

项目编号：20250531-T-606

中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

纺织染整助剂产品中重金属含量的 测定

编制说明

（征求意见稿）

浙江省检验检疫科学技术研究院等

2025 年 6 月

《纺织染整助剂产品中重金属含量的测定》

国家标准编制说明

1 项目来源

根据 2025 年 2 月 28 日下达的国标委发〔2025〕7 号《国家标准化管理委员会关于下达 2025 年第二批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》，《纺织染整助剂产品中重金属含量的测定》列入 2025 年第二批推荐性国家标准修订计划，项目编号为 20250531-T-606，项目周期 16 个月，由浙江省检验检疫科学技术研究院等负责起草，该标准由中国石油和化学工业联合会提出，全国染料标准化委员会印染助剂分技术委员会（SAC/TC134/SC1）归口，要求 2026 年 6 月前完成报批。

2 标准制定的目的和意义

染整助剂是指在纺织品染整加工成织物的过程中所用的助剂，按纺织染整加工的步骤和用途分为印染前处理剂、印染助剂、整理剂三大类。印染前处理工序包括纤维烧毛、退浆、煮炼、漂白、丝光等加工过程，需要加入渗透剂、乳化剂、清洗剂以及其他表面活性剂；印染助剂，由于染料品种多，染色的工艺不同，需要相应的配套助剂，因此这类助剂的品种繁多，主要有软水剂（金属离子螯合剂）、溶剂和助溶剂、还原剂和氧化剂、固色剂和显色助剂、分散剂、匀染剂、消光剂、消泡剂、印花浆料和增稠剂、印染用胶粘剂、印染后处理清洗剂等。整理剂是为用于改进织物外观、手感、缩水率，稳定外形，延长寿命，如防水，防火，防污，防霉等所用的化学品。由此可以看出染整助剂贯穿应用于纺织品染整加工的整个过程，而且起到了较大的作用，对纺织的成品的质量和安全性能具有很大的影响作用。

纺织染整助剂作为纺织品的染整的化学助剂，在其生产、加工过程往往用到重金属作为催化剂或是重金属的络合物，因此助剂中含有一定量的重金属，重金属作为环境污染物早已被人们所认知，也受到各国卫生和环保限制。重金属对人体的危害主要是他们会聚集在肝、肾、骨骼、心脏和脑部，超过一定的聚集量浓度不仅会减弱人体免疫功能，诱发癌症还会引起慢性中毒，伤害人的中枢神经。

重金属主要危害性能表见表 1。

表 1 几种重金属对人体危害作用

污 染 物	对 人 体 的 危 害
砷	所有砷化合物均有毒；可在体内累积，是致癌物质。
硒	可在体内累积，人体摄入过量可中毒；高浓度会危害肌肉及神经系统。
铅	可在体内累积，是致癌物质；损害神经系统，影响酶和细胞代谢，妨碍儿童身体和智力发展。
汞	汞及其化合物均为剧毒物质，可在体内累积，有致癌致变作用。损害神经系统及内脏，对人体危害严重。
镉	镉及其化合物均为剧毒物质，可在体内累积，有致癌致畸致变作用；损害肾脏；痛骨病。
铬	铬化合物及六价铬可在体内累积，对机体有全身致毒、刺激、积累、致癌、致变作用。
铜	可使水产生异味，染色，降低透明度；可在体内累积；长期接触损伤肝肾。

在纺织品和服装贸易中，重金属含量是被要求检测频率较高的一个指标，欧盟 REACH 法规、美国 CPSIA-2018《消费者改进法案》、强制性国家标准 GB 31701-2015《婴幼儿及儿童纺织产品安全技术规范》、GB/T 18885-2020《生态纺织品技术要求》和 Oeko-Tex Standard 100 及 ZDHC-MRSL 严格规定了纺织品中重金属限定值。纺织染整助剂是纺织品重金属的主要来源之一，纺织染整助剂重金属含量的控制将直接关系到纺织品重金属的含量。GB/T 20708-2019《纺织染整助剂产品中部分有害物质的限量及测定》规定了纺织染整助剂中重金属的限量要求见表 2。

表 2 GB/T 20708-2019 规定的纺织染整助剂中重金属限量

项 目		限 量 值 (mg/kg)
重金属元素	砷	≤10
	镉	≤5
	钴	≤50
	铬	≤50
	铜	≤125
	汞	≤4
	镍	≤50
	铅	≤10
	锑	≤125
	六价铬	≤25
注：对于具有阻燃功能的产品，其锑（Sb）、砷（As）、铅（Pb）指标不做要求。		

标准起草小组没有查询到国外有关纺织染整助剂产品重金属检测相关标准资料，但参考了下述其他消费品、环境等有关重金属检测标准以及国内纺织品检测标准：

- [1] OEKO-TEX ECO PASSPORT Testing Methods (Edition 03.2025).
- [2] BS EN 1122:2001 Plastics. Determination of cadmium. Wet decomposition method.
- [3] EPA 3051A:2007 Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, Soils, and Oils.
- [4] EPA 6010D:2018 Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry (ICP-OES) .
- [5] EPA 6020B:2014 Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry.
- [6] CPSC-CH-E1002-08.3 Standard Operating Procedure for Determining Total Lead (Pb) in Nonmetal Children's Products.
- [7] ASTM E3171-2021a Standard Test Method for Determination of Total Silver in Textiles by ICP-OES or ICP-MS Analysis.
- [8] ISO 17733:2015 Workplace air. Determination of mercury and inorganic mercury compounds. Method by cold-vapour atomic absorption spectrometry or atomic fluorescence spectrometry.
- [9] GB/T 17593.2-2007 纺织品 重金属的测定 第2部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法.
- [10] 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.
- [11] 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.

本标准 2017 版建立了对纺织染整助剂产品中砷 (As)、镉 (Cd)、钴 (Co)、铬 (Cr)、铜 (Cu)、镍 (Ni)、铅 (Pb)、锑 (Sb)、汞 (Hg) 9 种重金属含量的分析方法标准。鉴于法规以及行业和企业关注的重金属元素不断增加，如 Oeko-Tex Standard 100(2025 版)对钡(Ba)、硒(Se)和 ZDHC-MRSL 对银(Ag)、

锡（Sn）的关注，为提升标准的适用性，有必要尽快对此标准进行修订，扩大标准对有害重金属种类的覆盖。

同时，本标准 2017 版采用电感耦合等离子体发射光谱（ICP-OES）和原子荧光分光光度法相结合测定 9 种重金属元素，而通过电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）测试重金属元素，有灵敏度高（可达 ng/mL 或更低水平）、谱线简单干扰少、线性范围宽、精密度高等优点，使得它成为同时测定多种元素的理想选择。鉴于 ICP-MS 在国内应用已普及，有必要对 2017 版标准进行修订，增加 ICP-MS 测定技术路线。

3 标准制定工作过程简况

为了切实做好《纺织染整助剂产品中重金属含量的测定》标准的编制工作，起草单位专门成立了标准起草工作组，制订了标准起草工作方案，有计划有步骤地开展各项工作。主要工作过程如下：

1) 2024年1月-2024年2月，调研行业对此标准的需求，查阅国内外有关文献和标准。

2) 2024年3月-2024年4月，对国内外的分析检测标准进行对比分析，进行预研，确定实验方案，对方法的可行性进行了论证。

3) 2024年5月-2025年4月，根据实验方案，进行有关试验方法的条件选择和系统方法确认工作，确定了试验方法，形成标准草案。

4) 2025年5月-2025年6月，经各方的共同努力，对相关实验数据进行整理并形成标准草案征求意见稿和编制说明征求意见稿，发各委员及有关生产单位征求意见。

4 采用国际标准和国外先进标准情况

标准起草小组没有查询到国外相关标准资料，本标准未采用国际标准和国外先进标准。

5 标准制定的主要内容和依据

5.1 编写格式和原则

本文件严格按照 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》及 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》进行编写。

本标准编制时参考其它领域最新的方法标准和技术文献，又考虑国内现有的检测机构的能力和实际情况，力求方法标准的科学性、先进性、普遍适用性和可操作性，易于推广应用；并确保所编制的方法检出限和线性范围能满足相关环保标准和法规的要求，经过方法确认确保方法的准确可靠，保证方法能满足纺织染整助剂中13种重金属的含量测定要求。

5.2 标准适用范围确定

本文件描述了采用电感耦合等离子体发射光谱法测定纺织染整助剂产品中砷（As）、镉（Cd）、钴（Co）、铬（Cr）、铜（Cu）、镍（Ni）、铅（Pb）、锑（Sb）、汞（Hg）、钡（Ba）、锡（Sn）等11种重金属元素含量；采用电感耦合等离子体质谱法测定纺织染整助剂产品中砷（As）、镉（Cd）、钴（Co）、铬（Cr）、铜（Cu）、镍（Ni）、铅（Pb）、锑（Sb）、汞（Hg）、钡（Ba）、硒（Se）、银（Ag）、锡（Sn）等13种重金属元素含量的方法。

本文件适用于各类纺织染整助剂产品中重金属含量的测定。

标准修订后其基质适用范围未发生变化，适用的重金属种类有所增加，电感耦合等离子体发射光谱法适用于各类纺织染整助剂产品中11种重金属含量的测定，电感耦合等离子体质谱法适用于各类纺织染整助剂产品中13种重金属含量的测定。

5.3 关于标准名称的确定

本标准修订标准项目，测试元素由9种扩充至13种，增加了4种重金属元素：钡、硒、银、锡。将原标准名称“纺织染整助剂产品中9种重金属含量的测定”改为“纺织染整助剂产品中重金属含量的测定”。

6 实验方法的分析和验证

6.1 方法原理

6.1.1 ICP-OES 测定 11 种元素含量

本标准ICP-OES法用混酸微波消解纺织染整助剂，用电感耦合等离子体发射

光谱仪测定消解溶液中砷、镉、钴、铬、铜、镍、铅、铋、钡、汞、锡11种重金属含量，外标法定量。

6.1.2 ICP-MS 测定 13 种元素含量

本标准ICP-MS法用混酸微波消解纺织染整助剂，用电感耦合等离子体质谱仪测定消解溶液中砷、镉、钴、铬、铜、镍、铅、铋、钡、汞、硒、银、锡13种重金属含量，外标法定量。

