



中华人民共和国国家标准

GB/T 43574—2023

化学纤维 重金属含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法和 电感耦合等离子体质谱法

Man-made fibers—Determination of heavy metal content—
Inductively coupled plasma optical emission spectrometry(ICP-OES) and
inductively coupled plasma mass spectrometry(ICP-MS)

2023-12-28 发布

2024-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国化学纤维标准化技术委员会(SAC/TC 586)提出并归口。

本文件起草单位：南京海关工业产品检测中心、中国石化集团重庆川维化工有限公司、上海纺织集团检测标准有限公司、中国化学纤维工业协会、南京江北新区生物医药公共服务平台有限公司、中国石化仪征化纤有限责任公司、新兴际华(北京)材料技术研究院有限公司、上海慧翌新材料科技有限公司、新凤鸣集团股份有限公司、桐昆集团股份有限公司、泰和新材集团股份有限公司、江苏恒力化纤股份有限公司、桐昆集团浙江恒通化纤有限公司、新乡化纤股份有限公司、绍兴惠群新材料科技有限公司、江苏新视界检验检测认证有限公司、南京金羚生物基纤维有限公司、苏州宝丽迪材料科技股份有限公司、浙江恒创先进功能纤维创新中心有限公司、上海化工研究院有限公司、世源科技(嘉兴)医疗电子有限公司、上海市纺织工业技术监督所、上海环谷新材料科技发展有限公司、安徽省产品质量监督检验研究院。

本文件主要起草人：丁友超、周佳、钟薇、李德利、顾俊捷、孙珍、陈建梅、刘丽丽、孙宾、黄玉萍、孙燕琳、朱晓娜、王丽丽、江咬强、陈西安、王建娥、俞月莉、袁彬、李珊珊、沈丽、许海霞、叶娜珍、王丽莉、杨永红、赖澍清、陶志清、丁振华。

化学纤维 重金属含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法和

电感耦合等离子体质谱法

警示：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件描述了采用电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法测定化学纤维中铅(Pb)、铜(Cu)、锌(Zn)、铁(Fe)、锰(Mn)、银(Ag)、砷(As)、镉(Cd)、铬(Cr)、钴(Co)、镍(Ni)、汞(Hg)、锡(Sn)重金属元素含量的方法。

本文件适用于部分化学纤维重金属含量的测定，包括涤纶、锦纶、氨纶、腈纶、丙纶、间位芳纶、对位芳纶、再生纤维素纤维、聚乙烯醇纤维、超高分子量聚乙烯纤维。其他化学纤维重金属含量的测定参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 4146(所有部分) 纺织品 化学纤维

3 术语和定义

GB/T 4146(所有部分)界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

化学纤维经硝酸和双氧水溶解，经微波消解处理。过滤后，采用电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定，在相应分析波长下测定各重金属元素的发射强度，对照标准工作曲线确定各重金属元素的浓度，从而计算各重金属元素的含量。

或者过滤后，采用电感耦合等离子体质谱仪进行测定，以元素特定质量数(质荷比， m/z)定性，以待测元素质谱信号与内标元素质谱信号的强度比与待测元素的浓度成正比进行定量分析。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和实验室一级水。

5.1 硝酸，质量分数 65%~68%。

5.2 双氧水,质量分数 30%。

5.3 硝酸溶液 I,体积分数 5%。

5.4 硝酸溶液 II,体积分数 1%。

5.5 重金属元素标准贮存溶液:有证标准物质,或者按照 GB/T 602 配制,质量浓度 1 000 mg/L。宜采用硝酸基体的单一标准品。在 0℃~4℃ 条件下保存,有效期为六个月。

5.6 内标储备溶液:各分析元素对应的内标元素,见附录 A。有证标准物质,或者按照 GB/T 602 配制,质量浓度 100 mg/mL。在 0℃~4℃ 条件下保存,有效期为六个月。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES),仪器参数与工作条件见附录 B。

6.2 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS),仪器参数与工作条件见附录 A。

6.3 天平,分度值 0.1 mg。

6.4 微波消解仪,带程序温度控制,控温精度 $\pm 5^{\circ}\text{C}$,配有聚四氟乙烯(PTFE)消解罐。

6.5 容量瓶,50 mL。

6.6 移液器:1 mL,5 mL,10 mL。

6.7 水相滤膜:孔径 0.45 μm 。

7 试验步骤

7.1 标准溶液的配制

7.1.1 混合标准工作溶液的制备

准确移取 0.5 mL 各元素标准贮存溶液(5.5)分别置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液 I(5.3)定容,质量浓度 10 mg/L。

混合标准工作溶液在 0℃~4℃ 条件下保存,有效期为两周。若出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,应重新制备。

7.1.2 混合内标工作溶液的制备

取 0.5 mL 各元素内标储备溶液(5.6)分别置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液 II(5.4)定容,质量浓度 1 mg/mL。

混合内标工作溶液在 0℃~4℃ 条件下保存,有效期为两周。若出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,应重新制备。

