ICS 59.060.20
CCS W 50

FZ

中华人民共和国纺织行业标准

FZ/T ×××××-××××

聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）纤维中总锑含量的测定

Determination of total antimony content for poly(ethylene terephthalate) fiber

（报批稿）

××××-××-××发布　　××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部　　发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容有可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国纺织工业联合会提出并归口。

本文件起草单位：上海市纺织工业技术监督所、上海纺织集团检测标准有限公司、浙江恒逸石化有限公司、江苏江南高纤股份有限公司、厦门翔鹭化纤股份有限公司、中国石化仪征化纤有限责任公司、安徽省产品质量监督检验研究院、江苏新视界先进功能纤维创新中心有限公司、桐昆集团股份有限公司、江苏华西村股份有限公司特种化纤厂、上海慧翌新材料科技有限公司、新凤鸣集团股份有限公司、绍兴惠群新材料科技有限公司、中国化学纤维工业协会、无锡金通高纤股份有限公司、余姚大发化纤有限公司、荣盛石化股份有限公司、浙江古纤道绿色纤维有限公司、湖北绿宇环保有限公司、神马实业股份有限公司、福建省百川资源再生科技股份有限公司、滁州兴邦聚合彩纤有限公司、上海市质量监督检验技术研究院、山东华伦新材料有限公司、东华大学、浙江佳人新材料有限公司、广州检验检测认证集团有限公司。

本文件主要起草人：李红杰、徐逸群、王丽莉、梁希慧、浦金龙、叶亦东、陈建梅、陈蕾、肖文成、金建富、邓松涛、孙宾、梁松华、王建娥、万雷、钱琦渊、何肖、赵文球、石教学、张玉柱、何昕雨、谢历峰、张文强、林圣光、孙钦超、陈龙、官军、郭淑洁、何泽涵、庄盈笑、袁玉兵、丁振华。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示
工业和信息化部标准报批公示

聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）纤维中总锑含量的测定

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

本文件规定了聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）纤维中总锑含量的测试方法。包括电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES 法）、抗坏血酸-碘化钾（KI）分光光度法，以及附录 A 中的电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS 法）。

本文件适用于聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）纤维、纤维级聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）切片。

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

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

GB/T 27417-2017 合格评定 化学分析方法确认和验证指南

3 术语和定义

GB/T 4146（所有部分）、GB/T 27417-2017确定的术语和定义适用于本文件。

3.1

检出限 limit of detection,LOD

由给定测量程序获得的测得的量值，其对物质中不存在某种成分的误判概率为β，对物质中存在某种成分的误判概率为α。检出限是指样品中的被分析物能够被检测到的最低量，但不一定要准确定量。

注1：国际理论化学和应用化学联合会（IUPAC）推荐α和β的默认值为0.05。

注2：检出限往往分为两种，方法检出限和仪器检出限。

[来源：GB/T 27417-2017，3.13，有修改]

3.2

定量限 limit of quantitation,LOQ

样品中被测组分能被定量测定的最低浓度或最低量，此时的分析结果应能确保一定的正确度和精密度。定量限是样品中的被分析物能够被定量测定的最低量，其测定结果具有一定的准确度和精密度。

[来源：GB/T 27417-2017，3.14，有修改]

4 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES 法)

4.1 原理

剪取适宜大小的样品，经消解，制成试样溶液。在本文件推荐的工作条件下采用电感耦合等离子体发射光谱仪在相应分析波长下测得锑元素的发射强度，对照标准工作曲线，计算试样溶液中锑元素的含量。

4.2 试剂与材料

除特别规定外，所有试剂均为优级纯；水为符合 GB/T 6682规定的一级水。

4.2.1 浓硫酸：密度为 1.84 g/cm^3。

4.2.2 浓硝酸：密度为 1.40 g/cm^3。

4.2.3 锑标准溶液（100 μg/mL）：按照 GB/T 602 标准配置或直接购买有证标准物质。

4.2.4 硝酸与硫酸混合溶液：量取 6 mL 硫酸（4.2.1），缓缓倒入 90 mL 水中，不断搅拌，冷却后加入 4 mL 硝酸（4.2.2），混匀。

4.2.5 稀硫酸溶液：量取 6 mL 硫酸（4.2.1），缓缓倒入 94 mL 水中，不断搅拌，混匀。

4.2.6 过氧化氢：质量分数为 30 %。

4.2.7 氩气：纯度不低于 99.995%（体积分数）。

4.3 设备和仪器

4.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪（ICP-OES），仪器参数和工作条件参考附录 B。