6.2 技术路线确定

6.2.1 方法技术路线

方法技术路线如图1所示。

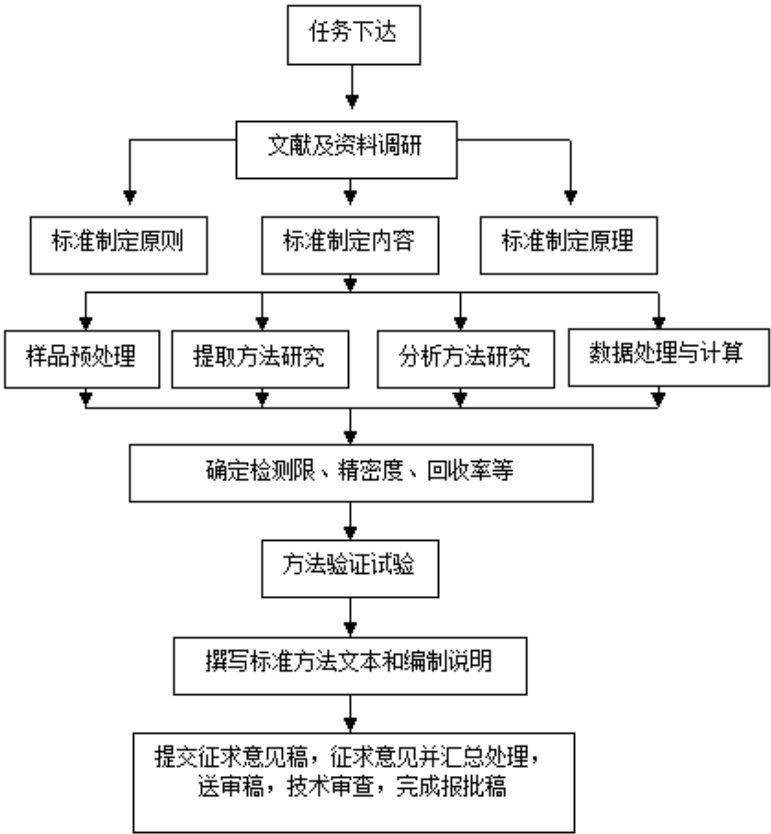


图 1 技术路线图

6.2.2 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）测定 11 种重金属含量

6.2.2.1 试剂和材料

除非另有说明，均使用符合国家标准的优级纯化学试剂，符合GB/T 6682规定的一级水。

6.2.2.1.1 所测重金属元素标品：浓度 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

注：标准品溶液于0℃~4℃下避光储存于聚酯塑料瓶，有效期6个月。

6.2.2.1.2 硝酸：65 %~68 %。

6.2.2.1.3 过氧化氢：30 %。

6.2.2.1.4 氟硼酸：49.5 %~50.5 %。

6.2.2.1.5 过滤水膜：0.45 μm 。

6.2.2.1.6 一次性注射器：5 mL。

6.2.2.1.7 移液枪。

6.2.2.1.8 标准工作曲线溶液：分别移取 0.025、0.030、0.050、0.100、0.200、0.500、0.800、1.20 mL 100 $\mu\text{g/mL}$ 标准品溶液至 100 mL 容量瓶中，各加入 3mL 硝酸，用去离子水稀释至刻度，配制成 0.025、0.030、0.050、0.100、0.200、0.500、0.800、1.20 $\mu\text{g/mL}$ 浓度标准曲线溶液。

注：标准工作溶液于0℃~4℃下避光储存于聚酯塑料瓶，有效期1个月。

6.2.2.1.9 纺织染整助剂：工业级，由浙江传化股份有限公司提供。

6.2.2.1.10 载气：氩气，纯度不小于 99.999 %。

6.2.2.2 仪器和设备

6.2.2.2.1 电感耦合等离子体发射光谱仪：水平矩管。

6.2.2.2.2 微波消解仪。

6.2.2.2.3 分析天平：感量 1 mg。

6.2.2.3 试样前处理

为使整个染整加工过程中各道工序顺利进行，提高产品质量，减少弊病，增加效益，纺织品处理过程中往往加入各种助剂，包括印染前处理剂、染色助剂、整理剂等，而为了达到所需效果，重金属常以某种化合物的形式存在于助剂中。为了使试样中的待测元素转化成离子态，使试样浓度均一、同时便于上机进样测定，需将试样消解破坏有机物、溶解悬浮物。常用于消解的酸体系有硝酸、盐酸、氟硼酸、过氧化氢、氢氟酸等。

6.2.2.3.1 酸体系的选择

考虑到多种染整助剂均为有机物，消解时加入氧化剂过氧化氢。多种染整助

剂试样在只加入硝酸（盐酸）和过氧化氢在不同温度下消解均不完全，进一步加入氟硼酸或者氢氟酸后消解效果明显改善，结果见表 3。

表 3 酸消解体系的选择

序号	助剂名称	形态	硝酸/盐酸+过氧化氢	硝酸/盐酸+过氧化氢+氢氟酸	硝酸/盐酸+过氧化氢+氟硼酸
1	水性粘合剂	白色乳浊液	×	√	√
2	硬挺剂	白色乳浊液	×	√	√
3	粘合剂	白色乳浊液	×	√	√
4	阻燃胶	白色粘稠乳液	×	√	√
5	荧光增白剂	蓝紫色乳浊液	×	√	√
6	固色剂	棕色粘稠状	×	√	√
7	匀染剂	棕色粘稠状	×	√	√
8	柔软剂	白色片状	×	√	√
注：“√”表示消解完全或只有少量沉淀；“×”表示消解不完全。					

分别用盐酸和硝酸消解试样，其他条件相同，考察两种酸消解对检测结果的影响。两种酸最终消解效果相似，但是在前处理消解中，用盐酸消解试样时，加入试剂后部分试样有大量泡沫状物涌出，同样条件下硝酸则只有少量泡沫或者没有此现象，并且加入盐酸后没有完全消解的残留物带有一定粘性，因此本方法选用硝酸进行前处理消解。

为了比较氟硼酸和氢氟酸两种酸的消解效果，在其他条件均相同的前提下，多种染整助剂加入氟硼酸和氢氟酸的检测结果相似；但考虑到氢氟酸对电感耦合等离子体发射光谱仪玻璃矩管等有腐蚀性，消解后需赶酸才能上机检测，较为繁琐，并且赶酸温度过高对汞、砷等元素测试结果影响较大，因此本方法选用氟硼酸进行前处理消解。

综上所述，本方法酸体系选择为：硝酸+过氧化氢+氟硼酸。

6.2.2.3.2 消解温度和时间的优化

在酸体系及时间相同情况下，试样经 150、170、190、200 °C 温度消解，结果显示，温度较低时如 150 °C，大部分试样消解不完全，温度较高时如 190、200 °C，试样均能消解完全，消解液呈溶液状态或有少许颗粒状沉淀。在酸体系及温度相同情况下，试样经 10、20、25 min 消解，10 min 条件下部分样品消解不完全，20 min 和 25 min 条件下样品均消解完全。以上结果表明，试样经 190 °C、20 min

微波消解较适宜。

由于消解液可能存在少量颗粒等,进入 ICP-OES 会造成仪器的堵塞等损害,消解液用 0.45 μm 水膜过滤。综合现行基本消解方法及实验室对试样消解试验,确定试样前处理方法为:准确称取 (0.22~0.25) g 试样置于消解罐中,加入 4 mL 硝酸、2 mL 过氧化氢和 2 mL 氟硼酸, (195 \pm 5) $^{\circ}\text{C}$ 微波消解 20 min,将溶液转移至 25 mL 容量瓶并用去离子水稀释至刻度,水膜过滤后待测。

6.2.2.4 仪器及参数选择

由于需测定多种元素,而原子吸收光谱仪等单次测定元素较少,故选择电感耦合等离子体发射光谱仪,能一次测试所需 11 种元素,并且 ICP-OES 的性能符合检测需求,操作简单。

仪器的参数选择基于以下三点:一是现有 ICP-OES 检测仪具有自身优化功能,根据程序设置能自动选择最优参数;二是参考国标 GB/T 43574-2023 《化学纤维 重金属的测定 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》等文献资料中仪器参数;三是对上述参数中仪器条件进行改变对比验证,选择适宜参数。

6.2.2.4.1 一般 ICP-OES 具有自身优化功能

ICP-OES 720 对试样进行检测,提供的参数设置为功率 1.2 Kw,等离子气流量 15 L/min,辅助气流量 1.5 L/min,雾化气流量 0.75 L/min,仪器稳定延时 15 s,进样延时 30 s,泵速 15 rpm,清洗时间 20 s,快泵(试样延时/清洗)选用。

6.2.2.4.2 参照标准 GB/T 43574 等文献提供的条件

GB/T 43574-2023 提供的仪器参考条件为功率 1.2 Kw,等离子气流量 15L/min,辅助气流量 1.5 L/min,雾化气流量 0.9 L/min。

6.2.2.4.3 仪器参数影响验证

为了考察验证仪器的参数条件,在前处理优化条件基础上,对同一检测试样,改变仪器的功率和泵转速等进行检测,比较检测结果表明,改变仪器的功率和泵转速等,对检测结果影响并不大。

增加功率或泵转速能增大检测强度,因此,在检测含量较低的元素时可考虑此措施。对本实验室所使用的仪器,以下参数设置是合适的:功率 1.2 Kw,等

离子气流量 15 L/min，辅助气流量 1.5 L/min，雾化气流量 0.75 L/min，仪器稳定延时 15 s，进样延时 30 s，泵速 15 rpm，清洗时间 20 s，快泵（试样延时/清洗）选用。各元素选用波长见表 4。

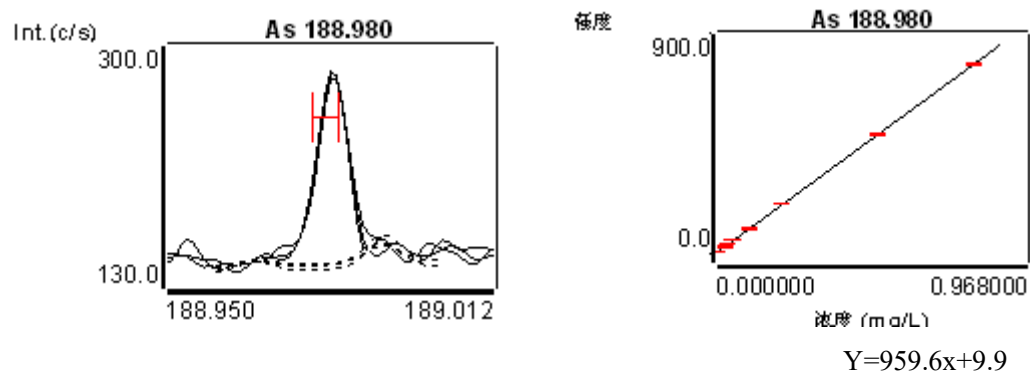
表 4 各元素选用波长

元素	砷 (As)	镉 (Cd)	钴 (Co)	铬 (Cr)	铜 (Cu)	镍 (Ni)
波长 (nm)	188.980	214.439	238.892	267.716	327.395	231.604
	193.696	226.502	228.615	205.560	324.754	216.555
	197.198	228.802	230.786	206.158	213.598	221.648
元素	铅 (Pb)	锑 (Sb)	钡 (Ba)	汞 (Hg)	锡 (Sn)	/
波长 (nm)	220.353	206.834	455.403	184.887	189.925	/
	182.143	217.582	493.408	194.164	283.998	
	217.000	231.146	233.527	253.652	235.485	

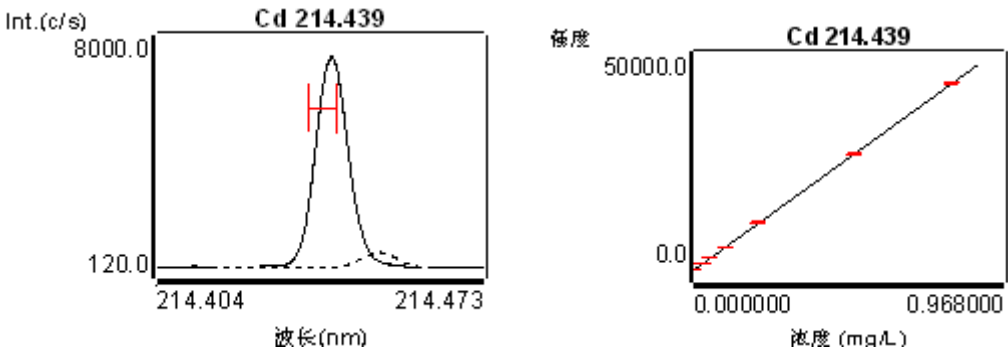
6. 2. 2. 5 标准曲线绘制

在本方法实验所确定的仪器条件下，对浓度 0.025、0.03、0.05、0.1、0.2、0.5、0.8 $\mu\text{g/mL}$ 的 11 种重金属元素标准工作溶液进行分析测定，浓度 c 与响应值具有良好的线性关系。其中，5.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度时出峰及上述标准工作曲线如图 2 所示。

