

中华人民共和国国家标准

GB 19342—2013
代替 GB 19342—2003

牙 刷

Toothbrushes

2013-10-10 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
牙 刷

GB 19342—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(100013)
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 1.75 字数 50 千字
2013年10月第一版 2013年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47669

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

本标准的4.1,4.2,表5中1、3、5项,4.6为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准代替GB 19342—2003《牙刷》。

本标准与GB 19342—2003相比,主要技术变化如下:

- 修改了标准的适用范围(见第1章,2003年版的第1章);
- 修改了规格尺寸中单丝直径的要求(见表2,2003年版的表2);
- 修改了牙刷毛束拉力(见表5,2003年版的表3);
- 修改了单丝弯曲恢复率(见表5,2003年版的表3);
- 修改了磨毛(见4.6,2003年版的4.6);
- 修改了有害元素的测试方法(见附录A,2003年版的附录A);
- 修改了牙刷毛束强度分类试验方法(见附录B,2003年版的附录B);
- 修改了型式检验(见6.3,2003年版的6.3);
- 将毛束强度由毛束弯曲力或公称丝径代替;
- 将附录B中牙刷毛束强度的分类放入4.4中;
- 增加了术语和定义;
- 增加了公称丝径应明示在产品包装上;
- 增加了以公称丝径评定牙刷毛束强度分类和试验方法;
- 删除了产品分类;
- 删除了儿童牙刷和幼儿牙刷的要求及测试方法;
- 删除了附录B中的术语和定义。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国日用杂品标准化中心归口。

本标准起草单位:江苏五爱集团有限公司、北京市轻工产品质量监督检验一站、高露洁三笑有限公司、慈溪市洁达纳米复合材料有限公司、扬州明星牙刷有限公司、扬州金巴丽刷业有限公司、好来化工(中山)有限公司、杜邦兴达(无锡)单丝有限公司、武汉市今晨实业有限公司、江苏兴盛刷业有限公司、扬州今晨刷业有限公司、广东雪洁日化用品有限公司、宝洁(中国)有限公司、江苏晨洁日化有限公司、扬州市杰英特日化有限公司、两面针(扬州)酒店用品有限公司、扬州金霞塑胶有限公司、无锡市兴达尼龙有限公司、江苏三笑集团有限公司、国家轻工业日用杂品质量监督检测中心、广东三椒日化有限公司。

本标准主要起草人:李传和、杨兆金、肖清、马剑波、张文生、陈兴龙、顾明、邓小民、庞超、盛大放、王金燕、李端翌、黄怡康、尤松、李正林、韦日平、屠金祥、胡瑞莉、王宝勤、周晓梅、魏晓英、王昕瑶、程小虎、林创有。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 19342—2003。

牙 刷

1 范围

本标准规定了牙刷的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。
本标准适用于手动的成人植毛牙刷。
本标准不适用于特殊型、功能型牙刷(如:全注胶毛牙刷)和电动牙刷。

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 191 包装储运图示标志

GB/T 2828.1—2012 计数抽样检验程序 第1部分:按接收质量限(AQL)检索的逐批检验抽样计划

GB/T 2829—2002 周期检验计数抽样程序及抽样表(适用于对过程稳定性的检验)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

单丝 filament

刷头中的单一细丝。

3.2

刷头 brush head

牙刷带有刷丝的一端。

3.3

毛束强度分类 tuft stiffness category

由毛束弯曲力或公称丝径得到的强度分类,软、中、硬。

3.4

毛束 tuft

由一组单丝聚集而成。

3.5

毛束弯曲力 tuft deflection force

F

毛束抵抗弯曲所产生的力。

4 要求

4.1 卫生要求

4.1.1 刷毛、刷柄、刷头不应脱色。

4.1.2 牙刷各部位应清洁,无污物,无异味。

4.1.3 销售产品应有包装,包装内外应干净整洁,无污物、开裂。

4.2 安全要求

4.2.1 牙刷头部外形应光滑,无锐边,无毛刺。刷柄尾部形状不应对人体造成伤害。

4.2.2 有害元素:产品中可溶性锑、砷、钡、镉、铬、铅、汞、硒或这些元素组成的任何可溶性化合物的元素含量不得超过表 1 中的数值。

表 1

单位为毫克每千克

| 元素名称 | 锑 (Sb) | 砷 (As) | 钡 (Ba) | 镉 (Cd) | 铬 (Cr) | 铅 (Pb) | 汞 (Hg) | 硒 (Se) |
|------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 含量 | 60 | 25 | 1 000 | 75 | 60 | 90 | 60 | 500 |

4.3 规格尺寸

规格尺寸(见图 1)应符合表 2 要求。

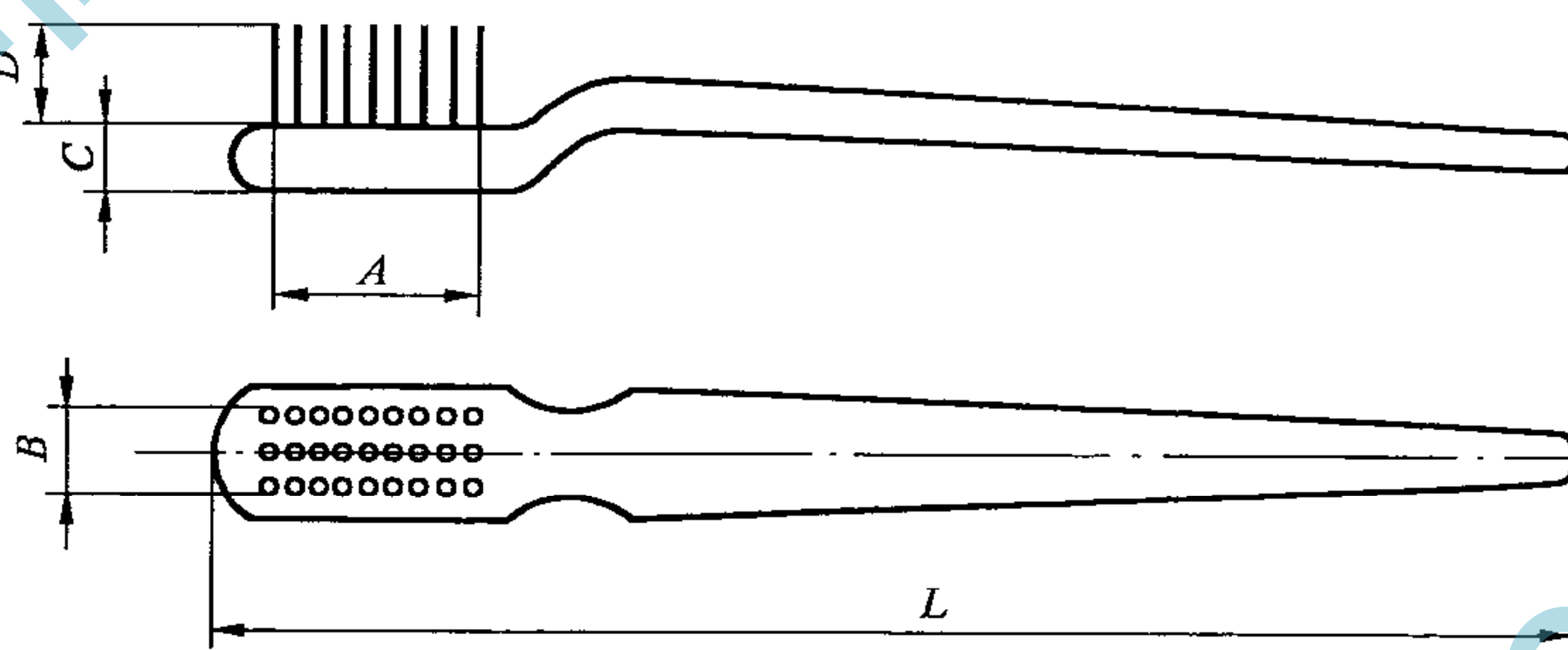


图 1

表 2

单位为毫米

| 序号 | 项目 | 要求 | |
|----|----------|--------|----------|
| 1 | 毛面长度(A) | ≤42.0 | |
| 2 | 毛面宽度(B) | ≤14.0 | |
| 3 | 刷头厚度(C) | ≤7.0 | |
| 4 | 刷毛高度(D) | 平形毛型 | 8.0~13.0 |
| | | 异形毛型 | 5.0~14.0 |
| 5 | 单丝直径(φ) | ≤0.35 | |
| 6 | 牙刷全长*(L) | ≥150.0 | |

* 特殊用途牙刷除外。

4.4 毛束强度分类

4.4.1 毛束强度分类及公称丝径应明示在产品包装上。

4.4.2 毛束强度分类应符合表 3 或表 4 的要求。

表 3

| 毛束强度分类 | 毛束弯曲力(F) N |
|--------|---------------|
| 软 | $F < 6$ |
| 中 | $5 < F < 8$ |
| 硬 | $F > 7$ |

注：部分注胶毛牙刷的毛束弯曲力测试去掉注胶部分。

表 4

| 毛束强度分类 | 公称丝径尺寸(ϕ) mm |
|--------|----------------------------|
| 软 | $\phi \leq 0.18$ |
| 中 | $0.18 \leq \phi \leq 0.22$ |
| 硬 | $0.22 \leq \phi \leq 0.35$ |