4.3.2 微波消解仪：带程序温度控制功能，配有聚四氟乙烯消解容器。

4.3.3 加热装置：可调封闭式电炉（最大功率 1.5 KW），可调节温度，宜采用电热套。

4.3.4 容量瓶：50 mL、100 mL。

4.3.5 天平：分度值 0.1 mg。

4.3.6 刻度移液管：5 mL、10 mL。

4.3.7 凯氏烧瓶：250 mL。

4.3.8 量筒：5 mL。

4.3.9 一次性滴管：3 mL。

4.3.10 剪刀。

4.4 试样制备

4.4.1 样品准备

短纤维、长丝样品，剪成长度不超过 1 cm 的纤维段。

切片样品，剪成直径不超过 1 mm 的碎粒状。

4.4.2 样品消解（三种方法选一种，并在试验报告中注明）

4.4.2.1 微波消解法

称取约0.2g试样，精确至0.1mg，置于消解容器中，依次加入2 mL硝酸（4.2.2）和3 mL硫酸（4.2.1）消解液。待消解液完全浸湿试样后，将消解容器密封并放置到微波消解仪(4.3.2)中，按照表1推荐的消解条件进行消解。

消解结束后，从微波消解仪中取出消解容器。将消解后的溶液转移于50 mL的容量瓶(4.3.4)中，用少量水分3次淋洗消解容器，合并淋洗液于容量瓶中（如有少许絮状物，应先过滤），用水定容到刻度，混匀，得到澄清透明的试样溶液，备用。

同时进行试剂空白试验。

注：对于全消光产品，建议减少样品量。

表1　样品消解参考条件

消解方式	步骤	压力/（kg/cm²）	温度/℃	微波/W	时间/S
微波消解	1	20	120	2000	300
	2	20	120	2000	300
	3	30	160	2000	350
	4	30	160	2000	350
	5	30	200	2000	700
	6	30	200	2000	1800
冷却	--		60	--	7200
注：由于不同微波消解仪或消解罐适宜的工作条件（如温度、压力等）有所不同，试验人员可按仪器手册或通过实验优化来确定试样量和消解程序。					

4.4.2.2　硫酸-过氧化氢湿法消解法

称取约0.2 g试样，精确至0.1 mg，置于250 mL凯氏烧瓶中，加入3 mL硫酸（4.2.1），在通风橱内将凯氏烧瓶置于加热装置（4.3.3）上缓慢加热至试样完全溶解，溶液呈黑褐色。

摇匀后观察溶液颜色均匀，无颗粒物存在时，将凯氏烧瓶置于加热装置上继续加热，逐滴沿瓶壁加入过氧化氢（4.2.6），使溶液脱色至无色透明，并冷却至室温。若溶液未澄清，继续加入过氧化氢消煮，直至溶液变成无色、透明。

继续加热10 min以去除过氧化氢，取下凯氏烧瓶冷却至室温。冷却后加少量水，如果溶液发黄，表明仍有残留过氧化氢，继续加热，直至溶液呈无色、透明。

将消解后的溶液转移于50 mL的容量瓶(4.3.4)中，用少量水多次淋洗凯氏烧瓶内壁，合并淋洗液于容量瓶中，用水定容到刻度，混匀，得到澄清透明的试样溶液，备用。

同时进行试剂空白试验。

注：对于全消光产品，建议减少样品量。

4.4.2.3　硫酸-硝酸湿法消解法

称取约0.2 g试样，精确至0.1 mg，置于250 mL凯氏烧瓶中，依次加入2 mL硝酸（4.2.2）和3 mL硫酸（4.2.1），摇匀，在电炉上加热至二氧化氮气体散尽。继续加热，逐滴加入浓硝酸至溶液澄清透明，冷却，移入50 mL容量瓶中，用水少量多次洗涤，定容，混匀，备用。

同时进行试剂空白试验。

注：对于全消光产品，建议减少样品量。

4.5　锑含量的测定

4.5.1　锑标准工作溶液（10 μg/mL）的制备

从标准储备溶液（4.2.3）中准确移取 10 mL 锑标准溶液于 100 mL 的容量瓶中，用硫酸与硝酸混合溶液（4.2.4）或者稀硫酸溶液（4.2.5）稀释至刻度，摇匀，配制成浓度为 10 μg/mL 的标准工作溶液。