1、砷 (As):

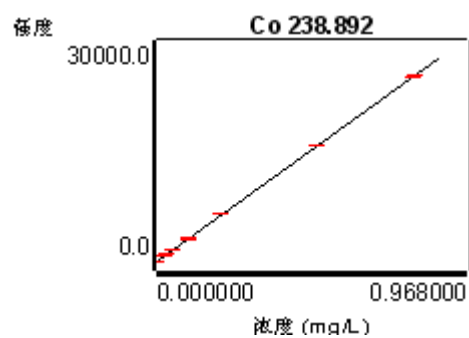
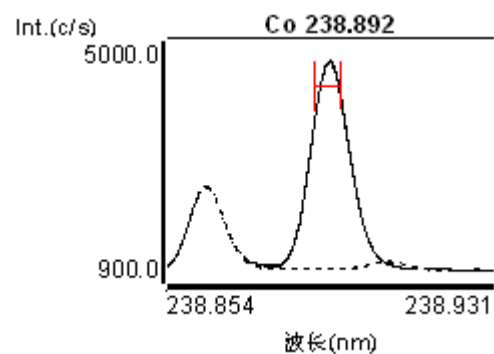


2、镉 (Cd):



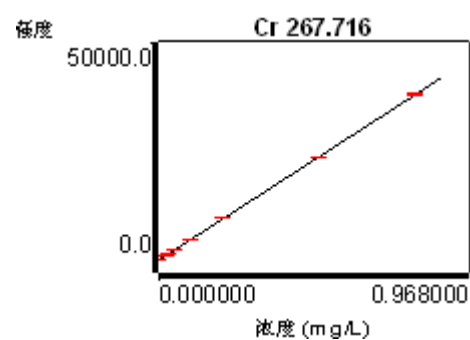
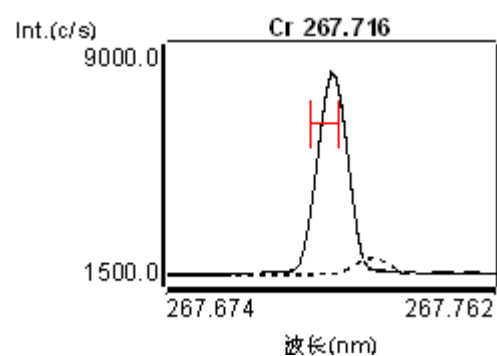
$$Y=53205.1x+6.8$$

3、钴 (Co):



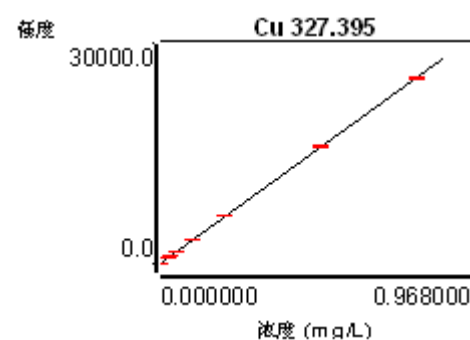
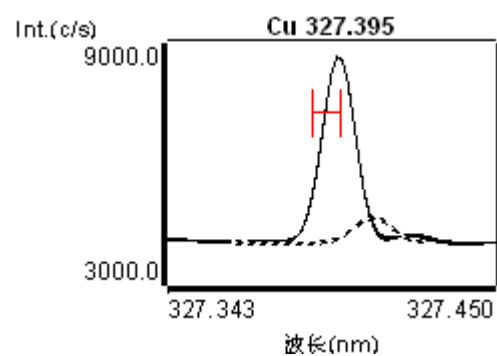
$$Y=31528.8x+13.7$$

4、铬 (Cr):



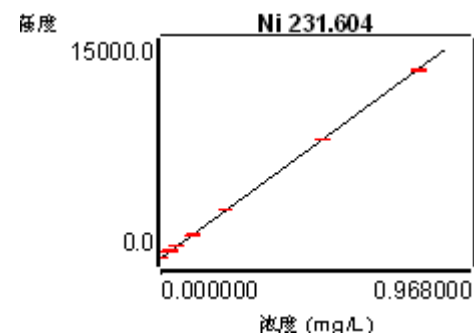
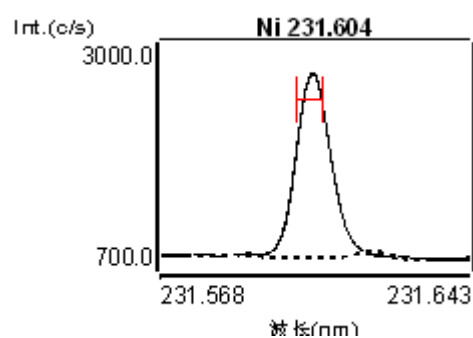
$$Y=47666.9x+25.0$$

5、铜 (Cu):



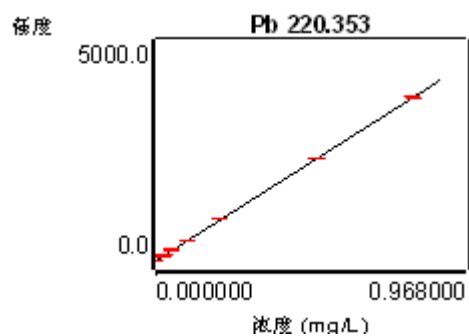
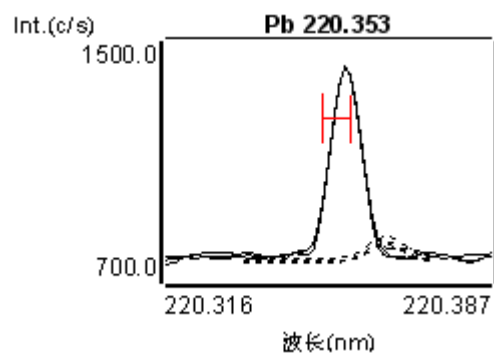
$$Y=31740.5+30.8$$

6、镍 (Ni):



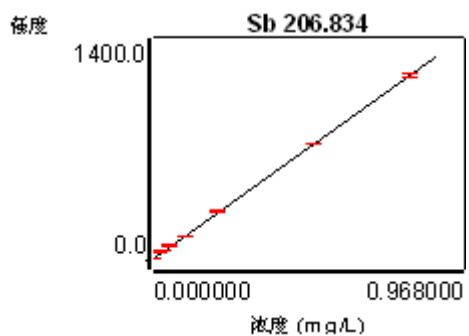
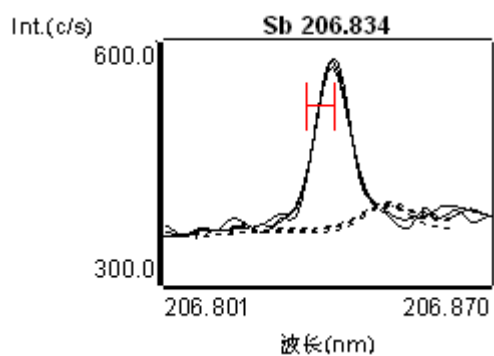
$$Y=16065.6x+17.0$$

7、铅 (Pb):



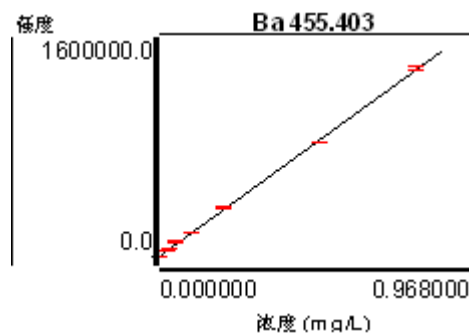
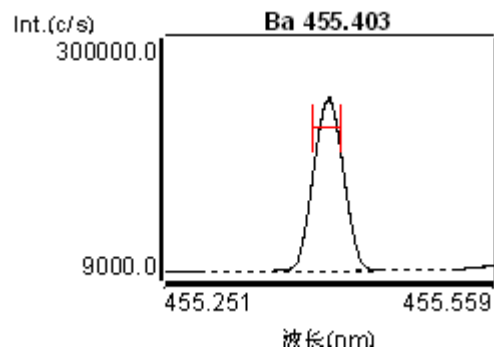
$$Y=4587.9x+17.4$$

8、锑 (Sb):



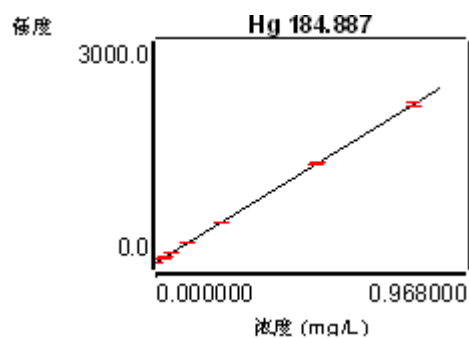
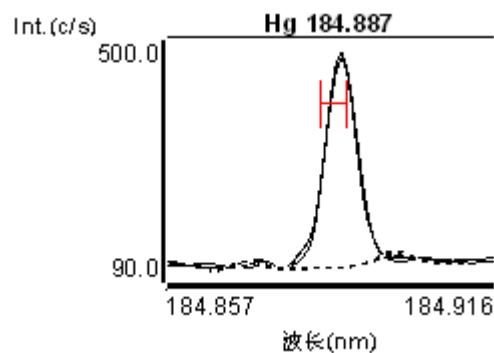
$$Y=1449.6x+6.9$$

9、钡 (Ba):



$$Y=1700479.0x+696.0$$

10、汞 (Hg):



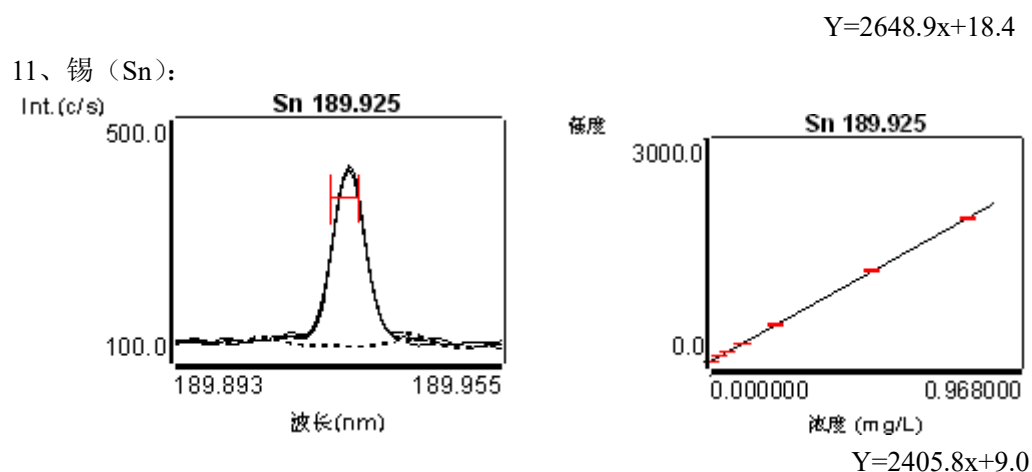


图 2 各元素在 0.1 μg/mL 浓度时峰形图及其标准工作曲线

6.2.2.6 测定低限的确定

检出限的测定方式是多次空白值的三倍标准偏差所相当的分析物浓度计算而得，各元素检出限见表 5，检出限的三倍为测定低限。本方法 11 种元素的方法测定低限见表 6。

表 5 ICP-OES 法各元素的检出限

元素	砷 (As)	镉 (Cd)	钴 (Co)	铬 (Cr)	铜 (Cu)	镍 (Ni)
检出限 (mg/kg)	0.87	1.6	1.0	1.5	2.3	1.5
元素	铅 (Pb)	铋 (Sb)	钡 (Ba)	汞 (Hg)	锡 (Sn)	/
检出限 (mg/kg)	3.2	1.6	1.7	1.3	1.7	/