7.2 绘制标准工作曲线

根据试验要求和仪器情况,将混合标准工作溶液(7.1.1)用硝酸溶液 I(5.3)逐级稀释,配制至少 5 个浓度点的系列标准溶液以及标准空白溶液。

采用电感耦合等离子体质谱仪时,混合内标工作溶液(7.1.2)可直接加入系列标准溶液,也可通过蠕动泵在线加入。

用电感耦合等离子体发射光谱仪(6.1),按浓度由低到高的顺序依次测定系列标准溶液中各待测元素的光谱强度。以光谱强度为纵坐标,元素浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,绘制工作曲线。

或者用电感耦合等离子体质谱仪(6.2),按浓度由低到高的顺序依次测定系列标准溶液中各待测元

素的质谱信号强度、内标溶液中各内标元素的质谱信号强度。以待测元素与内标元素的质谱信号强度的比值为纵坐标,元素浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,绘制标准工作曲线。

7.3 试样溶液制备

7.3.1 试样准备

将试样剪成长度 3 mm~5 mm 的纤维段,混匀。根据纤维蓬松情况和消解罐体积,用天平称取 0.1 g~0.5 g 纤维段,精确至 0.1 mg,置于微波消解罐中。纤维应完全浸没在消解液中。

7.3.2 试样消解

用移液器(6.6)加入 6.0 mL 硝酸(5.1)、1.0 mL 双氧水(5.2),将纤维段充分浸湿。旋紧盖子,室温下静置至少 12 h,待初步反应完全。或者将消解内管加盖,在 80 ℃~100 ℃条件下预热 20 min,至不再明显冒烟或冒泡。冷却至室温。

密封微波消解罐,放入微波消解仪(6.4)中,按照表 1 的升温程序进行微波消解。程序结束后保持静置,待温度降至室温。

消解结束后,从微波消解仪中取出微波消解罐。待罐内温度冷却至室温后,将消解液转移至 50 mL 容量瓶中,用少量硝酸溶液 I (5.3)分三次淋洗微波消解罐的内罐和内盖,合并淋洗液于容量瓶中。

如果溶液不清亮或者有沉淀,用水相滤膜(6.7)过滤。残留的固态物质,用 15 mL 硝酸溶液 I (5.3)分三次淋洗,淋洗液合并入容量瓶中。

将容量瓶中的液体,用水定容至刻度,混匀。滤液应尽快用于测定。

同时进行空白试验。

表 1 微波消解升温程序

升温时间 min	消解温度 ℃	保持时间 min
15	室温至 150	5
10	150~180	5
10	180~200	30

7.4 试样溶液测定

用电感耦合等离子体发射光谱仪(6.1),或者用电感耦合等离子体质谱仪(6.2),测定试样溶液和空白溶液中各待测元素的仪器响应强度,从工作曲线上计算出各待测元素的浓度。

采用电感耦合等离子体质谱仪时,应加入与标准工作曲线相同量的内标溶液。

如果待测元素浓度超出标准工作曲线的线性范围,用硝酸溶液 I(5.3)适当稀释试样溶液至线性范围内,再重新测定。

8 试验数据处理

各元素的含量按式(1)计算:

$$X_i = \frac{(c_i - c_{oi}) \times V}{m} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_i ——试样中被测元素的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

c_i ——试样溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

c_{of} ——空白试验中被测元素的质量浓度，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 ——试样的质量，单位为克(g)；

f ——试样溶液的稀释倍数。

取两次平行试验结果的算术平均值作为测定结果。测定结果与方法测定低限的小数位数一致。低于测定低限，结果为未检出。

9 测定低限

各元素的测定低限，见表 2。

表 2 各元素的测定低限

元素	电感耦合等离子体质谱仪(ICP-OES) 测定低限 mg/kg	电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-MS) 测定低限 mg/kg
铅(Pb)	10,0	2,50
镉(Cd)	2,50	1,00
铬(Cr)	10,0	2,50
砷(As)	10,0	2,50
铜(Cu)	10,0	2,50
镍(Ni)	10,0	2,50
钴(Co)	10,0	2,50
汞(Hg)	10,0	2,50
锌(Zn)	10,0	2,50
铁(Fe)	20,0	10,0
锰(Mn)	20,0	10,0
银(Ag)	10,0	2,50
锡(Sn)	10,0	2,50

10 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%，以大于这两个测定值的算数平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

精密度试验原始数据统计结果见附录 C。

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几方面的内容：

- a) 样品的信息；
- b) 采用的标准；
- c) 采用的试验方法；
- d) 主要试验参数；
- e) 试验结果；
- f) 与基本步骤的差异；
- g) 观察到的异常现象；
- h) 试验日期及操作者。



附 录 A
(资料性)
ICP-MS 仪器工作条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的全部参数。采用表 A.1 所列操作条件、表 A.2 所列内标元素,已被证明对测试是合适的。