注：若用浓硫酸和浓硝酸消解试样，就用硫酸与硝酸混合溶液（4.2.4）稀释锑标准溶液；若用浓硫酸和双氧水消解试样，就用稀硫酸溶液（4.2.5）稀释锑标准溶液。

4.5.2　绘制标准工作曲线

将标准工作溶液（4.5.1）逐级稀释至适当浓度的系列标准溶液，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪（4.3.1）测定系列标准溶液中锑元素的光谱强度。以光谱强度为纵坐标，元素浓度（μg/mL）为横坐标，绘制工作曲线。

4.5.3 试样溶液中锑含量的测定

测定试剂空白溶液和试样溶液中锑元素的光谱强度，从工作曲线上计算出锑元素的浓度。如果试样溶液中锑的浓度超出工作曲线最高点浓度值，则应对试样溶液进行适当稀释后再测定。

4.6 结果计算

样品中锑的含量按式（1）计算：

$$P=\frac{(C_1-C_0)\times V_0}{m}\times n \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

P ——样品中的锑含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C_1 ——试样溶液中锑元素的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

C_0 ——试剂空白溶液中锑元素的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V_0 ——试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

n ——试样溶液的稀释倍数，未稀释时n=1。

以两次平行试验的平均值表示测定结果，结果表示到小数点后两位。低于检出限（4.7.1），结果为未检出。

4.7 检出限、定量限和精密度

4.7.1 检出限和定量限

检出限为1.25 mg/kg，定量限为3.80 mg/kg。

4.7.2 精密度

见附录C。

5 抗坏血酸-碘化钾(KI)分光光度法

5.1 原理

纤维消解后，试样溶液中的锑（Sb）主要以三价状态存在，也有少量四价及五价状态的锑，加入抗坏血酸，高价锑还原成三价锑（Sb^{3+}）。Sb^{3+}与KI作用，生成SbI_3，Sb^{3+}与过量的KI作用，则生成黄绿色络合物$K[SbI_4]$，在最大吸收波长（425 nm）下，用分光光度计比色，测定锑含量。

5.2 试剂

除特别规定外，所有试剂均为分析纯；水为符合 GB/T 6682规定的三级水。

5.2.1 浓硫酸：密度 1.84 g/cm^3。

5.2.2 稀硫酸溶液：量取 200 mL 硫酸（5.2.1），缓缓倒入 700 mL 水中，冷却，转移至容量瓶，稀释定容至 1 L。

5.2.3 过氧化氢：质量分数为 30 %。

5.2.4　显色剂：75 gKI 和 5 g 抗坏血酸溶于 100 mL 水中，稀释至 500 mL。

5.3　仪器和设备

5.3.1　分光光度计，备有光程 3 cm 及以上比色皿。
5.3.2　天平：分度值 0.1 mg。
5.3.3　加热装置：室温至 350 ℃，可调节温度，宜采用电热套。
5.3.4　容量瓶：100 mL、1 L。
5.3.5　刻度移液管：5 mL。
5.3.6　凯氏烧瓶：250 mL。
5.3.7　试剂瓶：500 mL（棕色）、1 L。
5.3.8　烧杯：1 L。
5.3.9　量筒：25 mL、250 mL。
5.3.10　一次性滴管：3 mL。

5.4　试样制备

5.4.1　样品准备

同 4.4.1。

5.4.2　样品消解

称取约1.0 g试样，精确至0.1 mg，置于250 mL凯氏烧瓶中，加入15 mL浓硫酸（5.2.1），在通风橱内将凯氏烧瓶置于加热装置上缓慢加热至试样完全溶解，溶液呈黑褐色。

摇匀后观察溶液颜色均匀，无颗粒物存在时，将凯氏烧瓶置于加热装置上继续加热，逐滴、沿瓶壁加入过氧化氢（5.2.3），约需要14 mL过氧化氢，使溶液脱色至无色透明。若溶液未澄清，继续加入过氧化氢消煮，直至溶液变成无色、透明。

继续加热10 min以去除过氧化氢，取下凯氏烧瓶冷却至室温。冷却后加少量水，如果溶液发黄，表明仍有残留过氧化氢，继续加热，直至溶液呈无色、透明。

将消解后的溶液转移于 100 mL 的容量瓶中，用水少量多次淋洗凯氏烧瓶内壁，合并淋洗液于容量瓶中，此时溶液大约 60 mL～70 mL，混匀，冷却至室温，得到澄清透明的试样溶液，再加 20 mL 显色剂（5.2.4），用水定容至 100 mL，摇匀，得到试样溶液，备用。