表 6 ICP-OES 法各元素的测定低限

元素	砷 (As)	镉 (Cd)	钴 (Co)	铬 (Cr)	铜 (Cu)	镍 (Ni)
测定低限 (mg/kg)	2.6	4.8	3.0	4.6	6.9	4.5
元素	铅 (Pb)	铋 (Sb)	钡 (Ba)	汞 (Hg)	锡 (Sn)	/
测定低限 (mg/kg)	9.7	4.7	5.0	4.0	5.0	/

6.2.2.7 方法的精密度和回收率

本实验采用对实际试样加入混合标准溶液方法，添加量分别约为1倍、2倍、10倍测定低限。计算得到试样的回收率见表7，回收率在81.5%~120.0%之间，相对标准偏差RSD在0.1%~10.3%之间，可见方法的精密度和回收率都较好。

表 7 ICP-OES 法回收率和精密度试验 (%)

元素	添加量	测量次数	硬挺剂	荧光增白剂	退浆剂	固色剂	柔软剂
砷 (As)	3 mg/kg	1	101.1	101.6	100.6	112.0	106.9
		2	90.0	117.8	110.0	105.0	113.8
		3	97.2	114.1	101.8	107.9	114.6
		4	94.9	110.7	105.8	106.0	106.2
		5	90.6	116.8	106.4	105.2	114.0
		6	94.6	114.3	106.8	102.2	116.6
		RSD	4.4	5.3	3.3	3.1	3.9
砷 (As)	6 mg/kg	1	103.3	107.5	103.0	109.3	109.8
		2	104.3	105.0	98.4	106.3	103.1
		3	110.0	106.8	105.9	117.0	111.9
		4	110.9	110.1	108.5	104.4	102.4
		5	100.4	108.3	102.3	115.4	110.1
		6	109.4	106.8	96.1	112.8	112.6
		RSD	4.0	1.6	4.5	4.6	4.1
砷 (As)	30 mg/kg	1	99.4	101.2	99.1	101.5	103.7
		2	98.0	102.2	98.9	101.3	101.0
		3	100.1	101.0	99.1	98.4	102.2
		4	100.2	103.0	97.8	100.8	102.1
		5	99.6	101.6	95.9	99.6	101.7
		6	101.4	102.3	96.7	102.3	102.4
		RSD	1.1	0.7	1.4	1.4	0.9
镉 (Cd)	5 mg/kg	1	96.9	99.6	93.6	99.0	96.6
		2	99.1	99.6	93.7	99.1	97.1
		3	92.8	99.5	93.5	99.0	97.3
		4	97.8	99.4	93.8	99.2	97.0
		5	99.8	100.2	92.9	98.9	97.3
		6	97.0	100.6	93.5	99.1	96.8
		RSD	2.5	0.5	0.3	0.1	0.3
镉 (Cd)	10 mg/kg	1	103.4	102.9	97.9	97.9	99.3
		2	103.3	102.4	98.0	97.9	98.8
		3	103.4	102.7	98.1	98.0	99.6
		4	103.9	102.8	97.9	97.6	99.2
		5	103.8	102.6	98.1	96.9	98.8
		6	103.6	102.9	97.8	97.6	98.9
		RSD	0.3	0.2	0.1	0.4	0.3

表 7 ICP-OES 法回收率和精密度试验 (%) (续)

元素	添加量	测量次数	硬挺剂	荧光增白剂	退浆剂	固色剂	柔软剂
镉 (Cd)	50 mg/kg	1	99.9	98.9	93.8	97.7	98.0
		2	100.0	98.7	93.9	96.6	98.2
		3	99.5	98.7	93.5	96.8	97.9
		4	99.8	98.8	94.4	96.7	98.5
		5	100.2	99.2	94.5	96.9	98.0
		6	100.3	98.9	93.1	95.9	97.4
		RSD	0.3	0.2	0.6	0.6	0.4
钴 (Co)	3 mg/kg	1	81.7	98.0	93.4	97.6	99.2
		2	81.6	98.9	92.3	96.9	99.4
		3	83.3	98.4	93.9	97.7	100.1
		4	83.5	98.5	93.6	96.8	98.9
		5	82.9	98.4	92.3	97.6	98.2
		6	82.4	99.1	93.0	96.3	99.5
		RSD	1.0	0.4	0.7	0.6	0.6
钴 (Co)	6 mg/kg	1	96.0	96.2	88.5	96.0	96.5
		2	95.6	95.7	88.1	96.3	96.5
		3	96.1	95.6	88.4	96.3	97.3
		4	96.1	95.9	88.6	95.7	96.1
		5	96.5	96.6	88.6	95.7	96.5
		6	95.6	96.7	88.9	96.1	96.8
		RSD	0.4	0.5	0.3	0.3	0.4
钴 (Co)	30 mg/kg	1	96.1	98.8	92.3	94.2	95.6
		2	96.4	98.7	92.2	94.5	96.0
		3	96.1	98.8	92.0	93.8	95.9
		4	96.2	98.7	92.0	94.4	95.6
		5	96.6	98.8	92.0	94.2	96.1
		6	96.6	99.4	91.7	94.6	95.4
		RSD	0.2	0.3	0.2	0.3	0.3
铬 (Cr)	5 mg/kg	1	102.1	106.9	102.2	109.1	105.6
		2	105.0	106.9	101.9	109.9	106.4
		3	101.0	106.5	102.5	109.1	107.2
		4	107.4	106.4	102.8	109.7	106.6
		5	109.2	107.1	101.3	109.0	106.1
		6	106.1	106.6	102.3	109.3	106.1
		RSD	3.0	0.3	0.5	0.4	0.5
铬 (Cr)	10 mg/kg	1	106.5	107.2	100.1	102.4	105.3
		2	106.8	107.3	100.5	102.2	104.7
		3	107.0	107.9	100.4	102.1	105.4
		4	106.9	107.8	100.4	101.6	105.2
		5	107.0	107.8	100.7	102.0	104.8
		6	107.2	107.7	100.2	101.8	104.6
		RSD	0.2	0.3	0.2	0.3	0.3

表 7 ICP-OES 法回收率和精密度试验 (%) (续)

元素	添加量	测量次数	硬挺剂	荧光增白剂	退浆剂	固色剂	柔软剂
铬 (Cr)	50 mg/kg	1	100.6	100.0	94.8	98.1	99.9
		2	100.6	100.0	94.8	98.0	100.2
		3	100.3	100.3	94.6	97.8	99.9
		4	100.8	100.3	95.1	98.4	99.9
		5	101.1	100.4	95.1	98.1	99.7
		6	101.6	99.9	94.5	97.8	99.7
		RSD	0.5	0.2	0.3	0.2	0.2
铜 (Cu)	5 mg/kg	1	98.0	101.4	84.7	102.6	94.4
		2	100.0	101.2	86.8	104.2	96.5
		3	88.0	100.9	89.3	105.4	95.0
		4	103.9	100.0	91.6	105.3	95.2
		5	105.2	100.7	88.6	102.9	96.7
		6	95.6	101.3	88.9	106.5	95.2
		RSD	6.3	0.5	2.6	1.5	1.0
铜 (Cu)	10 mg/kg	1	102.0	103.6	91.8	96.8	98.4
		2	101.7	103.1	93.9	95.0	96.8
		3	101.8	104.6	92.5	94.8	97.7
		4	102.8	103.2	92.5	94.9	97.4
		5	102.2	102.4	93.8	95.0	95.3
		6	103.2	102.6	93.3	95.4	97.2
		RSD	0.6	0.8	0.9	0.8	1.1
铜 (Cu)	50 mg/kg	1	97.0	98.4	90.0	93.0	95.2
		2	97.1	98.1	89.6	93.0	95.4
		3	96.2	98.7	89.4	92.9	95.4
		4	97.7	98.6	89.9	93.4	95.3
		5	98.1	98.8	90.4	93.4	95.1
		6	98.6	97.9	89.2	92.9	94.9
		RSD	0.9	0.4	0.5	0.3	0.2
镍 (Ni)	5 mg/kg	1	101.0	104.4	92.7	100.8	98.8
		2	103.3	105.2	93.7	102.2	99.6
		3	91.9	104.7	92.1	101.5	99.0
		4	99.2	105.5	93.0	101.3	99.3
		5	101.1	104.7	93.5	101.3	98.8
		6	97.9	105.1	93.8	101.2	99.4
		RSD	4.0	0.4	0.7	0.5	0.3
镍 (Ni)	10 mg/kg	1	101.3	103.3	94.7	96.0	99.4
		2	101.7	102.4	95.5	96.8	99.2
		3	102.2	102.5	95.4	95.8	99.4
		4	102.8	102.9	94.4	95.8	98.9
		5	102.5	103.8	95.4	95.3	98.7
		6	102.9	103.0	94.6	95.5	99.0
		RSD	0.6	0.5	0.5	0.5	0.3

表 7 ICP-OES 法回收率和精密度试验 (%) (续)

元素	添加量	测量次数	硬挺剂	荧光增白剂	退浆剂	固色剂	柔软剂
镍 (Ni)	50 mg/kg	1	98.1	97.7	90.6	94.0	96.3
		2	97.5	97.7	90.6	93.1	96.8
		3	97.4	97.9	90.6	93.5	96.1
		4	98.0	98.2	91.6	93.6	96.1
		5	98.9	98.2	91.1	93.5	96.0
		6	99.2	97.8	89.9	92.8	95.2
		RSD	0.7	0.2	0.6	0.5	0.5
铅 (Pb)	10 mg/kg	1	99.8	101.2	91.9	93.3	96.4
		2	100.2	101.3	95.4	93.3	95.0
		3	101.6	102.5	93.4	93.3	95.6
		4	100.7	100.1	94.6	92.6	95.1
		5	100.9	101.9	92.6	93.2	94.3
		6	100.1	99.7	92.4	93.4	96.2
		RSD	0.6	1.1	1.5	0.3	0.8
铅 (Pb)	20 mg/kg	1	100.9	101.1	101.6	102.3	101.0
		2	100.9	101.7	102.2	101.8	102.2
		3	101.0	101.2	102.2	102.1	103.1
		4	101.8	100.3	101.9	102.4	102.2
		5	101.0	101.7	101.9	102.1	101.7
		6	102.2	102.2	102.6	101.9	100.6
		RSD	0.6	0.6	0.3	0.2	0.9
铅 (Pb)	100 mg/kg	1	97.6	97.5	96.7	95.7	96.4
		2	96.3	96.3	96.7	95.5	95.7
		3	96.5	96.9	96.3	96.2	95.6
		4	96.8	96.9	96.5	95.9	95.5
		5	96.8	96.8	96.2	95.7	95.5
		6	97.0	96.7	96.8	95.5	95.4
		RSD	0.4	0.4	0.2	0.3	0.4
锑 (Sb)	5 mg/kg	1	104.4	108.1	105.7	107.7	91.9
		2	105.7	99.6	98.0	104.8	100.8
		3	98.3	98.8	93.1	105.6	98.9
		4	95.8	107.2	106.0	110.0	94.9
		5	102.6	106.2	102.0	108.0	96.0
		6	102.6	101.0	100.2	109.8	101.1
		RSD	3.7	4.0	4.8	2.0	3.7
锑 (Sb)	10 mg/kg	1	105.5	103.9	97.9	100.2	98.3
		2	101.7	105.1	104.1	103.5	95.8
		3	100.6	107.1	101.6	102.5	97.3
		4	104.4	106.0	97.3	101.9	98.0
		5	104.6	106.1	99.6	101.2	95.1
		6	103.3	104.3	97.2	101.1	95.0
		RSD	1.8	1.1	2.8	1.1	1.5