4.5 物理性能

物理性能应符合表 5 的要求。

表 5

| 序号 | 项目 | 要求 |
|----|-----------|---|
| 1 | 毛束拉力/N | ≥ 15 |
| 2 | 柄部抗弯力/N | ≥ 80 或变形极限范围内不断 |
| 3 | 颈部抗弯力/N | ≥ 43 或变形极限范围内不断 |
| 4 | 耐高温性能 | (50 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 水中浸泡 20 min 无异常 |
| 5 | 单丝弯曲恢复率/% | ≥ 60 |

4.6 磨毛

牙刷刷毛单丝顶端轮廓经磨毛应去除锐角,且不应有毛刺。合格与不合格单丝顶端轮廓如图 2 中 a)、b)所示。平形毛型牙刷刷毛单丝顶端轮廓合格率应大于等于 60%,异形毛型牙刷刷毛单丝顶端轮廓合格率应大于等于 40%。

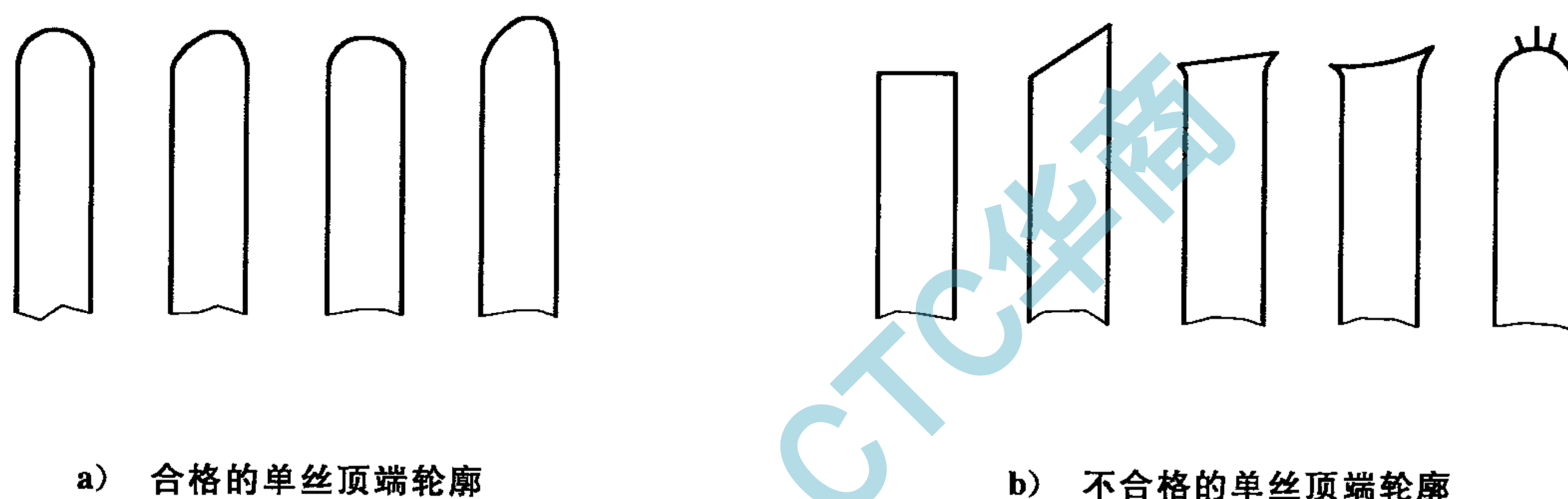


图 2

4.7 外观质量

外观质量应符合表 6 的规定。

表 6

| 序号 | 项目 | 要求 |
|----|------|---|
| 1 | 刷毛 | 整齐、顺直,毛束空满适宜 |
| 2 | 毛孔裂纹 | 不允许裂纹向刷头边缘、背向裂穿 |
| 3 | 刷柄 | 表面清洁,外形光滑,不允许有可见杂质、裂纹及大于 1 mm ² 的气泡(气泡仅对透明柄而言,工艺气泡除外)等缺陷存在 |

5 试验方法

5.1 卫生要求

5.1.1 脱色试验:用充分浸透 65%乙醇的脱脂棉,在刷头、刷柄、刷毛上往返用力擦拭 100 次,目测观察脱脂棉上是否有颜色。

5.1.2 目测检查牙刷各部位是否清洁,无污物,用嗅觉判断有无异味。

5.1.3 目测销售产品是否有包装,包装是否有开裂,包装内外是否干净整洁,无污物。销售产品包装检查以刷毛不被手直接触摸到为合格。

5.2 安全要求

5.2.1 牙刷头部及刷柄尾部在自然光或 40 W 灯光下距离牙刷 300 mm 目测,并用手感检查。

5.2.2 有害元素按附录 A 方法测试。

5.3 规格尺寸

规格尺寸分别用最小分度值为 0.02 mm 的游标卡尺、0.01 mm 的外径千分尺、0.5 mm 的直尺进行测量。

5.4 毛束强度分类

5.4.1 目测是否明示在产品包装上。

5.4.2 毛束强度分类以毛束弯曲力评定,按附录 B 方法进行测试。

5.4.3 毛束强度分类按明示的公称丝径评定。

5.4.4 如对毛束强度分类评定结果有争议时,按附录 B 方法进行仲裁。

5.5 物理性能

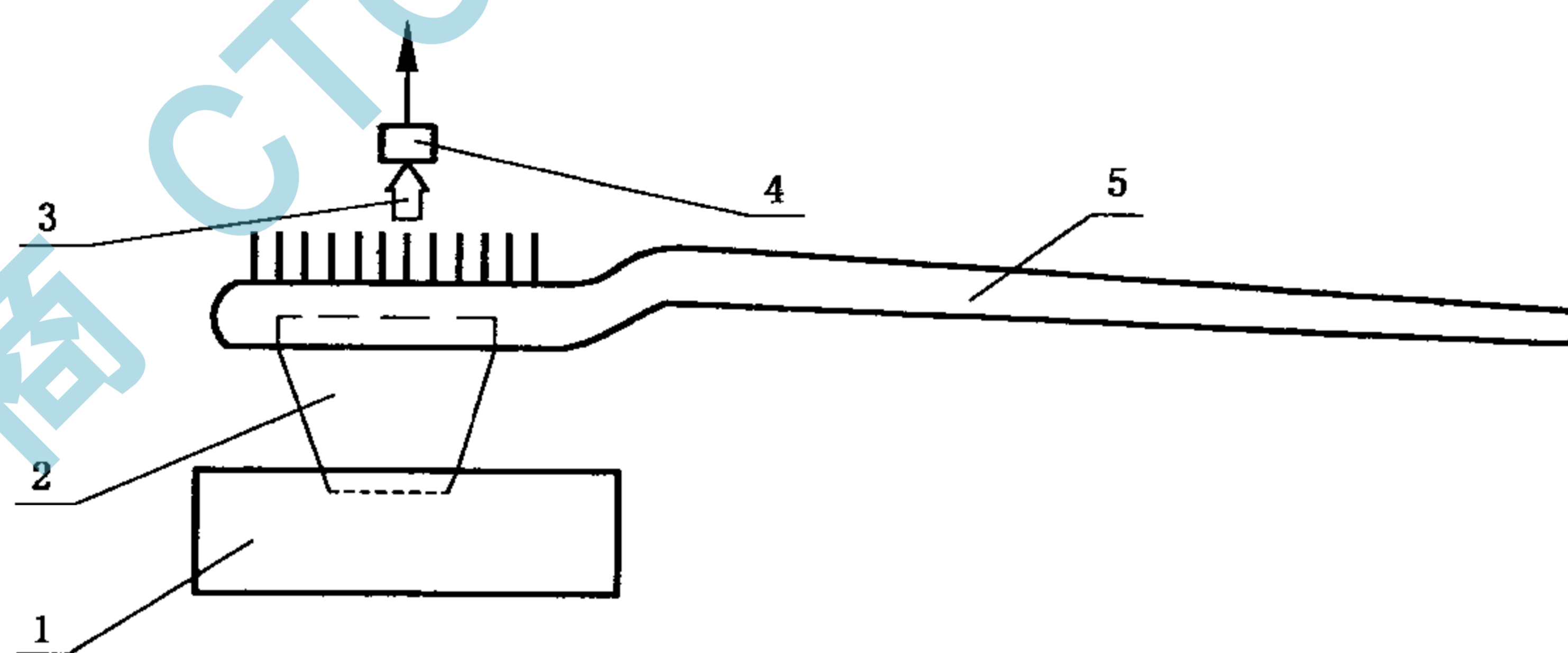
5.5.1 毛束拉力

5.5.1.1 试验装置:拉力试验机(最小分度值为 0.1 N)、刷头夹具、刷毛夹。

5.5.1.2 试样制备:每支牙刷任留一束毛,其余刷毛去除。在温度 $(20\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 条件下,恒温 4 h。

5.5.1.3 试验条件:温度 $(20\pm 5)^{\circ}\text{C}$,拉力试验机升降速度为匀速 $(90\pm 10)\text{mm}/\text{min}$ 。

5.5.1.4 试验步骤:将刷头通过刷头夹具连接在拉力试验机的下钳口上(刷毛向上),刷毛夹连接在拉力试验机的上钳口上,刷毛夹对准并夹住所留的毛束(见图 3)。开动拉力试验机,读取毛束脱落时拉力试验机的读数。



说明:

- 1——下钳口;
- 2——刷头夹具;
- 3——刷毛夹;
- 4——上钳口;
- 5——试样。

图 3

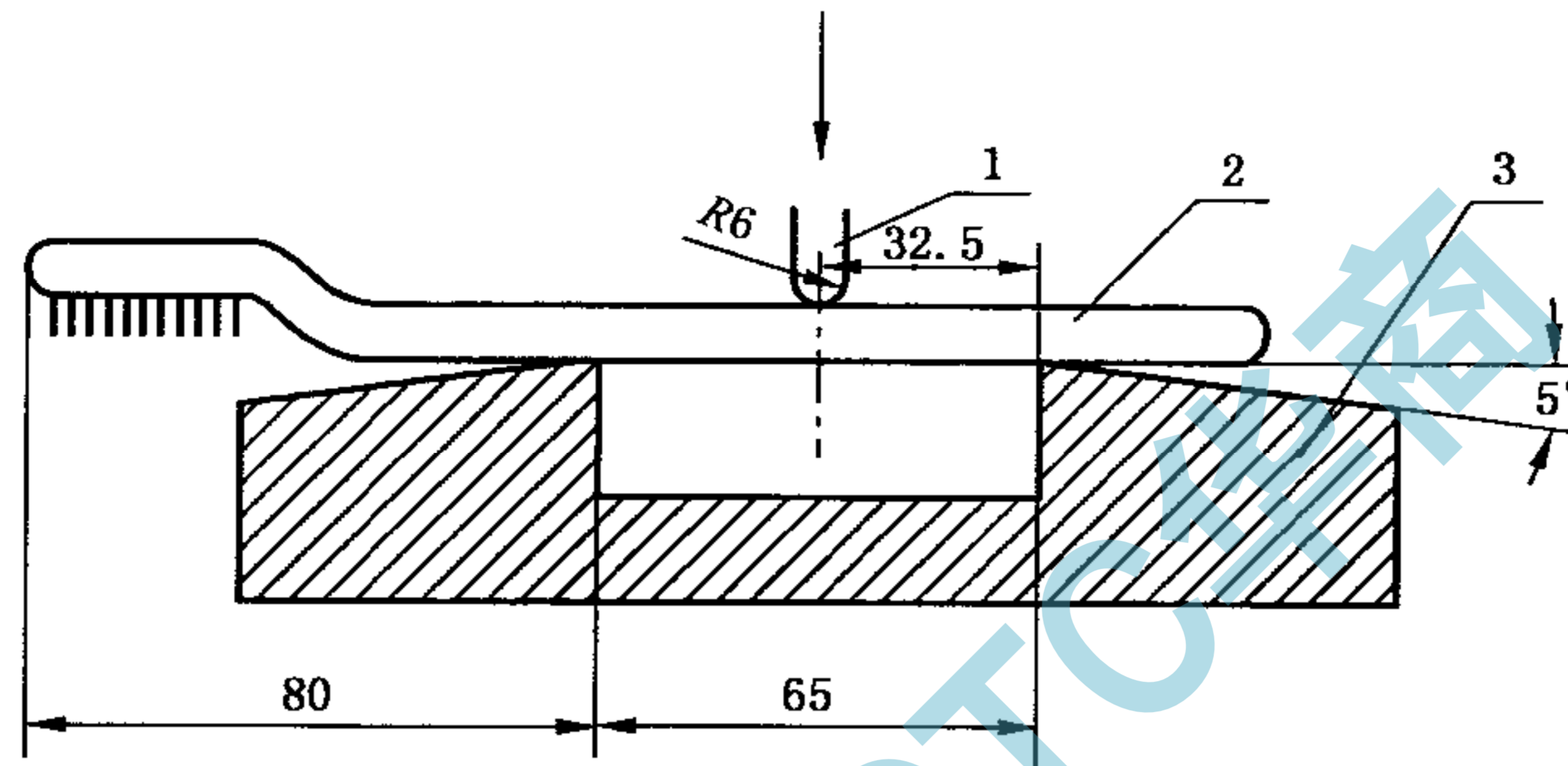
5.5.2 柄部抗弯力

5.5.2.1 试验装置:拉力试验机(最小分度值为 0.1 N)、反向器、专用夹具。

5.5.2.2 试验制备:自刷头顶端量至 80 mm 处作第一标记,从此标记往下 65 mm 处作第二标记,在温度 $(20\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 条件下,恒温 4 h。

5.5.2.3 试验条件:温度 $(20\pm 5)^{\circ}\text{C}$,拉力试验机升降速度为匀速 $(100\pm 10)\text{mm}/\text{min}$,压头半径 6 mm,作用于跨距的中间部位。

5.5.2.4 试验步骤:将专用夹具放在反向器上,反向器安装在拉力试验机上,试样放在支座上,两标记分别对准左、右两支点,刷毛向下,压头垂直作用于试样的轴线(见图 4)。开动拉力试验机,读取试样断裂时的读数或从压头接触试样起,下降 33 mm,试样仍不断时停止加荷。



说明:

- 1——压头;
- 2——试样;
- 3——支座。

图 4

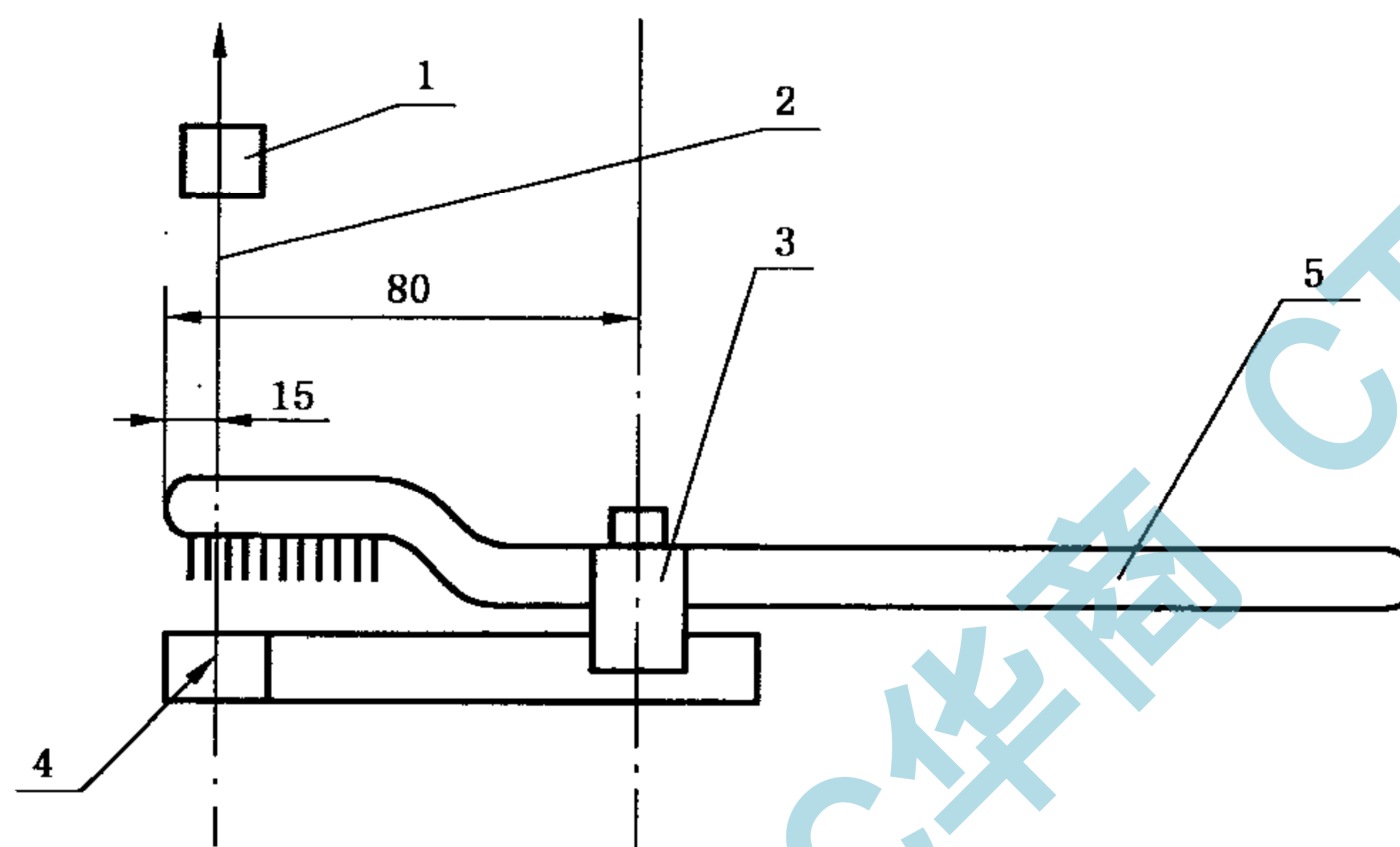
5.5.3 颈部抗弯力

5.5.3.1 试样装置:拉力试验机(最小分度值为 0.1 N)、钢丝、刷柄夹具。

5.5.3.2 试样制备:自刷头顶端量至 15 mm 处作第一标记,再从顶端量至 80 mm 处作第二标记,在温度 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 条件下,恒温 4 h。

5.5.3.3 试验条件:温度 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$,拉力试验机升降速度为匀速 $(100 \pm 10)\text{mm}/\text{min}$ 。

5.5.3.4 试验步骤:将直径 2 mm,长约 250 mm 的钢丝对折放入拉力试验机的上钳口中夹住,刷柄夹具连接在拉力试验机的下钳口中,刷柄放入刷柄夹具中并固定在第二标记处(刷毛向下),钢丝套在第一标记处(见图 5),开动拉力试验机,读取试样断裂时的读数或弯曲至极限仍不断时停止加荷。



说明:

- 1——上钳口;
- 2——钢丝;
- 3——刷柄夹具;
- 4——下钳口;
- 5——试样。

图 5

5.5.4 耐温性能

5.5.4.1 试验装置:恒温水槽。

5.5.4.2 试验步骤:将试样浸入(50±2)°C的水中恒温 20 min,取出后检查刷柄、刷毛有无异常。

5.5.5 单丝弯曲恢复率

5.5.5.1 试验装置:恒温水槽、秒表、金属板一块,钻有直径(1.5±0.1)mm 的通孔五个(见图 6)。

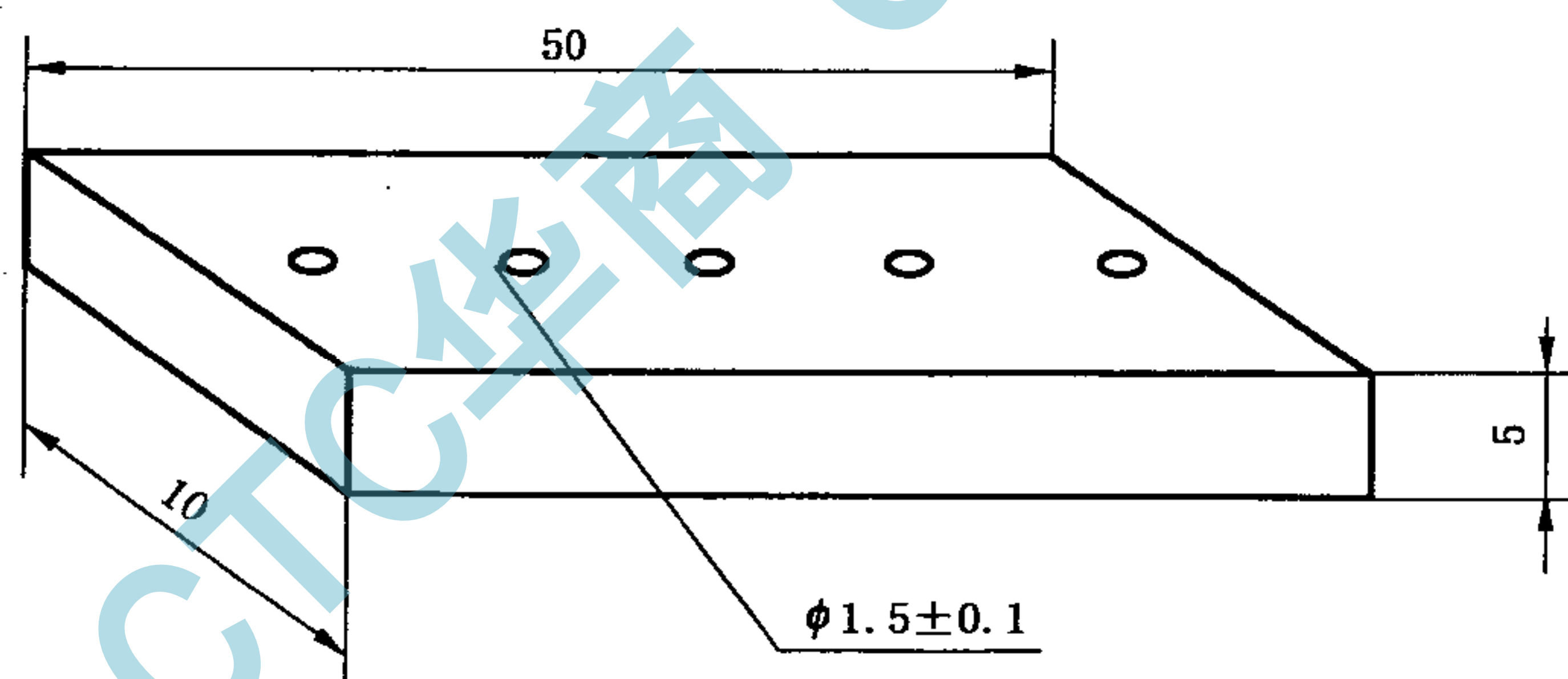


图 6

5.5.5.2 试样制备:从牙刷上任取单丝。

5.5.5.3 试样条件及步骤:每支牙刷取单丝五根(取平直部分),轻轻放入孔内,凸出部分不能大于孔的半径,单丝的放入方法见图 7a)。将金属板连同试样一起浸入(50±2)°C的水中 2 min,取出后再浸入(20±2)°C的水中浸泡 30 s 后取出,然后将试样轻轻从孔中取出,浸入(20±2)°C的水中 15 min,取出后立即将试样置于平滑的表面,用量角器分别测取五个 θ 角(见图 7b))。

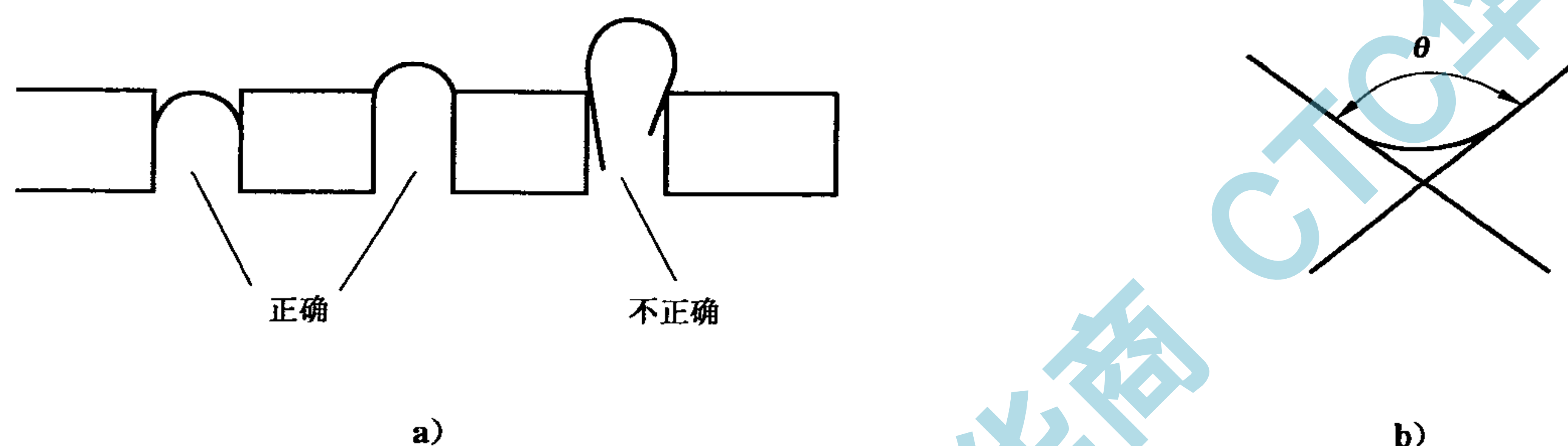


图 7

5.5.5.4 将所测得五个 θ 角取平均值(以度为单位),按式(1)进行计算。

$$\kappa(\%) = \frac{\theta}{180} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

κ —— 单丝弯曲恢复率, %。

5.6 磨毛

5.6.1 平形毛型牙刷在刷毛毛面上任取三束,然后将这三束毛取下,贴在纸面上,用 30 倍以上的显微镜观察,按式(2)进行合格率计算。

$$a(\%) = \frac{n}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- a ——磨毛合格率，%；
- n ——单丝顶端轮廓合格数；
- m ——单丝样本总数。

5.6.2 异形毛型牙刷在刷毛高、中、低毛束中各取一束，将这三束毛取下，贴在纸面上，用30倍以上的显微镜观察，按式(2)进行合格率计算。

5.7 外观质量

在自然光线或40 W灯光下距离牙刷300 mm目测，刷柄中的气泡缺陷用标准尘埃图对比检查。

6 检验规则

6.1 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

6.2.1 凡提出交货的产品，均应进行出厂检验。产品应经生产厂质量检验部门按本标准检验合格后方可出厂，并附有使用说明和检验合格标识。

6.2.2 出厂检验按GB/T 2828.1—2012规定进行，采用特殊检查水平S-3的正常检查一次抽样方案，其检验项目、要求、试验方法、接收质量限AQL值见表7。

表 7

| 序号 | 检验项目 | 要求 | 试验方法 | AQL值 |
|----|------|-----|------|------|
| 1 | 磨毛 | 4.6 | 5.6 | 6.5 |
| 2 | 外观质量 | 4.7 | 5.7 | |

6.2.3 出厂检验若判为不合格批时，可从该批产品中双倍抽样对不合格项进行复检，如复检有一项仍不合格，则判定该批产品为不合格。该批产品应返工后方可交验。

6.3 型式检验

6.3.1 有下列情况之一时应进行型式检验：

- a) 新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定时；
- b) 正式生产后，如结构、材料、工艺有较大变动，可能影响产品性能时；
- c) 正常生产后，对批量产品进行抽样检查，每年至少一次；
- d) 产品停产半年后，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f) 国家产品质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.3.2 型式检验的样本应从经过出厂检验的合格批中抽取18支检验，型式检验的评定以不合格支数计算。

6.3.3 型式检验按GB/T 2829—2002规定进行，采用判别水平I的一次抽样方案，检验项目、要求、试

验方法、不合格分类、不合格质量水平(RQL值)、样本数、判定数组见表8。

表8

| 序号 | 检验项目 | 要求 | 试验方法 | 不合格分类 | RQL值 | 样本数 | 判定数组 | |
|----|------|-------|-------|-------|------|-----|------|----|
| | | | | | | | Ac | Re |
| 1 | 卫生要求 | 4.1 | 5.1 | A | 30 | 3 | 0 | 1 |
| 2 | 安全要求 | 4.2.1 | 5.2.1 | | 40 | 2 | | |
| 3 | 磨毛 | 4.6 | 5.6 | | 40 | 5 | | |
| 4 | 物理性能 | 4.5 | 5.5 | B | 40 | 5 | 1 | 2 |
| 5 | 规格尺寸 | 4.3 | 5.3 | C | 65 | 3 | 1 | 2 |
| 6 | 外观质量 | 4.7 | 5.7 | | | | | |

