。

#### 1.2.2 显色剂的配制

称取 1g 二苯基碳酰二肼，溶于 100mL 丙酮中，滴加 1 滴冰乙酸。此溶液放在棕色瓶内，置于 4℃条件下，可保存两周。

#### 1.2.3 萃取液制备

取有代表性样品，剪碎（小于 5mm×5mm），混匀，称取 4.00g，置于具塞三角烧瓶中。加入 80mL 酸性汗液，将纤维充分浸湿，放于恒温(37℃)水浴振荡器中振荡。60min 后取出三角烧瓶，静置冷却至室温，过滤，滤液用于下一步的显色试样分析。

---

## 1.3 测定

### 1.3.1 标准曲线的测定

1.3.1.1 分别取 0、0.5、1.0、2.0、4.0mL 1mg/L 的六价铬溶液于 50mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，配制成浓度为 0、0.01、0.02、0.04、0.08 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的溶液。

1.3.1.2 分别取上述不同浓度的标准溶液 20mL 于 25mL 比色管中，加入 1mL 显色剂和 1mL 50%的磷酸溶液，摇匀，室温下显色 15min。最后于 540nm 波长处测定其显色后溶液的吸光度，参比溶液为不含六价铬的标准溶液。

### 1.4.2 样品的测定

移取 20mL 的滤液于 25mL 比色管中，加入 1mL 50%的磷酸和 1mL 的显色剂，混匀，室温下放置 15min，在 540nm 波长下测定显色后试样溶液的吸光度值。仪器自动给出试样溶液的六价铬含量。此过程仍然取六价铬含量为 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的溶液作为参比溶液。

## 2. 结果与讨论

### 2.1 比色皿的选择

紫外可见分光光度计一般标配的是 10mm 光程的液体池支架。国标中要求 40mm 以上光程的比色皿，属非常见的比色皿，并且需要相匹配的支架，价格较贵。通过实验验证发现 U3900 采用 10mm 光程比色皿即可实现检测任务，并不影响检测结果的准确性。鉴于此，为方便广大仪器用户检测纺织品中六价铬的含量，我们在分析过程中使用了 10mm 光程比色皿。

天美（中国）科学仪器有限公司  
TECHCOMP (CHINA) LTD.  
  
中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 1、3 层  
TEL:010-64010651  
FAX:010-64060202  
E-MAIL:techcomp@techcomp.cn

2.2 狭缝的选择

六价铬与二苯基碳酰二肼反应生成的紫红色化合物在 540nm 处有最大吸光度，但在实验要求浓度下，标准系列的吸光度较弱，所以选择狭缝宽度为 5nm。

2.3 线性范围

按照国标要求，选取浓度为 0,10,20,40,80 $\mu$ g/mL 的六价铬标准溶液进行吸光度检测。检测结果和线性分析结果分别列于表 1 与图 1，曲线相关系数为  $r=0.998$ 。

表 1 六价铬标准溶液的分光光度计检测结果

序号	C (ppb,即 ng/mL)	Abs
std1	0	0
std2	10	0.0024
std3	20	0.0058
std4	40	0.0133
std5	80	0.0296

天美（中国）科学仪器有限公司  
TECHCOMP (CHINA) LTD.  
  
中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 1、3 层  
TEL:010-64010651  
FAX:010-64060202  
E-MAIL:techcomp@techcomp.cn

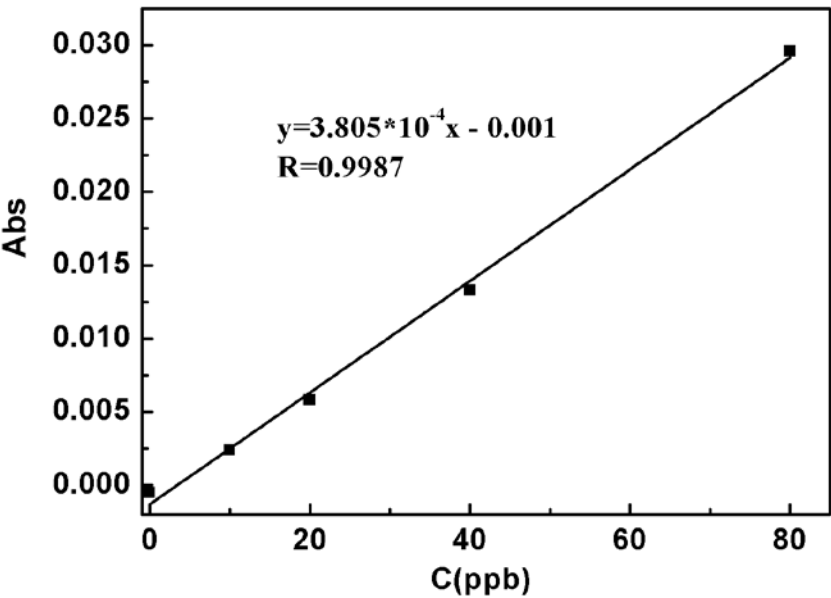


图 1 六价铬标准溶液的线性图

2.4 结果分析

取三个纺织品试样进行铬的含量检测，测试结果如下：

表 2 纺织品中六价铬含量的分光光度计检测结果

序号	Abs	C(ppb,即 ng/mL)	平均值(ppb, 即 ng/mL)	标准偏差 SD(ppb,即 ng/mL)
S1	0.0028	9.99	11.39	1.32
S2	0.0038	12.61		
S3	0.0034	11.56		

天美（中国）科学仪器有限公司  
TECHCOMP (CHINA) LTD.

中国北京朝阳区天畅园 7 号楼 1、3 层  
TEL:010-64010651  
FAX:010-64060202  
E-MAIL:techcomp@techcomp.cn

## 2.5 回收率试验

六价铬的限量为 0.50mg/Kg ,国标的测定低限为 0.20mg/Kg。为测定回收率 ,  
于样品中分别添加了 0.20mg/Kg 、 0.50mg/Kg 的六价铬标准溶液。测定后 , 计算结  
果如下 :

表 3 回收率测定数据

序号	Abs	C(ppb, 即 ng/mL)	回收率%
S+10	0.0069	20.76	93.74
S+25	0.0125	35.48	96.36

## 3. 结论

本实验以国标 GB/T 17593.3-2006 《纺织品 重金属的测定 第 3 部分 : 六价  
铬 分光光度法》为依据 , 以二苯基碳酰二肼为显色剂 , 以日立 U3900 为检测仪  
器 , 进行了纺织品中六价铬的含量检测 , 检测限为几个 ppb。