表 7 ICP-OES 法回收率和精密度试验 (%) (续)

元素	添加量	测量次数	硬挺剂	荧光增白剂	退浆剂	固色剂	柔软剂
锑 (Sb)	50 mg/kg	1	96.8	96.4	92.6	95.5	95.9
		2	96.7	97.1	92.2	94.5	95.3
		3	96.9	97.0	91.7	94.8	93.8
		4	97.1	98.5	92.0	94.5	94.6
		5	97.8	97.5	92.6	94.7	94.4
		6	98.3	96.8	92.1	94.2	95.6
		RSD	0.7	0.7	0.4	0.5	0.8
钡 (Ba)	5 mg/kg	1	106.8	110.6	110.2	/	/
		2	108.9	110.8	109.8	/	/
		3	108.6	110.2	110.9	/	/
		4	120.0	110.0	110.5	/	/
		5	119.3	110.6	109.6	/	/
		6	119.2	110.7	109.9	/	/
		RSD	5.5	0.3	0.4	/	/
钡 (Ba)	10 mg/kg	1	105.0	109.9	102.6	107.9	119.2
		2	105.3	110.1	103.2	107.7	118.7
		3	105.3	110.3	102.8	107.4	119.3
		4	106.0	110.1	102.8	107.2	119.3
		5	105.7	110.1	103.3	107.2	118.4
		6	105.8	110.2	102.6	107.0	118.6
		RSD	0.4	0.1	0.3	0.3	0.3
钡 (Ba)	50 mg/kg	1	91.9	90.2	84.7	89.5	93.0
		2	91.9	90.1	84.6	89.4	93.4
		3	91.7	90.5	84.2	89.2	93.2
		4	92.2	90.4	84.7	89.8	93.1
		5	92.6	90.7	84.7	89.5	93.0
		6	93.1	89.8	84.3	89.4	92.7
		RSD	0.6	0.3	0.3	0.2	0.2
汞 (Hg)	5 mg/kg	1	99.0	102.8	91.4	89.5	110.6
		2	103.7	102.4	81.0	109.3	109.7
		3	81.9	101.3	84.2	109.4	111.5
		4	98.0	98.2	85.5	109.6	111.1
		5	110.7	100.8	87.3	108.8	110.5
		6	90.6	104.3	86.6	108.7	107.3
		RSD	10.3	2.1	4.0	7.6	1.4
汞 (Hg)	10 mg/kg	1	105.8	104.5	102.1	103.6	105.2
		2	103.1	108.1	103.6	103.1	106.7
		3	103.8	108.2	99.1	103.1	106.0
		4	106.3	105.8	99.9	102.4	104.4
		5	105.7	105.7	102.4	101.5	103.3
		6	104.8	107.8	100.1	101.1	101.7
		RSD	1.2	1.5	1.7	1.0	1.8

表 7 ICP-OES 法回收率和精密度试验 (%) (续)

元素	添加量	测量次数	硬挺剂	荧光增白剂	退浆剂	固色剂	柔软剂
汞 (Hg)	50 mg/kg	1	88.8	105.4	97.3	109.2	106.3
		2	89.8	104.4	96.8	109.4	106.2
		3	89.9	104.6	97.9	108.3	106.1
		4	90.9	104.2	98.9	108.2	105.9
		5	91.6	104.5	98.5	107.8	105.8
		6	92.7	103.6	98.2	106.8	105.4
		RSD	1.5	0.5	0.8	0.9	0.3
锡 (Sn)	5 mg/kg	1	88.2	102.1	81.5	84.9	/
		2	85.4	103.0	82.7	86.5	/
		3	92.3	99.2	82.0	86.8	/
		4	87.0	97.0	84.5	87.2	/
		5	88.2	100.9	84.8	84.0	/
		6	86.3	100.6	86.1	87.1	/
		RSD	2.8	2.1	2.2	1.5	/
锡 (Sn)	10 mg/kg	1	107.6	107.8	98.6	97.2	/
		2	106.6	108.4	101.5	101.0	/
		3	106.8	107.6	99.9	101.3	/
		4	108.0	110.9	100.9	98.5	/
		5	107.6	111.5	99.3	100.2	/
		6	108.5	109.3	99.7	97.8	/
		RSD	0.7	1.5	1.1	1.8	/
锡 (Sn)	50 mg/kg	1	100.4	100.0	99.3	97.0	/
		2	100.2	100.1	98.7	97.1	/
		3	100.2	101.2	98.5	96.6	/
		4	100.6	101.8	98.7	98.1	/
		5	100.7	101.4	98.9	96.9	/
		6	101.4	100.9	98.0	96.1	/
		RSD	0.4	0.7	0.4	0.7	/

6.2.3 电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 测定 13 种重金属含量

6.2.3.1 试剂和材料

除非另有规定, 仅使用优级纯试剂和符合GB/T 6682中规定的一级水。

6.2.3.1.1 硝酸: 65 %~68 % (质量分数)。

6.2.3.1.2 氢氟酸(HF): $\rho=1.16$ g/mL。

6.2.3.1.3 硝酸溶液(5+95): 取 50 mL 硝酸(4.2.1), 缓慢加入 950 mL 水中, 混匀。

6.2.3.1.4 汞标准稳定剂: 取 2 mL 金元素(Au)溶液, 用硝酸溶液(5+95)稀释至 1 000 mL, 用于汞标准溶液的配制。

注: 汞标准稳定剂亦可采用 2 g/L 半胱氨酸盐酸盐+硝酸 (5+95) 混合溶液, 或其他等效稳定剂。

6.2.3.1.5 单元素标准储备溶液：有证标准物质，或者按照附录 A 配制，质量浓度 100 $\mu\text{g/mL}$ 。在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 下避光储存于聚酯塑料瓶中，有效期 6 个月。

6.2.3.1.6 内标储备溶液：各分析元素对应的内标元素，见附录 C。有证标准物质，或者按照 GB/T 602 配制，质量浓度 100 mg/mL 。在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 下避光储存于聚酯塑料瓶中，有效期 6 个月。

6.2.3.1.7 混合标准工作溶液：吸取适量单元素标准贮备液或多元素混合标准贮备液，用硝酸溶液(5+95)逐级稀释配成混合标准工作溶液系列，各元素质量浓度见表 C.1。在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 下避光储存于聚酯塑料瓶中，有效期 3 个月。

注：依据样品消解溶液中元素质量浓度水平，适当调整标准系列中各元素质量浓度范围。

6.2.3.1.8 汞标准工作溶液：取适量汞贮备液，用汞标准稳定剂（4.2.5）逐级稀释配成标准工作溶液系列，浓度范围见表 C.2。在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 下避光储存于聚酯塑料瓶中，有效期 3 个月。

6.2.3.1.9 内标使用液：取适量内标单元素贮备液或内标多元素标准贮备液，用硝酸溶液(5+95)配制合适浓度的内标使用液，内标使用液浓度见 C.2。在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 下避光储存于聚酯塑料瓶中，有效期 3 个月。

注：内标溶液既可在配制混合标准工作溶液和样品消化液中手动定量加入，亦可由仪器在线加入。

6.2.3.1.10 纺织染整助剂：工业级，由浙江传化股份有限公司提供。

6.2.3.1.11 载气：氩气，纯度不小于 99.999 %。

6.2.3.2 仪器和设备

6.2.3.2.1 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）。

6.2.3.2.2 分析天平：感量为 0.1 mg 。

6.2.3.2.3 微波消解仪：带程序温度控制功能，配有聚四氟乙烯(PTFE)消解罐。

6.2.3.2.4 赶酸仪：温度 $\geq 150^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.3.3 试样前处理

为使整个染整加工过程中各道工序顺利进行，提高产品质量，减少弊病，增加效益，纺织品处理过程中往往加入各种助剂，包括印染前处理剂、染色助剂、整理剂等，而为了达到所需效果，重金属常以某种化合物的形式存在于助剂中。为了使试样中的待测元素转化成离子态，使试样浓度均一、同时便于上机进样测

定，需将试样消解破坏有机物、溶解悬浮物。常用于消解的酸体系有硝酸、盐酸、氟硼酸、过氧化氢、氢氟酸等。

6.2.3.3.1 酸体系的选择

多种染整助剂试样在只加入硝酸（盐酸）和过氧化氢在不同温度下消解均不完全，进一步加入氟硼酸或者氢氟酸后消解效果明显改善，结果见表 8。

表 8 酸消解体系的选择

序号	助剂名称	形态	硝酸/盐酸+过氧化氢	硝酸/盐酸+过氧化氢+氢氟酸	硝酸/盐酸+氢氟酸	硝酸/盐酸+过氧化氢+氟硼酸
1	水性粘合剂	白色乳浊液	×	√	√	√
2	硬挺剂	白色乳浊液	×	√	√	√
3	粘合剂	白色乳浊液	×	√	√	√
4	阻燃胶	白色粘稠乳液	×	√	√	√
5	荧光增白剂	蓝紫色乳浊液	×	√	√	√
6	固色剂	棕色粘稠状	×	√	√	√
7	匀染剂	棕色粘稠状	×	√	√	√
8	柔软剂	白色片状	×	√	√	√

注：“√”表示消解完全或只有少量沉淀；“×”表示消解不完全。

分别用盐酸和硝酸消解试样，其他条件相同，考察两种酸消解对检测结果的影响。两种酸最终消解效果相似，但是在前处理消解中，用盐酸消解试样时，加入试剂后部分试样有大量泡沫状物涌出，同样条件下硝酸则只有少量泡沫或者没有此现象，并且加入盐酸后没有完全消解的残留物带有一定粘性。而且盐酸引起的质谱干扰较大，例如 $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}^+$ 对 $^{75}\text{As}^+$ 的干扰，因此本方法选用硝酸进行前处理消解。

为了比较氟硼酸和氢氟酸两种酸的消解效果，在其他条件均相同的前提下，多种染整助剂加入氟硼酸和氢氟酸的检测结果相似；但考虑到氟硼酸对玻璃仍具有一定腐蚀性，且 ICP-MS 灵敏度较高，使用氟硼酸会造成后续测定硼元素时空白较高，因此本方法选用氢氟酸进行前处理消解。