6.3.4 有害元素应符合4.2.2的要求,否则判定为不合格。

6.3.5 毛束强度分类应符合4.4.2的要求,测试样品5支,3个及以上数据与明示强度相符,判定为合格,否则判定为不合格。

6.3.6 有一项不合格判定为型式检验不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

7.1.1 产品销售单位包装上应标有以下中文内容:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂厂名、厂址;
- c) 产品执行标准编号;
- d) 毛束强度分类;
- e) 公称丝径;
- f) 产品质量检验合格标识。

7.1.2 产品包装箱应有以下中文内容:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂厂名、厂址;
- c) 型号;
- d) 数量;
- e) 长×宽×高。

7.2 包装

产品包装箱应牢固,无破损,包装箱上的贮运标志应符合GB/T 191的规定。

7.3 运输

产品搬运时要轻取轻放,防止雨淋和重压。

7.4 贮存

产品应贮存在干燥、通风的仓库内。

附录 A
(规范性附录)
有害元素的测试

A.1 原理

可溶性元素在下列模拟条件下从产品材料上提取,模拟材料在吞咽后与胃酸持续接触一段时间后的溶出物。采用检出限适当的分析方法定量测定可溶性元素的含量。

A.2 试剂和仪器

A.2.1 试剂

A.2.1.1 盐酸溶液 1: $c(\text{HCl})=(0.070\pm 0.005)\text{mol/L}$ 。

A.2.1.2 盐酸溶液 2: $c(\text{HCl})=2\text{mol/L}$ 。

A.2.1.3 水:应符合 GB/T 6682—2008 规定的 3 级纯度。

A.2.2 仪器

A.2.2.1 pH 测试仪:最小分度值为 0.02。

A.2.2.2 恒温水浴振荡器:最小分度值为 $\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.2.2.3 天平,最小分度值为 0.000 1 g。

A.2.2.4 化学容器:如具塞锥形瓶等,容量为盐酸溶液提取剂体积的 1.6~5.0 倍。

A.3 取样

在室温下采用机械刮削或剪取方法从测试样品上对不同材料和颜色分别取样。每个试样长度应不大于 6 mm。不足 10 mg 的材料免除测试。

A.4 提取程序

称取 1 g 试样,精确至 0.000 1 g,使用合适的化学容器,在保证样品不被污染的情况下,将相当于测试样质量 50 倍,温度为 $(37\pm 2)\text{ }^\circ\text{C}$ 的盐酸溶液 1 与测试试样混合。

摇动 1 min,检查混合液的酸度。如果 pH 大于 1.5,一边摇动混合物,一边逐滴加入盐酸溶液 2 直至 pH 达到 1.0~1.5。

将混合物避光,用恒温水浴振荡器温度为 $(37\pm 2)\text{ }^\circ\text{C}$ 振荡 1 h 后,在相同条件下放置 1 h。测试工作应在 24 h 内完成。

以上方法适用于测试锑、砷、钡、镉、铬、铅、汞、硒含量时样品的制备和提取。

A.5 样品中有害元素的测试

A.5.1 总则

测试方法见 A.5.2~A.5.9。此方法为典型性操作,也可采用其他检出限适当的仪器(如:电感耦

合等离子发射光谱仪、原子荧光光度计等)按照相应操作方法完成测试。在测试结果有争议的情况下, A. 5. 2~A. 5. 9 方法应作为仲裁方法。

A. 5. 2 铈含量的测定——火焰原子吸收光谱法

A. 5. 2. 1 原理

将试样溶液导入到乙炔-空气火焰中,在 217.6 nm 的波长下测量铈空心阴极灯发射的谱线吸收值。

A. 5. 2. 2 试剂和材料

A. 5. 2. 2. 1 乙炔:高纯。

A. 5. 2. 2. 2 压缩空气。

A. 5. 2. 2. 3 铈标准母液:每升含铈 1 000 mg。

A. 5. 2. 2. 4 铈标准溶液:每升含铈 100 mg。用移液管吸取铈标准母液(A. 5. 2. 2. 3)10 mL 于一个 100 mL 单刻度容量瓶中,用盐酸溶液 1(A. 2. 1. 1)稀释至刻度,并充分摇匀。此溶液应在使用的当天配制。

A. 5. 2. 3 仪器

A. 5. 2. 3. 1 原子吸收分光光度计。

A. 5. 2. 3. 2 铈空心阴极灯。

A. 5. 2. 3. 3 滴定管:25 mL。

A. 5. 2. 3. 4 单刻度容量瓶:100 mL、1 000 mL。

A. 5. 2. 4 操作步骤

A. 5. 2. 4. 1 标准曲线的绘制

由滴定管(A. 5. 2. 3. 3)按表 A. 1 中铈标准溶液(A. 5. 2. 2. 4)的体积分别加入到一组 100 mL 单刻度容量瓶(A. 5. 2. 3. 4)中,用盐酸溶液 1(A. 2. 1. 1)稀释至刻度,并充分摇匀。该溶液应在使用的当天配制。

表 A. 1

| 标准对比溶液 | 铈标准溶液(A. 5. 2. 2. 4)的体积 mL | 标准对比溶液中铈的浓度 $\mu\text{g/mL}$ |
|--------|-------------------------------|---------------------------------|
| 0 | 0 | 0 |
| 1 | 2.0 | 2.0 |
| 2 | 5.0 | 5.0 |
| 3 | 8.0 | 8.0 |
| 4 | 10.0 | 10.0 |

将铈空心阴极灯(A. 5. 2. 3. 2)安装在光谱仪(A. 5. 2. 3. 1)上,调节单光源至 217.6 nm 处,调节仪器以取得最大的吸光度。

调节乙炔(A. 5. 2. 2. 1)和空气(A. 5. 2. 2. 2)的流量,点燃火焰。分别将各个标准对比溶液吸入火焰,进行测量。在每次测量之后,都要吸入水通过燃烧器,务必保持均匀的吸入率。

以标准对比溶液中所含铈的浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,以相应的吸收值为纵坐标,绘制曲线。

A. 5. 2. 4. 2 试样溶液和空白试样溶液的测定

按照 A. 4 步骤得到试样溶液。

取盐酸溶液 1(A. 2. 1. 1)作为空白试样溶液。

按照标准对比溶液测试方法测定试样溶液及空白试样溶液吸收值,并由标准曲线查得铈的浓度。

A. 5. 2. 5 结果的表示

被测试样铈含量按式(A. 1)计算。

$$X = \frac{c_1 - c_0}{m} \times V \times K \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中:

- X —— 试样铈含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_1 —— 试样溶液中铈的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- c_0 —— 空白试样溶液中铈的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- m —— 试样质量,单位为克(g);
- V —— 试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- K —— 稀释因子。

A. 5. 3 砷含量的测定——无焰原子吸收光谱法

A. 5. 3. 1 原理

用强还原剂(如:KBH₄)在盐酸溶液中与样品的砷化物作用,生成气态氢化物,然后将此氢化物由氩气送入灼热的石英管中,在 193.7 nm 的波长处测量由砷空心阴极灯发射的谱线吸收值。

A. 5. 3. 2 试剂和材料

- A. 5. 3. 2. 1 氩气:高纯。
- A. 5. 3. 2. 2 氢氧化钠溶液:5 g/L。
- A. 5. 3. 2. 3 硼氢化钾溶液:取硼氢化钾(KBH₄)5 g 用氢氧化钠溶液(A. 5. 3. 2. 2)溶解在 500 mL 容量瓶中。
- A. 5. 3. 2. 4 盐酸溶液:5%(质量分数)。
- A. 5. 3. 2. 5 砷标准母液:每升含砷 1 000 mg。
- A. 5. 3. 2. 6 砷标准溶液:每升含砷 1 mg。用移液管(A. 5. 3. 3. 5)吸取标准母液(A. 5. 3. 2. 5)1 mL 于一个 1 000 mL 单刻度容量瓶中,用盐酸溶液(A. 5. 3. 2. 4)稀释至刻度,并充分摇匀。此溶液应在使用当天配制。

A. 5. 3. 3 仪器

- A. 5. 3. 3. 1 原子吸收分光光度计。
- A. 5. 3. 3. 2 氢化物发生器。
- A. 5. 3. 3. 3 砷空心阴极灯。
- A. 5. 3. 3. 4 滴定管:25 mL。
- A. 5. 3. 3. 5 移液管:10 mL。
- A. 5. 3. 3. 6 单刻度容量瓶:100 mL、500 mL、1 000 mL。

A. 5. 3. 4 操作步骤

A. 5. 3. 4. 1 标准曲线的绘制

由滴定管(A. 5. 3. 3. 4)按表 A. 2 中砷标准溶液(A. 5. 3. 2. 6)的体积分别加入到一组 100 mL 单刻

度容量瓶(A. 5. 3. 3. 6)中,用盐酸溶液(A. 5. 3. 2. 4)稀释至刻度,并充分摇匀。该溶液应在使用的当天配制。

表 A. 2

| 标准对比溶液 | 砷标准溶液(A. 5. 3. 2. 6)的体积 mL | 标准对比溶液中砷的浓度 $\mu\text{g/mL}$ |
|--------|-------------------------------|---------------------------------|
| 0 | 0 | 0 |
| 1 | 2 | 0.02 |
| 2 | 4 | 0.04 |
| 3 | 6 | 0.06 |
| 4 | 8 | 0.08 |
| 5 | 10 | 0.10 |