表 A.1 ICP-MS 仪器工作条件

工作参数	推荐值	工作参数	推荐值
雾化器	同心雾化器	雾化室	石英双通路型
炬管	石英一体化,2.5 mm 中心通道	雾化室温度	半导体控温于(2±0.1)℃
采样锥/截取锥	1.0 mm/0.4 mm(Ni)锥	载气流速	0.79 mL/min
射频功率	1 550 W	稀释气流量	0.30 mL/min
采样深度	7.5 mm	等离子气流量	15.0 L/min
氦气	5.0 mL/min		

表 A.2 分析元素的质量数和积分时间及内标元素

元素	质量数	积分时间/ms	采集次数	内标元素
铅(Pb)	208	1 000	3	铋(Bi)
镉(Cd)	111	1 000		铟(In)
铬(Cr)	52	1 000		钪(Sc)
砷(As)	75	1 000		锗(Ge)
铜(Cu)	63	1 000		锗(Ge)
镍(Ni)	60	1 000		锗(Ge)
钴(Co)	59	1 000		锗(Ge)
 汞(Hg)	202	2 000		铋(Bi)
锌(Zn)	66	1 000		锗(Ge)
铁(Fe)	57	1 000		钪(Sc)
锰(Mn)	55	1 000		钪(Sc)
银(Ag)	107	1 000		铟(In)
锡(Sn)	118	1 000		铟(In)

附 录 B

(资料性)

ICP-OES 仪器工作条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的全部参数。采用表 B.1 所列操作条件、表 B.2 所列分析波长,已被证明对测试是合适的。

表 B.1 ICP-OES 仪器工作条件

工作参数	推荐值
进样流量	1.5 mL/min
冷却气流量	15 L/min
雾化器流量	0.9 L/min
辅助气流量	1.5 L/min
功率	1200 W
积分次数	2
射频功率	1 400 W
观测方向	轴向观测

表 B.2 元素的分析波长

元素	铅(Pb)	镉(Cd)	铬(Cr)	砷(As)	铜(Cu)	镍(Ni)	钴(Co)	汞(Hg)	锌(Zn)	铁(Fe)	锰(Mn)	银(Ag)	锡(Sn)
波长	261.4	214.4	267.7	189.0	324.7	221.6	238.9	184.9	206.2	238.2	259.4	338.3	189.9
nm	217.0	226.5	205.6	228.8	327.3	230.3	230.8	194.1	213.9	259.9	257.6	328.1	284.0

附 录 C

(资料性)

精密度试验原始数据统计结果

精密度试验数据是由 10 家采用 ICP-OES 法的实验室和 7 家采用 ICP-MS 法的实验室分别对五种化学纤维样品中的三种重金属元素,进行了两次重复测定获得的。试验结果按 GB/T 6379.2 进行统计分析。统计结果见表 C.1。

表 C.1 精密度试验统计结果

方法	试样名称	12#白色锌 系涤抗菌 弹丝	15#黑色 氨纶丝	16#白色吸 排银系涤抗 菌丝	17#土黄色铜 系涤抗菌丝	21#黑色涤 长丝
	所测元素	锌	锌	银	铜	铜
ICP-OES 法	参加实验室数量	10	10	10	10	10
	有效实验室数量	10	10	9	10	10
	总平均值/(mg/kg)	7 553	3 715	196.6	9 338.5	185.9
	重复性标准差(S_r)/(mg/kg)	64.9	82.3	5.7	60.8	5.3
	重复性限(r)/(mg/kg) ^a	181.7	230.5	16.0	170.2	15.0
	重复性限与总平均值的百分比	2.41%	6.20%	8.14%	1.82%	8.07%
	再现性标准差(S_R)/(mg/kg)	532.4	150.6	15.8	191.9	15.3
	再现性限(R)/(mg/kg) ^b	1 501.9	480.5	47.1	563.5	45.4
	再现性限与总平均值的百分比	19.88%	12.93%	23.96%	6.03%	24.42%
ICP-MS 法	参加实验室数量	7	7	7	7	7
	有效实验室数量	7	7	7	7	7
	总平均值/(mg/kg)	7 627.6	3 856.4	208.6	9 329	188.7
	重复性标准差(S_r)/(mg/kg)	112.8	69.6	3.9	67	6.7
	重复性限(r)/(mg/kg)	315.9	194.9	10.9	187.7	18.7
	重复性限与总平均值的百分比	4.14%	5.05%	5.23%	2.01%	9.91%
	再现性标准差(S_R)/(mg/kg)	519.2	130.0	14.3	251.9	12.8
	再现性限(R)/(mg/kg)	1 487.8	412.9	41.4	730	40.3
	重复性限与总平均值的百分比	19.51%	10.71%	19.85%	7.83%	21.36%
^a 重复性限(r)按照 $2.8 \times$ 重复性标准差(S_r)计算。						
^b 再现性限(R)按照 $2.8 \times$ 重复性标准差(S_R)计算。						

由表 C.1 看出:

- 1) ICP-MS 法的总平均值略高。
- 2) 各实验室的数据差异在可接受范围内。对于难消解的涤纶样品,数据较稳定。

参 考 文 献

- [1] GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法
-