同时进行试剂空白试验。

5.5　锑含量的测定

5.5.1　绘制标准工作曲线

分别移取0 mL（试剂空白溶液）、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL标准溶液（4.2.3）于6个100 mL容量瓶中，加入硫酸溶液（5.2.2）50 mL，再加20 mL 显色剂（5.2.4），用水稀释至刻度线，摇匀。

30 min后，以试剂空白溶液作为参比液，调节仪器吸光度为零，在425 nm波长下分别测试标准比色溶液的吸光度，以相应的锑浓度（μg/mL），作吸光度-锑浓度标准工作曲线。

注：标准溶液配制过程中稀释倍数较大可能会对标准曲线带来不利影响。请注意，必要时可吸取不同体积的标准工作溶液。

5.5.2　试样溶液中锑含量的测定

样品消解、显色完成30 min后，以试剂空白溶液作为参比液，调节仪器吸光度为零。在425 nm波长

下测试试样溶液的吸光度，从标准工作曲线上计算锑浓度。

若测定时吸光度过低，可以增加试样量或者更换大光程的比色皿；如果吸光度过高，可适当稀释试样溶液至n倍。

5.6 结果计算

样品中的锑含量按式（2）计算：

$$P = \frac{C \times V_0}{m} \times n \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

P ——样品中的锑含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——标准工作曲线上计算的锑元素的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V_0——试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

n ——试样溶液的稀释倍数，未稀释时n=1。

以两次平行试验的平均值表示测定结果，结果表示到小数点后两位。低于检出限（5.7.1），结果为未检出。

5.7 检出限、定量限和精密度

5.7.1 检出限和定量限

采用3 cm比色皿时，锑含量的检出限为8.33 mg/kg、定量限为25.00 mg/kg。

5.7.2 精密度

见附录C。

6 试验报告

试验报告包括：

a）样品名称、规格、批号等信息；

b）所使用的标准（包括发布年号）；

c）采用的试验方法，电感耦合等离子体发射光谱法、电感耦合等离子体质谱法需注明消解方法，分光光度法需注明比色皿规格；

d）主要试验参数；

e）样品的锑含量测定结果；

f）经协商后对试验步骤的修改提示及其它与本标准不一致的部分；

g）观察到的异常现象；

h）试验人员和日期。

工业和信息化部标准报批公示

附 录 A
（规范性）
电感耦合等离子体质谱法

A.1 原理

剪取适宜大小的样品，进行消解。试样溶液经稀释定容后，经雾化由载气送入等离子体炬管中，在高温和惰性氩气中蒸发、解离、原子化及离子化后进入质谱仪。质谱仪根据质荷比进行分离和定性，对于一定的质荷比，其信号强度与试样中待测元素的浓度成正比。对照标准工作曲线，计算试样溶液中的锑含量。

A.2 试剂与材料

同4.2。另外增加高纯氦气：纯度≥99.999%。

A.3 设备和仪器

A.3.1 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）。由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出仪器分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的：

——高频发射功率 1600 W；
——等离子气体流量 15 L/min；
——载气氩气流量 1.18 L/min；
——辅助气流量 1.2 L/min；
——碰撞气氦气流量 3 mL/min；
——雾化室温度 常温不控制；
——采样锥/截取锥，镍锥；
——碰撞模式。

注：不同型号仪器根据实际情况而定，上述仪器参数和工作条件仅供参考。

A.3.2 微波消解仪：带程序温度控制功能，配有聚四氟乙烯消解内罐。
A.3.3 可调封闭式电炉：最大功率 1.5 KW。
A.3.4 具塞三角烧瓶：100 mL。
A.3.5 容量瓶：100 mL，1000 mL。
A.3.6 过滤膜：孔径 0.45 μm。
A.3.7 天平：分度值为 0.1 mg。

A.4 试样制备

A.4.1 样品准备

同4.4.1。

A.4.2 样品消解

同4.4.2。

A.4.3 锑含量的测定

A.4.3.1 锑标准工作溶液（10μg/mL）的制备

同4.5.1。

A.4.3.2 绘制标准工作曲线

将标准工作溶液（A.4.3.1）逐级稀释至适当浓度的系列校准溶液。测定空白溶液的质谱信号强度后，按顺序由低到高分别测定标准工作溶液中各元素的质谱信号强度，根据待测元素质谱信号强度和对应的元素浓度绘制以质谱信号强度为纵坐标、元素浓度（μg/mL）为横坐标的标准工作曲线。