将砷空心阴极灯(A. 5. 3. 3. 3)安装在原子吸收分光光度计(A. 5. 3. 3. 1)上,调节单光源至193.7 nm处,调节仪器以取得最大的吸光度。

将石英管加热,调节氢化物发生器的氬气(A. 5. 3. 2. 1)的流量,硼氢化钾溶液(A. 5. 3. 2. 3)及标准对比溶液的提升量,至适合时进行测量。

分别将各个标准对比溶液送入氢化物发生器(A. 5. 3. 3. 2)中进行测量。在每次测量之间,都要吸入水通过反应管,务必保持均匀的吸入率。

以标准对比溶液中砷的浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,以相应的吸收值为纵坐标,绘制曲线。

A. 5. 3. 4. 2 试样溶液和空白试样溶液

按照 A. 4 步骤得到的试样溶液。

取盐酸溶液 1(A. 2. 1. 1)作为空白试样溶液。

按照标准对比溶液方法测定试样溶液及空白试样溶液吸收值,并由标准曲线查得砷的浓度。

A. 5. 3. 5 结果的表示

被测试样砷含量按式(A. 2)计算。

$$X = \frac{c_1 - c_0}{m} \times V \times K \quad \dots\dots\dots (A. 2)$$

式中:

X —— 试样中砷含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 —— 试样溶液中砷的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 —— 空白试样溶液中砷的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m —— 称样质量,单位为克(g);

V —— 试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

K —— 稀释因子。

A. 5. 4 钡含量的测定——火焰原子吸收光谱法

A. 5. 4. 1 原理

将试样溶液导入到乙炔-氧化亚氮火焰中,在波长 553.6 nm 处测量钡空心阴极灯发射的谱线吸收值。

A. 5. 4. 2 试剂和材料

A. 5. 4. 2. 1 乙炔:高纯。

A. 5. 4. 2. 2 氧化亚氮。

A. 5. 4. 2. 3 钡标准母液:每升含钡 1 000 mg。

A. 5. 4. 2. 4 钡标准溶液:每升含钡 100 mg。用移液管吸取钡标准母液(A. 5. 4. 2. 3)10 mL 于一个 100 mL 单刻度容量瓶中,用盐酸溶液 1(A. 2. 1. 1)稀释至刻度,并充分摇匀。此溶液应在使用的当天配制。

A. 5. 4. 3 仪器

A. 5. 4. 3. 1 原子吸收分光光度计。

A. 5. 4. 3. 2 钡空心阴极灯。

A. 5. 4. 3. 3 滴定管:25 mL。

A. 5. 4. 3. 4 单刻度容量瓶:100 mL、1 000 mL。

A. 5. 4. 4 操作步骤

A. 5. 4. 4. 1 标准曲线的绘制

由滴定管(A. 5. 4. 3. 3)按表 A. 3 中钡标准溶液(A. 5. 4. 2. 4)的体积分别加入到一组 100 mL 单刻度容量瓶(A. 5. 4. 3. 4)中,用盐酸溶液 1(A. 2. 1. 1)稀释至刻度,并充分摇匀。该溶液应在使用的当天配制。

表 A. 3

| 标准对比溶液 | 钡标准溶液(A. 5. 4. 2. 4)的体积 mL | 标准对比溶液中钡的浓度 $\mu\text{g}/\text{mL}$ |
|--------|-------------------------------|--|
| 0 | 0 | 0 |
| 1 | 2.0 | 2.0 |
| 2 | 4.0 | 4.0 |
| 3 | 8.0 | 8.0 |
| 4 | 10.0 | 10.0 |

将钡空心阴极灯(A. 5. 4. 3. 2)安装在原子吸收分光光度计(A. 5. 4. 3. 1)上,调节单光源至 553.6 nm 处,调节仪器以取得最大的吸光度。

调节乙炔(A. 5. 4. 2. 1)和氧化亚氮(A. 5. 4. 2. 2)的流量,点燃火焰。分别将各个标准对比溶液吸入火焰,进行测量。在每次测量之后,都要吸入水通过燃烧器,务必保持均匀的吸入率。

以标准对比溶液中所含钡的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标,以相应的吸收值为纵坐标,绘制曲线。

A. 5. 4. 4. 2 试样溶液和空白试样溶液的测定

按照 A. 4 步骤得到试样溶液。

取盐酸溶液 1(A. 2. 1. 1)作为空白试样溶液。

按照标准对比溶液测试方法测定试样溶液及空白试样溶液吸收值,并由标准曲线查得钡的浓度。

A. 5. 4. 5 结果的表示

被测试样钡含量按式(A. 3)计算。

$$X = \frac{c_1 - c_0}{m} \times V \times K \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

- X —— 试样钡含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 c_1 —— 试样溶液中钡的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 c_0 —— 空白试样溶液中钡的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 m —— 试样质量,单位为克(g);
 V —— 试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
 K —— 稀释因子。

A.5.5 镉含量的测定——火焰原子吸收光谱法

A.5.5.1 原理

将试样溶液导入到乙炔-空气火焰中,在波长 228.8 nm 处测量镉空心阴极灯发射的谱线吸收值。

A.5.5.2 试剂和材料

A.5.5.2.1 乙炔:高纯。

A.5.5.2.2 压缩空气。

A.5.5.2.3 镉标准母液:每升含镉 1 000 mg。

A.5.5.2.4 镉标准溶液:每升含镉 100 mg。用移液管吸取镉标准母液(A.5.5.2.3)10 mL 于一个 100 mL 单刻度容量瓶中,用盐酸溶液 1(A.2.1.1)稀释至刻度,并充分摇匀。此溶液应在使用的当天配制。

A.5.5.3 仪器

A.5.5.3.1 原子吸收分光光度计。

A.5.5.3.2 镉空心阴极灯。

A.5.5.3.3 滴定管:25 mL。

A.5.5.3.4 单刻度容量瓶:100 mL、1 000 mL。

A.5.5.4 操作步骤

A.5.5.4.1 标准曲线的绘制

由滴定管(A.5.5.3.3)按表 A.4 中镉标准溶液(A.5.5.2.4)的体积分别加入到一组 100 mL 单刻度容量瓶(A.5.5.3.4)中,用盐酸溶液 1(A.2.1.1)稀释至刻度,并充分摇匀。该溶液应在使用的当天配制。

表 A.4

| 标准对比溶液 | 镉标准溶液(A.5.5.2.4)的体积 mL | 标准对比溶液中镉的浓度 $\mu\text{g/mL}$ |
|--------|---------------------------|---------------------------------|
| 0 | 0 | 0 |
| 1 | 2.5 | 2.5 |
| 2 | 5.0 | 5.0 |
| 3 | 10.0 | 10.0 |
| 4 | 15.0 | 15.0 |

A. 5. 5. 4. 2 将镉空心阴极灯(A. 5. 5. 3. 2)安装在原子吸收分光光度计(A. 5. 5. 3. 1)上,调节单光源至228. 8 nm处,调节仪器以取得最大的吸光度。

调节乙炔(A. 5. 5. 2. 1)和空气(A. 5. 5. 2. 2)的流量,点燃火焰。分别将各个标准对比溶液吸入火焰,进行测量。在每次测量之后,都要吸入水通过燃烧器,务必保持均匀的吸入率。

以标准对比溶液中所含镉的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标,以相应的吸收值为纵坐标,绘制曲线。

A. 5. 5. 4. 3 试样溶液和空白试样溶液的测定

按照 A. 4 步骤得到试样溶液。

取盐酸溶液 1(A. 2. 1. 1)作为空白试样溶液。

按照标准对比溶液测试方法测定试样溶液及空白试样溶液吸收值,并由标准曲线查得镉的浓度。

A. 5. 5. 5 结果的表示

被测试样镉含量按式(A. 4)计算。

$$X = \frac{c_1 - c_0}{m} \times V \times K \quad \dots\dots\dots (A. 4)$$

式中:

X —— 试样镉含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 —— 试样溶液中镉的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

c_0 —— 空白试样溶液中镉的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

m —— 试样质量,单位为克(g);

V —— 试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

K —— 稀释因子。

A. 5. 6 铬含量的测定——石墨炉原子吸收光谱法

A. 5. 6. 1 原理

试样注入石墨管中,石墨管两端通电流升温,样品经干燥、灰化后原子化。原子化时产生的原子蒸气吸收特定的辐射能量,吸收量与金属元素含量成正比,样品含量与标准系列比较定量。

A. 5. 6. 2 试剂和材料

A. 5. 6. 2. 1 氩气:高纯。

A. 5. 6. 2. 2 5%磷酸二氢铵溶液:称取磷酸二氢铵($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$,优级纯)5 g,加水溶解后,稀释至100 mL。

A. 5. 6. 2. 3 铬标准母液:每升相当于含铬1 000 mg。

A. 5. 6. 2. 4 铬标准溶液:使用前把铬标准母液(A. 5. 6. 2. 3)逐步稀释成每毫升相当于10 μg 铬的标准使用液。

A. 5. 6. 3 仪器

A. 5. 6. 3. 1 原子吸收分光光度计,配备石墨炉。

A. 5. 6. 3. 2 热解石墨管。

A. 5. 6. 3. 3 微量取液器。

A. 5. 6. 3. 4 滴定管:25 mL。

A. 5. 6. 3. 5 单刻度容量瓶:100 mL、1 000 mL。

A. 5. 6. 3. 6 铬空心阴极灯。

A.5.6.4 操作步骤

A.5.6.4.1 标准对比溶液的配制

由滴定管按表 A.5 中铬标准溶液(A.5.6.2.4)的体积分别加入到一组 100 mL 单刻度容量瓶(A.5.6.3.5)中,再加入 5%磷酸二氢铵溶液 1.0 mL,用盐酸溶液 1(A.2.1.1)稀释至刻度,混匀。