比较加入或不加过氧化氢的消解效果，在其他条件均相同的前提下，多种染整助剂加入过氧化氢的检测结果相似，消解后都得到澄清的溶液；但

综上所述，本方法酸体系选择为：硝酸+氢氟酸。

6.2.3.3.2 消解温度和时间的优化

在酸体系及时间相同情况下，试样经 150、170、190、200 °C 温度消解，结果显示，温度较低时如 150 °C，大部分试样消解不完全，温度较高时如 190、200 °C，试样均能消解完全，消解液呈溶液状态或有少许颗粒状沉淀。在酸体系及温度相同情况下，试样经 10、20、30 min 消解，10 min 条件下部分样品消解不完全，20 和 30 min 条件下样品均消解完全。以上结果表明，试样经 190 °C、30 min 微波消解较适宜。

由于消解液可能存在少量颗粒等，进入 ICP-MS 会造成仪器的堵塞等损害，消解液用 0.45 μm 水相滤膜过滤。综合现行基本消解方法及实验室对试样消解试验，确定试样前处理方法为：准确称取 0.200 g~0.300 g 试样（精确至 0.001 g）置于消解罐中，加入 5 mL 硝酸和 2 mL 氢氟酸，于 190°C±5 °C 微波消解 30 min，消解后冷却至室温，小心打开消解罐的盖子，然后将消解罐放在赶酸仪中，不测定汞元素时于 120 °C 敞口赶酸至内容物近干，测定汞元素时于 40 °C 敞口赶酸 24 h，冷却至室温后，用水溶解内容物，然后将溶液转移至 50 mL 容量瓶中，用水定容至 50 mL。使用滤膜过滤后取上清液待测。

6.2.3.4 仪器及参数选择

电感耦合等离子体质谱仪具有高灵敏度、宽线性范围、多元素同时分析、分析速度快、低干扰等特点，选择性、准确性和可靠性高，符合纺织染整助剂产品中 13 种重金属含量的检测需求。

仪器的参数选择基于以下三点：一是现有 ICP-MS 具有自身优化功能，根据程序设置能自动选择最优参数；二是参考国标 GB/T 43574-2023《化学纤维 重金属的测定 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》等文献资料中仪器参数；三是手动调谐仪器参数，达到最佳分析效果。

采样深度的调整对于不同性质的元素至关重要。对于难电离元素，适当增加采样深度可以延长其在等离子体中的电离时间，有助于充分电离；而对于易电离元素，则应适当减少采样深度，避免未充分电离的情况。调整采样深度需要在保证充分电离的同时，避免过度的延长导致二次电离几率增加。

雾化气流量的调整直接影响进样量和元素的电离量。增加雾化气流量可以增加进样量，从而提高元素的电离量，但同时也会增加干扰离子的数量。因此，需

要找到一个平衡点，确保在提高电离量的同时，控制干扰离子的数量。

稀释气流量的调整也是关键步骤之一。稀释气用于推动气溶胶进入ICP，其流量的选择对于降低记忆效应和提高分析灵敏度有重要作用。一般建议稀释气流量在0.2-0.6之间，并根据具体实验条件进行优化。过高的稀释气流量可能会增大记忆效应，因此建议一般不要超过0.3。

对本实验室所使用的仪器，以下参数设置是合适的：射频功率 1500 W，等离子体气流量 15 L/min，载气流量 0.80 L/min，辅助气流量 0.40 L/min，氦气流量 4 mL/min~5 mL/min，稀释气流量 0.30 L/min，雾化室温度 2 ℃，采样深度 8 mm~10 mm。元素分析模式见表 9。

表 9 电感耦合等离子体质谱仪元素分析模式

序号	元素名称	元素符号	分析模式	序号	元素名称	元素符号	分析模式
1	砷	As	碰撞反应池	8	锑	Sb	碰撞反应池
2	镉	Cd	碰撞反应池	9	汞	Hg	普通/碰撞反应池
3	钴	Co	碰撞反应池	10	钡	Ba	普通/碰撞反应池
4	铬	Cr	碰撞反应池	11	硒	Se	碰撞反应池
5	铜	Cu	碰撞反应池	12	银	Ag	碰撞反应池
6	镍	Ni	碰撞反应池	13	锡	Sn	碰撞反应池
7	铅	Pb	普通/碰撞反应池				

对没有合适消除干扰模式的仪器，需采用干扰校正方程对测定结果进行校正，元素干扰校正方程见表 10，待测元素和内标元素同位素(m/z)的选择见表 11。

表 10 元素干扰校正方程

同位素	推荐的校正方程
⁷⁵ As	$[^{75}\text{As}] - [75] - 3.1278 \times [77] + 1.0177 \times [78]$
⁷⁸ Se	$[^{78}\text{Se}] - [78] - 0.1869 \times [76]$
¹¹⁴ Cd	$[^{114}\text{Cd}] - [114] - 1.6285 \times [108] - 0.0149 \times [118]$
²⁰⁸ Pb	$[^{208}\text{Pb}] - [206] + [207] + [208]$
注1：[X]为质量数X处的质谱信号强度——离子每秒计数值（CPS）。 注2：对于同量异位素干扰能够通过仪器的碰撞/反应模式得以消除的情况下，除铅元素外，可不采用干扰校正方程。 注3：低含量铬元素的测定需采用碰撞/反应模式。	

表 11 待测元素推荐选择的同位素和内标元素

序号	元素	m/z	内标	序号	元素	m/z	内标
1	As	75	$^{72}\text{Ge}/^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$	8	Sb	121/123	$^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$
2	Cd	111	$^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$	9	Hg	200/202	$^{185}\text{Re}/^{209}\text{Bi}$
3	Co	59	$^{72}\text{Ge}/^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$	10	Ba	137	$^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$
4	Cr	52/53	$^{45}\text{Sc}/^{72}\text{Ge}$	11	Se	78	$^{72}\text{Ge}/^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$
5	Cu	63/65	$^{72}\text{Ge}/^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$	12	Ag	107	^{115}In
6	Ni	60	$^{72}\text{Ge}/^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$	13	Sn	118	$^{103}\text{Rh}/^{115}\text{In}$
7	Pb	206/207/208	$^{185}\text{Re}/^{209}\text{Bi}$				

6.2.3.5 标准曲线绘制

在本方法实验所确定的仪器条件下,对浓度为 2.0、5.0、10.0、30.0、50.0 $\mu\text{g/L}$ 的砷、镉、钴、铬、铜、镍、铅、锑、钡、硒、银、锡十二种重金属元素混合标准工作溶液和浓度为 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 $\mu\text{g/L}$ 的汞标准工作溶液进行分析测定,待测元素与所选内标元素响应信号值的比值与浓度 c 有良好的线性关系。线性方程及其相关系数见表 12。

表 12 线性范围、线性方程及其相关系数

元素	线性范围	标准曲线方程	相关系数
Cr	2.0-50.0	$y = 0.0382x + 0.0056$	0.9999
Co	2.0-50.0	$y = 0.0609x + 0.00020615$	1.0000
Ni	2.0-50.0	$y = 0.0157x + 0.00084116$	1.0000
Cu	2.0-50.0	$y = 0.0393x + 0.0082$	1.0000
As	2.0-50.0	$y = 0.0031x + 0.000054214$	1.0000
Se	2.0-50.0	$y = 0.00030821x + 0.00016527$	0.9999
Ag	2.0-50.0	$y = 0.00022427x + 0.000054573$	0.9999
Cd	2.0-50.0	$y = 0.00037987x + 0.00000097464$	0.9999
Sn	2.0-50.0	$y = 0.00091847x + 0.00022405$	0.9998
Sb	2.0-50.0	$y = 0.00085996x + 0.0000070446$	0.9999
Ba	2.0-50.0	$y = 0.00040217x + 0.00002991$	0.9999
Hg	0.2-5.0	$y = 0.0011x + 0.000030539$	1.0000
Pb	2.0-50.0	$y = 0.0071x + 0.00031403$	0.9999

6.2.3.6 检出限和定量限的确定

采用空白标准偏差法估算检出限:分析20次样品空白,计算出样品空白响应值的标准偏差,样品空白响应值的平均值加上3倍的标准偏差所对应的浓度即为估算检出限。以3倍检出限作为估算定量限。13种元素的检出限和定量限见表13。

考虑到不同实验室的仪器状态不同,也为了本标准应用更为广泛,将本标准文本中汞的测定低限定为0.05 mg/kg ,其他重金属的测定低限定为0.5 mg/kg 。

表 13 各元素的检出限和定量限

元素	铬 (Cr)	钴 (Co)	镍 (Ni)	铜 (Cu)	砷 (As)	硒 (Se)	银 (Ag)
检出限 (mg/kg)	0.044	0.002	0.013	0.020	0.006	0.068	0.003
定量限 (mg/kg)	0.13	0.006	0.039	0.060	0.018	0.20	0.009
元素	镉 (Cd)	锡 (Sn)	锑 (Sb)	钡 (Ba)	汞 (Hg)	铅 (Pb)	/
检出限 (mg/kg)	0.004	0.015	0.004	0.021	0.014	0.008	/
定量限 (mg/kg)	0.012	0.045	0.012	0.063	0.042	0.024	

6.2.3.7 方法的精密度和回收率

本实验采用对实际试样加入混合标准溶液方法,添加量分别为1倍、2倍、10倍测定低限。计算得到试样的回收率见表14,回收率在76.5%~119.5%之间,相对标准偏差RSD在0.4%~10.7%之间,可见方法的精密度和回收率都较好。

表 14 ICP-MS 法回收率和精密度试验数据 (%)

元素	添加量	测量次数	硬挺剂	荧光增白剂	退浆剂	固色剂	柔软剂
铬 (Cr)	0.5 mg/kg	1	99.1	103.7	96.7	102.8	92.4
		2	103.5	99.3	93.8	94.7	89.0
		3	95.4	106.9	91.9	101.3	80.5
		4	99.4	103.1	96.1	102.5	92.4
		5	101.3	99.1	110.5	92.8	89.8
		6	95.4	106.3	91.2	98.1	80.8
		RSD	3.2	3.2	7.3	4.3	6.2
铬 (Cr)	1 mg/kg	1	97.7	98.9	98.7	98.5	99.7
		2	96.9	93.5	86.1	97.2	95.2
		3	96.8	102.2	89.3	94.0	91.8
		4	97.8	98.6	97.7	97.8	99.8
		5	97.3	93.3	94.0	98.8	94.2
		6	97.0	101.3	89.9	93.9	92.6
		RSD	0.4	3.9	5.4	2.3	3.6
铬 (Cr)	5 mg/kg	1	98.2	93.6	97.8	97.5	94.9
		2	95.4	98.7	102.6	93.6	86.4
		3	96.0	90.4	92.3	90.1	82.7
		4	98.1	93.6	97.4	97.1	93.3
		5	95.8	98.2	100.1	94.6	86.1
		6	96.3	90.8	88.5	90.3	83.3
		RSD	1.3	3.8	5.4	3.4	5.8

表 14 ICP-MS 法回收率和精密度试验数据 (%) (续)