A.4.3.3 试样溶液中锑含量的测定

将A.4.2的试样溶液稀释一定倍数定容后，分别测定试剂空白溶液和试样溶液中锑元素的光谱强度，从工作曲线上计算出锑元素的浓度。如果试样溶液中锑的浓度超出工作曲线最高点浓度值，则应对试样溶液进行再次适当稀释后再测定。

A.5 结果计算

样品中的锑含量按式（A.1）计算：

$$P = \frac{(C_1 - C_0) \times V_0}{m} \times n \quad \cdots\cdots (A.1)$$

式中：

P ——样品中的锑含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C_1 ——试样溶液中锑元素的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

C_0 ——试剂空白溶液中锑元素的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V_0 ——试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

n ——试样溶液的稀释倍数。

以两次平行试验的平均值表示测定结果，结果表示到小数点后两位。低于检出限（A.6），结果为未检出。

A.6 检出限与定量限

检出限为0.06 mg/kg，定量限为0.18 mg/kg。

工业和信息化部标准报批公示

附 录 B
（资料性）
ICP-OES检测参数示例

B.1　由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出光谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的：

——射频功率 1300 W；
——等离子气体流量 15 L/min；
——辅助气流量 0.2 L/min；
——雾化器气流量 0.8 L/min；
——轴向观测；
——进样流量 1.5 mL/min；
——锑的分析波长 206.836 nm。

注1：不同型号仪器根据实际情况而定，上述仪器参数和工作条件仅供参考。

注2：使用单位应根据不同仪器对锑的分析波长进行优化。

工业和信息化部标准报批公示

附 录 C
（资料性）
精密度试验

C.1 试验说明

10 家实验室参与了比对试验。ICP-OES 法，由 7 个实验室对 5 个不同锑含量的聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）纤维样品各进行 2 次重复测试。抗坏血酸-碘化钾分光光度法，由 6-8 个实验室对 5 个不同锑含量的聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）纤维样品各进行 2 次重复测试。

C.2 重复性

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测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 C.1 列出的重复性限（r），以大于重复性限（r）的情况不超过 5%为前提。

C.3 再现性

在不同的实验室，由不同操作者操作不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试所获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 C.1 列出的再现性限（R），以大于再现性限（R）的情况不超过 5%为前提。

C.4 精密度测试结果

测试结果按照 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》进行数理统计，结果见表 C.1。

表 C.1 精密度试验统计结果

方法	参数	5#普通聚酯 PET 低弹丝	9#普通聚酯 PET 牵伸丝	12#无锑聚酯 PET 短纤维	13#普通聚酯 PET 短纤维	19#无锑聚酯 PET 短纤维
ICP-OES 法	有效实验室数量	7	7	7	7	7
	总平均值/（mg/kg）	223.52	264.61	3.14	326.383	9.55
	重复性限（r）/（mg/kg）	14.70	28.02	2.10	25.54	1.97
	重复性限占总平均值的比例/%	**6.58**	**10.59**	-	**7.83**	-
	再现性限（R）/（mg/kg）	23.32	30.31	6.57	34.67	8.38
	再现性限占总平均值的比例/%	**10.43**	**11.45**	-	**10.62**	-
抗坏血酸-碘化钾分光	有效实验室数量	8	7	7	6	7

光度法	总平均值/（mg/kg）	225.56	273.49	1.04	321.49	5.48
	重复性限（r）/（mg/kg）	10.51	63.04	0.91	15.74	4.12
	重复性限占总平均值的比例/%	**4.66**	**23.05**	-	**4.90**	-
	再现性限（R）/（mg/kg）	42.00	69.29	4.74	34.31	16.40
	再现性限占总平均值的比例/%	**18.62**	**25.34**	-	**10.67**	-

由表C.1看出：

1、9#样品较5#、13#样品锑含量精密度结果偏差；

2、总体来说ICP-OES法比抗坏血酸-碘化钾分光光度法测试结果的精密度高；

3、与无锑纤维相比，普通纤维精密度数据较好；

4、对于锑含量较高的普通纤维，ICP-OES法和抗坏血酸-碘化钾分光光度法的测试结果差异不大。

工业和信息化部标准报批公示