表 A.5

| 标准对比溶液 | 铬标准溶液(A.5.6.2.3)的体积 mL | 标准对比溶液中铬的浓度 $\mu\text{g/mL}$ |
|--------|---------------------------|---------------------------------|
| 0 | 0 | 0 |
| 1 | 0.20 | 0.02 |
| 2 | 0.40 | 0.04 |
| 3 | 0.60 | 0.06 |
| 4 | 0.80 | 0.08 |
| 5 | 1.00 | 0.10 |

A.5.6.4.2 试样溶液

吸取样品浸泡溶液(A.4)1.0 mL 于 10 mL 比色管中,加入 5 g/100 mL 磷酸二氢铵溶液(A.5.6.2.2) 1.0 mL,用盐酸溶液 1(A.2.1.1)稀释至刻度。

A.5.6.4.3 空白试样溶液

吸取盐酸溶液 1(A.2.1.1)9.0 mL 于 10 mL 比色管中,加入 5 g/100 mL 磷酸二氢铵溶液(A.5.6.2.2) 1.0 mL。

A.5.6.4.4 测定

开启原子吸收分光光度计及石墨炉,将铬空心阴极灯装在原子吸收分光光度计上,调节测量波长为 357.9 nm,根据设备情况调节其他仪器参数及测定条件。用微量取液器(A.5.6.3.3)分别吸取标准对比溶液、空白试样溶液、试样溶液注入石墨管进行测定,根据测量值绘制标准曲线及计算空白试样溶液、试样溶液中铬的浓度。

A.5.6.5 结果的表示

样品中铬含量按式(A.5)计算。

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V}{m} \times 10 \times K \quad \dots\dots\dots(A.5)$$

式中:

X ——试样中铬含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 ——试样溶液中铬的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——空白试样溶液中铬的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——称样质量,单位为克(g);

K ——稀释因子。

A.5.7 铅含量的测定——火焰原子吸收光谱法

A.5.7.1 原理

将试样放入到乙炔—空气火焰中,在波长 283.3 nm 处测量由铅空心阴极灯发射的谱线吸收值。

A.5.7.2 试剂和材料

A.5.7.2.1 乙炔:高纯。

A.5.7.2.2 压缩空气。

A.5.7.2.3 铅标准母液:每升含铅 1 000 mg。

A.5.7.2.4 铅标准溶液:每升含铅 100 mg。用移液管吸取铅标准母液(A.5.7.2.3)10 mL 移入 100 mL 单刻度容量瓶中,用盐酸溶液 1(A.2.1.1)稀释至刻度,并充分摇匀。此溶液应在使用的当天配制。

A.5.7.3 仪器

A.5.7.3.1 原子吸收分光光度计。

A.5.7.3.2 铅空心阴极灯。

A.5.7.3.3 滴定管:25 mL。

A.5.7.3.4 单刻度容量瓶:100 mL、1 000 mL。

A.5.7.4 操作步骤

A.5.7.4.1 标准曲线的绘制

由滴定管(A.5.7.3.3)按表 A.6 中铅标准溶液(A.5.7.2.4)的体积分数分别加入到一组 100 mL 单刻度容量瓶(A.5.7.3.4)中,用盐酸溶液 1(A.2.1.1)稀释至刻度,并充分摇匀。该溶液应在使用的当天配制。

表 A.6

| 标准对比溶液 | 铅标准溶液(A.5.7.2.4)的体积 mL | 标准对比溶液中铅的浓度 $\mu\text{g/mL}$ |
|--------|---------------------------|---------------------------------|
| 0 | 0 | 0 |
| 1 | 2.5 | 2.5 |
| 2 | 5.0 | 5.0 |
| 3 | 10.0 | 10.0 |
| 4 | 15.0 | 15.0 |

将铅空心阴极灯(A.5.7.3.2)安装在原子吸收分光光度计(A.5.7.3.1)上,调节单光源至 283.3 nm 处,调节仪器以取得最大的吸光度。

调节乙炔(A.5.7.2.1)和空气(A.5.7.2.2)的流量,点燃火焰。分别将各个标准对比溶液吸入火焰,进行测量。在每次测量之间,都要吸入水通过燃烧器,务必保持均匀的吸入率。

以标准对比溶液中所含铅的浓度($\mu\text{g/mg}$)为横坐标,以相应的吸收值为纵坐标,绘制曲线。

A.5.7.4.2 试样溶液和空白试样溶液的测定

按照 A.4 步骤得到试样溶液。

取盐酸溶液 1(A. 2. 1. 1)作为空白试样溶液。

按照标准对比溶液测试方法测定试样溶液及空白试样溶液吸收值,并由标准曲线查得铅的浓度。

A. 5. 7. 5 结果的表示

被测试样铅含量按式(A. 6)计算。

$$X = \frac{c_1 - c_0}{m} \times V \times K \quad \dots\dots\dots (A. 6)$$

式中:

- X —— 试样铅含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_1 —— 试样溶液中铅的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- c_0 —— 空白试样溶液中铅的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V —— 试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m —— 试样质量,单位为克(g);
- K —— 稀释因子。

A. 5. 8 汞含量的测定——无焰原子吸收光谱法

A. 5. 8. 1 原理

用强还原剂(如:KBH₄)在硝酸溶液中与样品的汞化合物作用,生成挥发性金属汞,然后将此汞由氙气送入石英吸收管中,在波长 253.7 nm 处测量由汞空心阴极灯发射的谱线吸收值。

A. 5. 8. 2 试剂和材料

- A. 5. 8. 2. 1 氙气:高纯。
- A. 5. 8. 2. 2 氢氧化钠溶液:5 g/L。
- A. 5. 8. 2. 3 硼氢化钾:取硼氢化钾(KBH₄)5 g 用氢氧化钠溶液(A. 5. 8. 2. 2)溶解在 500 mL 容量瓶中。
- A. 5. 8. 2. 4 硝酸:1 mol/L。
- A. 5. 8. 2. 5 高锰酸钾溶液:5 g/mL。
- A. 5. 8. 2. 6 汞标准母液:每升含汞 1 000 mg。
- A. 5. 8. 2. 7 汞标准溶液:每升含汞 1 mg。用移液管(A. 5. 8. 3. 5)吸取汞标准母液(A. 5. 8. 2. 6)1 mL 于一个 1 000 mL 单刻度容量瓶中,用硝酸溶液(A. 5. 8. 2. 4)稀释至刻度,并充分摇匀。此溶液应在使用当天配制。

A. 5. 8. 3 仪器

- A. 5. 8. 3. 1 原子吸收分光光度计。
- A. 5. 8. 3. 2 氢化物发生器。
- A. 5. 8. 3. 3 汞空心阴极灯。
- A. 5. 8. 3. 4 滴定管:25 mL。
- A. 5. 8. 3. 5 移液管:10 mL。
- A. 5. 8. 3. 6 单刻度容量瓶:100 mL、500 mL、1 000 mL。

A. 5. 8. 4 操作步骤

A. 5. 8. 4. 1 标准曲线的绘制

由滴定管(A. 5. 8. 3. 4)按表 A. 7 中汞标准溶液(A. 5. 8. 2. 7)的体积分别加入到一组 100 mL 单刻

度容量瓶(A. 5. 8. 3. 6)中,再加入高锰酸钾溶液(A. 5. 8. 2. 5)1 mL,用硝酸溶液(A. 5. 8. 2. 4)分别将每个容量瓶稀释至刻度,并充分摇匀。该溶液应在使用的当天配制。

表 A. 7

| 标准对比溶液 | 汞标准溶液的体积(A. 5. 8. 2. 7) mL | 标准对比溶液中汞的相应浓度 μg/mL |
|--------|-------------------------------|------------------------|
| 0 | 0 | 0 |
| 1 | 2 | 0.02 |
| 2 | 4 | 0.04 |
| 3 | 6 | 0.06 |
| 4 | 8 | 0.08 |
| 5 | 10 | 0.10 |

将汞空心阴极灯(A. 5. 8. 3. 3)安装在原子吸收分光光度计(A. 5. 8. 3. 1)上,调节单光源至253.7 nm处,调节仪器以取得最大的吸光度。

调节氢化物发生器的氩气(A. 5. 8. 2. 1)的流量,硼氢化钾溶液(A. 5. 8. 2. 3)及标准对比溶液的提升量,至适合进行测量。

分别将各个标准对比溶液送入氢化物发生器(A. 5. 8. 3. 2)中进行测量,在每次测量之间,都要吸入水通过反应管,务必保持均匀的吸入率。

以标准对比溶液中汞的浓度(μg/mL)为横坐标,以相应的吸收值为纵坐标,绘制曲线。

A. 5. 8. 4. 2 试样溶液和空白试样溶液的测定

A. 5. 8. 4. 2. 1 按照 A. 4 步骤得到的溶液:高锰酸钾(A. 5. 8. 2. 5),99:1(体积分数)充分混合得到试样溶液。

A. 5. 8. 4. 2. 2 盐酸溶液 1(A. 2. 1. 1):高锰酸钾(A. 5. 8. 2. 5),99:1(体积分数)充分混合得到空白试样溶液。

A. 5. 8. 4. 2. 3 按照标准对比溶液测试方法测定试样溶液及空白试样溶液的吸收值,并由标准曲线查得汞的浓度。

A. 5. 8. 5 结果的表示

被测试样汞含量按式(A. 7)计算。

$$X = \frac{c_1 - c_0}{m} \times \frac{100}{99} \times V \times K \dots\dots\dots(A. 7)$$