元素	添加量	测量次数	硬挺剂	荧光增白剂	退浆剂	固色剂	柔软剂
钴 (Co)	0.5 mg/kg	1	100.0	97.0	95.1	100.5	95.7
		2	98.9	94.9	101.3	92.9	93.2
		3	95.4	99.5	91.1	98.3	86.2
		4	100.3	96.4	94.5	100.3	95.9
		5	96.7	94.8	106.2	91.6	94.1
		6	95.5	99.0	90.4	95.9	86.5
		RSD	2.3	2.1	6.4	3.9	4.8
钴 (Co)	1 mg/kg	1	97.5	97.8	97.1	94.4	97.9
		2	94.0	93.8	93.6	94.3	95.9
		3	95.5	98.9	88.3	89.8	93.3
		4	97.7	97.5	96.1	93.9	98.1
		5	94.3	93.7	94.2	95.7	95.1
		6	95.6	98.1	88.8	89.8	94.1
		RSD	1.6	2.4	4.0	2.7	2.1
钴 (Co)	5 mg/kg	1	97.7	92.9	96.3	95.2	95.1
		2	93.8	97.6	100.7	92.0	86.1
		3	94.3	89.8	89.6	87.6	82.5
		4	97.6	92.9	96.0	94.8	93.6
		5	94.2	97.1	97.7	92.9	85.7
		6	94.7	90.2	85.9	87.9	83.1
		RSD	1.9	3.6	5.8	3.6	6.1
镍 (Ni)	0.5 mg/kg	1	98.1	98.8	90.2	99.4	96.5
		2	102.5	95.4	85.0	93.1	94.3
		3	96.0	103.8	88.8	96.4	88.0
		4	98.4	98.3	89.6	99.2	96.5
		5	100.3	95.3	103.3	91.4	95.2
		6	96.0	103.3	88.1	93.6	88.3
		RSD	2.6	3.7	7.0	3.5	4.2
镍 (Ni)	1 mg/kg	1	98.4	98.0	95.6	94.3	97.4
		2	96.5	94.6	82.6	93.9	97.3
		3	95.8	100.7	88.6	91.7	94.6
		4	98.5	97.8	94.6	93.7	97.5
		5	96.9	94.4	90.5	95.4	96.3
		6	96.0	99.9	89.1	91.7	95.4
		RSD	1.2	2.7	5.2	1.6	1.3
镍 (Ni)	5 mg/kg	1	98.8	93.2	94.3	94.2	96.9
		2	94.6	98.7	96.4	91.5	87.5
		3	95.0	89.9	88.3	88.1	83.5
		4	98.6	93.2	94.0	93.8	95.2
		5	95.0	98.2	94.1	92.5	87.1
		6	95.3	90.2	84.7	88.4	84.1
		RSD	2.0	4.0	4.9	2.9	6.4

表 14 ICP-MS 法回收率和精密度试验数据 (%) (续)

元素	添加量	测量次数	硬挺剂	荧光增白剂	退浆剂	固色剂	柔软剂
铜 (Cu)	0.5 mg/kg	1	97.8	97.5	95.1	102.4	99.9
		2	106.7	94.5	99.8	90.6	91.7
		3	92.3	101.2	90.1	102.8	84.4
		4	98.0	97.0	94.6	102.1	100.0
		5	104.4	94.4	99.1	88.5	92.5
		6	92.3	100.7	89.5	99.1	84.7
		RSD	6.1	3.0	4.6	6.6	7.5
铜 (Cu)	1 mg/kg	1	97.7	98.7	94.2	93.2	99.6
		2	98.2	93.7	86.0	93.2	95.0
		3	96.0	103.5	90.8	84.1	92.2
		4	97.8	98.4	93.3	92.5	99.8
		5	98.6	93.5	93.1	94.7	94.2
		6	96.1	102.6	91.4	83.9	93.0
		RSD	1.1	4.3	3.2	5.4	3.4
铜 (Cu)	5 mg/kg	1	97.5	94.2	92.7	93.9	97.0
		2	95.1	98.8	99.2	91.1	87.9
		3	95.5	91.3	87.7	87.9	84.9
		4	97.3	94.3	92.4	93.6	95.4
		5	95.5	98.3	96.8	92.1	87.6
		6	95.9	91.7	84.2	88.2	85.5
		RSD	1.1	3.4	6.0	2.9	5.8
砷 (As)	0.5 mg/kg	1	102.8	98.9	103.1	100.4	102.9
		2	104.3	96.8	109.3	95.9	92.3
		3	100.8	104.0	102.6	104.1	94.1
		4	103.2	98.4	102.5	100.2	103.1
		5	101.8	96.8	105.4	94.5	93.2
		6	100.8	103.5	101.8	101.6	94.6
		RSD	1.4	3.2	2.7	3.6	5.1
砷 (As)	1 mg/kg	1	103.7	100.1	104.7	107.7	97.7
		2	101.4	96.1	101.4	107.7	104.6
		3	103.4	101.5	99.9	104.1	98.0
		4	103.9	99.9	103.7	107.1	97.9
		5	101.6	96.0	100.7	109.3	103.7
		6	103.5	100.7	100.4	104.2	98.9
		RSD	1.1	2.4	1.9	2.0	3.1
砷 (As)	5 mg/kg	1	105.1	95.2	103.6	109.0	97.5
		2	101.0	100.2	110.9	105.8	92.8
		3	102.1	93.9	99.7	102.0	98.2
		4	105.0	95.3	103.2	108.6	95.9
		5	101.3	99.7	103.8	106.9	92.4
		6	102.5	94.3	95.7	102.2	99.0
		RSD	1.8	2.9	4.9	2.9	2.9

表 14 ICP-MS 法回收率和精密度试验数据 (%)

元素	添加量	测量次数	硬挺剂	荧光增白剂	退浆剂	固色剂	柔软剂
硒 (Se)	0.5 mg/kg	1	89.2	80.9	113.4	94.1	99.1
		2	111.5	85.5	109.6	110.6	89.5
		3	110.4	98.7	102.8	89.6	98.1
		4	89.5	80.5	109.5	93.9	103.8
		5	109.1	85.5	100.7	109.0	90.3
		6	110.5	98.3	102.0	87.4	98.6
		RSD	10.5	9.3	4.9	10.2	5.8
硒 (Se)	1 mg/kg	1	106.9	104.3	108.7	119.5	106.2
		2	108.6	98.6	86.5	99.2	107.2
		3	101.5	105.2	94.6	109.8	105.2
		4	107.1	104.0	106.0	118.8	108.6
		5	109.0	98.4	104.4	100.7	106.3
		6	101.6	104.4	95.1	109.9	106.1
		RSD	3.2	3.0	8.6	7.8	1.1
硒 (Se)	5 mg/kg	1	103.8	101.2	105.6	100.7	105.7
		2	104.6	101.6	108.6	105.1	109.2
		3	106.0	96.8	106.9	110.3	108.9
		4	103.7	101.2	104.9	100.3	104.5
		5	105.0	101.0	102.7	106.2	108.8
		6	106.4	97.2	102.6	110.6	109.7
		RSD	1.1	2.2	2.2	4.2	2.0
银 (Ag)	0.5 mg/kg	1	107.6	110.4	105.8	105.6	105.7
		2	108.2	104.9	105.8	98.7	103.4
		3	98.5	102.3	92.2	100.4	86.3
		4	108.0	109.8	105.2	105.4	105.9
		5	105.8	104.8	102.8	97.3	104.3
		6	98.5	101.8	91.5	98.0	86.7
		RSD	4.5	3.5	6.8	3.7	9.6
银 (Ag)	1 mg/kg	1	106.1	103.9	116.0	116.4	104.9
		2	108.8	107.2	108.1	104.1	100.6
		3	93.4	105.4	104.7	108.0	98.3
		4	106.3	103.6	114.8	115.7	105.1
		5	109.2	107.0	106.7	105.7	99.7
		6	93.6	104.5	105.2	108.1	99.1
		RSD	7.2	1.5	4.5	4.7	2.9
银 (Ag)	5 mg/kg	1	103.3	96.5	112.1	101.5	96.3
		2	110.1	103.9	107.5	97.6	92.3
		3	101.2	93.3	106.1	107.3	98.2
		4	103.2	96.5	111.7	101.2	94.8
		5	110.5	103.4	109.1	98.6	91.9
		6	101.6	93.7	101.8	107.6	98.9
		RSD	4.0	4.8	3.6	4.2	3.1

表 14 ICP-MS 法回收率和精密度试验数据 (%) (续)

元素	添加量	测量次数	硬挺剂	荧光增白剂	退浆剂	固色剂	柔软剂
镉 (Cd)	0.5 mg/kg	1	99.7	97.6	101.4	105.3	96.0
		2	97.1	94.7	104.8	99.6	93.2
		3	96.5	103.7	101.2	104.0	87.8
		4	100.1	97.0	100.8	105.2	96.2
		5	95.0	94.7	112.4	98.1	94.0
		6	96.6	103.3	100.4	101.5	88.2
		RSD	2.0	4.1	4.5	3.0	4.0
镉 (Cd)	1 mg/kg	1	99.8	98.9	104.2	101.9	99.2
		2	94.1	94.5	96.6	100.3	96.5
		3	96.8	102.3	97.4	98.1	93.7
		4	100.0	98.6	103.1	101.3	99.3
		5	94.4	94.3	98.8	101.8	95.7
		6	96.9	101.5	97.9	98.2	94.5
		RSD	2.6	3.4	3.2	1.7	2.4
镉 (Cd)	5 mg/kg	1	96.8	93.8	102.1	99.9	95.1
		2	93.2	99.0	104.7	97.9	87.2
		3	96.5	93.4	96.0	94.9	84.2
		4	96.7	93.9	101.7	99.6	93.6
		5	93.6	98.5	101.3	98.9	86.9
		6	96.9	93.8	92.2	95.1	84.8
		RSD	1.8	2.7	4.6	2.3	5.2
锡 (Sn)	0.5 mg/kg	1	98.7	98.4	100.4	106.0	/
		2	107.1	88.0	81.3	100.4	/
		3	86.0	97.3	98.2	107.8	/
		4	99.1	97.9	99.7	105.8	/
		5	108.6	87.8	108.9	98.9	/
		6	85.8	96.7	97.4	105.0	/
		RSD	10.1	5.3	9.2	3.4	/
锡 (Sn)	1 mg/kg	1	100.7	99.3	105.1	100.7	/
		2	106.8	87.6	85.3	98.9	/
		3	85.9	98.4	94.1	99.6	/
		4	100.9	99.1	104.0	100.1	/
		5	111.2	87.4	98.4	100.4	/
		6	86.0	97.4	94.8	99.6	/
		RSD	10.7	6.1	7.5	0.7	/
锡 (Sn)	5 mg/kg	1	97.6	94.7	103.3	99.5	/
		2	95.0	99.3	103.7	96.0	/
		3	93.6	93.0	96.1	93.6	/
		4	97.5	94.7	102.9	99.2	/
		5	95.4	98.8	101.7	97.0	/
		6	94.0	93.4	92.1	93.8	/
		RSD	1.8	2.8	4.8	2.6	/

表 14 ICP-MS 法回收率和精密度试验数据 (%) (续)