式中:

- X —— 试样中汞含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c₁ —— 试样溶液中汞的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- c₀ —— 空白试样溶液中汞的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- m —— 称样质量,单位为克(g);
- V —— 试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- K —— 稀释因子。

A. 5. 9 硒含量的测定——无焰原子吸收光谱法

A. 5. 9. 1 原理

用强还原剂(如:KBH₄)在盐酸溶液中与样品的硒化物作用,生成气态氢化物,然后将此氢化物由

氩气送入灼热的石英管中,在波长 196.0 nm 处测量由硒空心阴极灯发射的谱线吸收值。

A.5.9.2 试剂和材料

A.5.9.2.1 氩气:高纯。

A.5.9.2.2 氢氧化钠溶液:5 g/L。

A.5.9.2.3 硼氢化钾溶液:取硼氢化钾(KBH_4)5 g 用氢氧化钠溶液(A.5.9.2.2)溶解在 500 mL 容量瓶中。

A.5.9.2.4 盐酸溶液:5%(质量分数)。

A.5.9.2.5 硒标准母液:每升含硒 1 000 mg。

A.5.9.2.6 硒标准溶液:每升含硒 1 mg。用移液管(A.5.9.3.5)吸取标准母液(A.5.9.2.5)1 mL 于一个 1 000 mL 单刻度容量瓶中,用盐酸溶液(A.5.9.2.4)稀释至刻度,并充分摇匀。此溶液应在使用当天配制。

A.5.9.3 仪器

A.5.9.3.1 原子吸收分光光度计。

A.5.9.3.2 氢化物发生器。

A.5.9.3.3 硒空心阴极灯。

A.5.9.3.4 滴定管:25 mL。

A.5.9.3.5 移液管:10 mL。

A.5.9.3.6 单刻度容量瓶:100 mL、500 mL、1 000 mL。

A.5.9.4 操作步骤

A.5.9.4.1 标准曲线的绘制

由滴定管(A.5.9.3.4)按表 A.8 中硒标准溶液(A.5.9.2.6)的体积分别加入到一组 100 mL 单刻度容量瓶(A.5.9.3.6)中,用盐酸溶液(A.5.9.2.4)稀释至刻度,并充分摇匀。该溶液应在使用的当天配制。

表 A.8

| 标准对比溶液 | 硒标准溶液(A.5.9.2.6)的体积 mL | 标准对比溶液中硒的浓度 $\mu\text{g/mL}$ |
|--------|---------------------------|---------------------------------|
| 0 | 0 | 0 |
| 1 | 2 | 0.02 |
| 2 | 4 | 0.04 |
| 3 | 6 | 0.06 |
| 4 | 8 | 0.08 |
| 5 | 10 | 0.10 |

将硒空心阴极灯(A.5.9.3.3)安装在原子吸收分光光度计(A.5.9.3.1)上,调节单光源至 196.0 nm 处,调节仪器以取得最大的吸光度。

将石英管加热,调节氢化物发生器的氩气(A.5.9.2.1)的流量,硼氢化钾溶液(A.5.9.2.3)及标准对比溶液的提升量,至适合时进行测量。

分别将各个标准对比溶液送入氢化物发生器(A. 5. 9. 3. 2)中进行测量。在每次测量之间,都要吸入水通过反应管,务必保持均匀的吸入率。

以标准对比溶液中硒的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标,以相应的吸收值为纵坐标,绘制曲线。

A. 5. 9. 4. 2 试样溶液和空白试样溶液

按照 A. 4 步骤得到的试样溶液。

取盐酸溶液 1(A. 2. 1. 1)作为空白试样溶液。

按照标准对比溶液方法测定试样溶液及空白试样溶液吸收值,并由标准曲线查得硒的浓度。

A. 5. 9. 5 结果的表示

被测试样硒含量按式(A. 8)计算。

$$X = \frac{c_1 - c_0}{m} \times V \times K \quad \dots\dots\dots(A. 8)$$

式中:

X ——试样中硒含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 ——试样溶液中硒的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

c_0 ——空白试样溶液中硒的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

m ——称样质量,单位为克(g);

V ——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

K ——稀释因子。

附录 B
(规范性附录)
牙刷毛束弯曲力的测定

B.1 试验取样

试验用 5 支牙刷。

B.2 试验条件

室温： $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

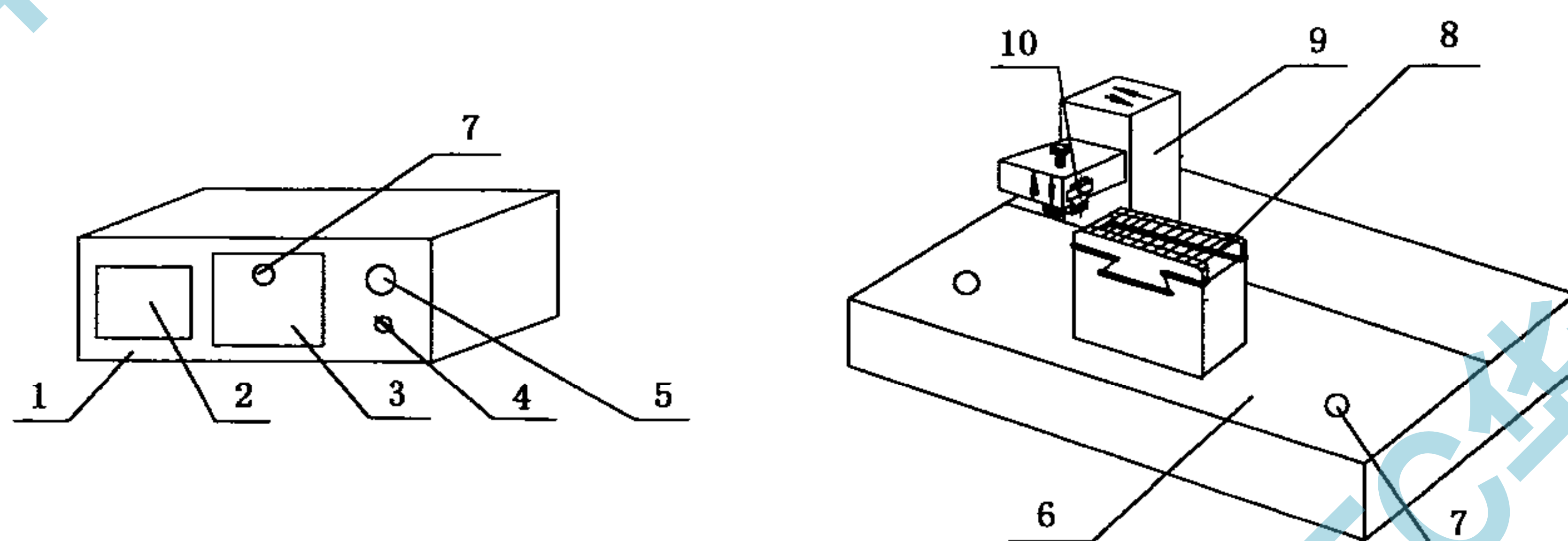
B.3 仪器设备

B.3.1 牙刷毛束强度测定仪 RB-2, 见图 B.1。

B.3.2 玻璃温度计(最小分度值为 1°C)。

B.3.3 烧杯(500 mL)。

B.3.4 秒表。



说明:

- 1——控制系统;
- 2——显示屏;
- 3——输入键;
- 4——电源开关;
- 5——电源指示灯;
- 6——工作台面;
- 7——确认键;
- 8——格栅;
- 9——垂直柱;
- 10——刷头夹具。

图 B.1

B.4 试样制备

在牙刷颈部切断刷头,将刷头在 $(23 \pm 4)^\circ\text{C}$ 水温浸泡 90 s 取出,待 $180 \text{ s} \pm 15 \text{ s}$ 后开始试验。

B.5 试验步骤

B.5.1 量取刷毛高度,对异型毛刷头全部刷毛高度取加权平均值。

B.5.2 将刷头固定在垂直柱的刷头夹具上,确保毛束平面与工作台面平行,打开电源开关,电源指示灯显示,预热 30 min 后,在控制系统中的输入键上输入毛束高度值,按确认键,主机运行至待测状态。再次按确认键,垂直柱的刷头夹具移动至格栅中央,此时刷毛高度的三分之一自动进入格栅,垂直柱继续向左移动,在显示屏中显示出正向毛束弯曲力值 F_1 。此后垂直柱再返回格栅中央,此时刷毛高度的三分之一再次自动进入格栅,垂直柱继续向右移动,在显示屏中显示出反向毛束弯曲力值 F_2 。

B.5.3 按上述步骤测试 5 支。

B.6 结果的计算

毛束弯曲力(F)按式(B.1)进行计算。

$$F = \frac{F_1 + F_2}{2} \dots\dots\dots(B.1)$$

式中:

F_1 ——正向毛束弯曲力,单位为牛顿(N);

F_2 ——反向毛束弯曲力,单位为牛顿(N)。