元素	添加量	测量次数	硬挺剂	荧光增白剂	退浆剂	固色剂	柔软剂
锑 (Sb)	0.5 mg/kg	1	100.0	96.8	103.9	105.9	94.2
		2	98.4	92.7	105.5	99.4	90.7
		3	96.4	104.9	103.7	105.2	86.9
		4	100.3	96.2	103.3	105.7	94.4
		5	96.3	92.7	114.8	98.0	91.6
		6	96.5	104.4	102.9	102.7	87.3
		RSD	1.9	5.6	4.3	3.3	3.6
锑 (Sb)	1 mg/kg	1	101.4	98.8	107.7	102.2	97.1
		2	93.8	94.5	97.5	101.6	95.5
		3	96.4	102.5	99.5	98.6	92.9
		4	101.6	98.5	106.7	101.6	97.2
		5	94.1	94.4	101.7	103.1	94.7
		6	96.6	101.6	100.0	98.7	93.7
		RSD	3.5	3.5	4.0	1.9	1.8
锑 (Sb)	5 mg/kg	1	95.4	93.9	104.2	100.7	94.4
		2	91.9	98.4	106.8	98.7	86.9
		3	95.9	93.0	99.4	95.7	82.9
		4	95.3	94.0	103.8	100.3	92.8
		5	92.2	97.9	105.0	99.7	86.6
		6	96.2	93.4	95.3	96.0	83.6
		RSD	2.0	2.5	4.2	2.2	5.4
钡 (Ba)	0.5 mg/kg	1	99.8	98.6	101.4	102.5	91.3
		2	98.6	95.2	108.3	95.7	98.4
		3	95.6	102.9	94.9	99.6	92.7
		4	100.1	98.0	100.8	102.3	91.5
		5	96.5	95.1	109.8	94.2	99.3
		6	95.7	102.4	94.2	97.1	93.1
		RSD	2.1	3.4	6.4	3.5	3.7
钡 (Ba)	1 mg/kg	1	101.8	100.1	105.8	100.0	95.3
		2	92.6	94.6	94.6	99.3	90.2
		3	95.1	101.2	95.2	95.7	87.8
		4	102.0	99.8	104.8	99.4	95.5
		5	93.0	94.5	99.8	100.8	89.4
		6	95.2	100.3	95.7	95.7	88.5
		RSD	4.4	3.1	5.0	2.3	3.7
钡 (Ba)	5 mg/kg	1	97.2	94.6	102.8	99.9	91.1
		2	92.2	99.5	106.5	95.7	82.9
		3	97.5	91.9	96.1	93.4	79.6
		4	97.1	94.7	102.4	99.5	89.6
		5	92.6	98.9	103.4	96.7	82.5
		6	97.9	92.3	92.2	93.7	80.2
		RSD	2.7	3.4	5.3	2.9	5.8

表 14 ICP-MS 法回收率和精密度试验数据 (%) (续)

元素	添加量	测量次数	硬挺剂	荧光增白剂	退浆剂	固色剂	柔软剂
汞 (Hg)	0.05 mg/kg	1	82.2	83.9	82.4	85.9	98.6
		2	83.4	81.2	91.5	81.5	98.8
		3	80.7	86.1	87.4	87.4	91.9
		4	82.5	83.4	81.9	85.8	99.4
		5	81.6	81.2	101.7	80.3	99.7
		6	80.8	85.8	86.7	85.2	92.4
		RSD	1.3	2.6	8.3	3.3	3.7
汞 (Hg)	0.1 mg/kg	1	86.4	86.5	83.7	81.6	83.7
		2	81.9	83.0	85.0	84.5	86.2
		3	86.2	88.9	80.7	81.2	82.0
		4	86.5	86.3	82.8	81.1	84.2
		5	82.2	82.9	90.6	85.8	85.5
		6	86.4	88.2	81.2	81.2	82.7
		RSD	2.6	3.0	4.3	2.5	1.9
汞 (Hg)	0.5 mg/kg	1	88.5	86.0	87.8	88.8	92.1
		2	84.4	91.5	90.3	87.9	83.9
		3	86.6	87.5	84.7	84.7	81.2
		4	88.4	86.0	87.5	88.5	90.6
		5	84.7	91.1	89.2	88.8	83.6
		6	86.9	87.9	81.3	84.9	81.8
		RSD	2.0	2.7	3.8	2.2	5.4
铅 (Pb)	0.5 mg/kg	1	95.4	101.3	82.9	80.3	92.5
		2	91.5	95.4	88.3	81.3	87.6
		3	93.0	100.5	77.0	88.1	82.0
		4	95.7	100.8	82.5	80.1	92.6
		5	89.5	95.4	94.2	79.9	88.4
		6	93.0	100.0	76.5	85.7	82.3
		RSD	2.5	2.8	8.1	4.2	5.3
铅 (Pb)	1 mg/kg	1	100.7	94.7	90.4	85.9	94.0
		2	93.4	86.7	84.3	83.9	89.4
		3	94.4	94.6	80.4	82.2	86.2
		4	100.9	94.4	89.5	85.3	94.1
		5	93.8	86.6	84.9	85.3	88.6
		6	94.6	93.8	80.8	82.2	86.9
		RSD	3.6	4.4	5.0	1.9	3.8
铅 (Pb)	5 mg/kg	1	95.7	91.0	85.7	91.8	91.5
		2	89.2	94.0	92.5	87.7	82.0
		3	91.1	87.9	88.8	85.7	79.6

		4	95.5	91.0	85.3	91.5	90.0
		5	89.5	93.5	88.1	88.6	81.7
		6	91.5	88.2	85.2	85.9	80.2
		RSD	3.1	2.8	3.2	3.0	6.2

7 协同验证试验

通过重庆海关技术中心、成都海关技术中心、宁波海关技术中心、深圳海关工业品检测技术中心和长春海关技术中心五家单位进行加标回收的验证试验，对本方法进行协同验证。五家实验室的验证结果见表 15、表 16。验证样品为硬挺剂、固色剂、荧光增白剂，五家实验室按本文件方法进行 3 个浓度水平的加标回收验证试验，添加量分别约为 1 倍、2 倍、10 倍测定低限。电感耦合等离子体发射光谱法平均回收率在 82.0%~106.3%之间，相对标准偏差(RSD) 在 1.0%~14.0%之间，电感耦合等离子体质谱法平均回收率在 86.6%~103.5%之间，相对标准偏差(RSD) 在 2.0%~9.2%之间。五家实验室在 3 个浓度水平的加标回收试验结果都比较一致，表明本方法具有选择性好、准确可靠的特点。五家实验室的验证报告详见附件：

附件一：重庆海关技术中心 验证报告

附件二：成都海关技术中心 验证报告

附件三：宁波海关技术中心 验证报告

附件四：深圳海关工业品检测技术中心 验证报告

附件五：长春海关技术中心 验证报告

表 15 ICP-OES 法实验室协同验证结果

硬挺剂验证结果														
元素	添加水平/ (mg/kg)	测定值/(mg/kg)										平均值 /(mg/kg)	平均回收率/%	相对标准偏差 (RSD)/%
		重庆海关技术中心		成都海关技术中心		宁波海关技术中心		深圳海关工业品检测技术中心		长春海关技术中心				
		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2			
砷 (As)	3	2.90	3.33	3.12	3.25	3.51	3.47	2.97	3.2	2.64	2.90	3.13	104.3	8.9
	6	5.41	5.90	5.49	5.46	5.15	5.82	5.85	5.93	5.67	5.34	5.60	93.4	4.8
	30	29.55	29.44	28.78	28.6	28.50	27.55	28.98	29.95	28.94	28.19	28.85	96.2	2.4
钡 (Ba)	5	5.08	5.04	5.06	5.04	4.94	4.94	5.05	5.09	4.95	4.76	5.00	99.9	2.0
	10	9.57	9.93	10.06	10.28	9.70	9.81	9.90	9.87	9.67	9.81	9.86	98.6	2.1
	50	48.37	48.04	47.85	48.83	48.10	49.05	49.3	49.08	48.16	48.70	48.55	97.1	1.0
镉 (Cd)	5	5.11	5.07	4.97	4.94	4.86	4.85	4.95	4.98	4.85	4.68	4.93	98.5	2.5
	10	9.45	9.75	9.48	9.73	9.18	9.24	9.40	9.30	9.16	9.29	9.40	94.0	2.2
	50	48.34	47.11	45.99	46.34	45.85	46.56	46.91	46.54	45.86	46.15	46.57	93.1	1.6
钴 (Co)	3	2.99	3.05	3.03	3.08	2.92	2.99	2.90	2.96	2.92	2.89	2.97	99.1	2.2
	6	5.63	5.65	5.55	5.71	5.55	5.57	5.62	5.69	5.42	5.51	5.59	93.2	1.6
	30	29.24	29.08	28.96	29.14	28.38	28.23	29.1	29.06	28.57	28.42	28.82	96.1	1.3
铬 (Cr)	5	5.35	5.34	5.34	5.32	5.20	5.21	5.25	5.31	5.20	4.98	5.25	105.0	2.1
	10	9.92	10.26	10.24	10.47	9.87	9.99	10.07	10.02	9.83	9.97	10.06	100.6	2.0
	50	50.19	49.69	48.88	49.58	49.06	49.91	49.92	49.81	48.76	49.29	49.51	99.0	1.0
铜 (Cu)	10	9.77	10.13	10.22	10.42	9.76	9.89	9.63	10.36	9.80	10.04	10.00	100.0	2.7
	20	21.08	21.05	21.48	21.4	20.62	20.53	21.15	21.27	20.62	20.55	20.98	104.9	1.7

	100	102.2	101.7	100.7	102.1	102.1	102.0	101.1	101.0	98.20	97.93	100.9	100.9	1.6
汞 (Hg)	5	5.39	5.37	4.62	4.41	4.53	4.73	4.53	4.45	4.64	4.26	4.69	93.9	8.2
	10	9.99	10.91	9.37	9.41	9.29	9.32	9.11	8.92	9.19	9.28	9.48	94.8	6.0
	50	51.14	50.93	50.21	50.99	51.08	52.70	51.58	51.85	51.33	52.35	51.42	102.8	1.4
镍 (Ni)	5	5.09	5.07	4.98	4.91	4.95	4.91	4.98	5.01	4.98	4.77	4.97	99.3	1.8
	10	9.40	9.75	9.71	9.78	9.33	9.34	9.53	9.39	9.28	9.42	9.49	94.9	2.0
	50	48.19	47.77	46.74	46.95	47.13	47.70	47.72	47.51	46.76	47.19	47.37	94.7	1.0
铅 (Pb)	10	9.41	9.39	10.74	10.77	10.53	10.40	10.23	10.41	9.28	9.31	10.05	100.5	6.2
	20	17.54	17.70	17.06	16.73	16.32	16.34	16.97	16.84	16.51	16.25	16.83	84.1	3.0
	100	93.17	92.89	88.61	89.36	90.50	90.46	90.05	90.51	87.46	87.28	90.03	90.0	2.2
锑 (Sb)	5	4.33	4.96	4.56	4.31	4.16	4.37	4.48	4.76	4.08	4.19	4.42	88.4	6.3
	10	9.80	9.63	9.52	10.12	9.80	9.91	9.78	9.59	9.18	8.28	9.56	95.6	5.4
	50	47.12	47.56	45.22	45.86	46.13	46.48	47.1	46.13	45.63	46.30	46.35	92.7	1.6
锡 (Sn)	5	4.74	4.68	4.24	4.00	4.03	4.00	4.16	4.21	4.25	4.04	4.24	84.7	6.3
	10	9.71	9.83	9.59	9.68	8.71	9.05	9.01	8.93	9.03	8.91	9.25	92.5	4.4
	50	48.45	48.19	47.02	47.47	47.35	48.32	48.03	48.27	47.39	47.85	47.83	95.7	1.0
固色剂验证结果														
元素	添加水平/ (mg/kg)	测定值/(mg/kg)										平均值 /(mg/kg)	平均 回收 率/%	相对标 准偏差 (RSD)/%
		重庆海关技术中心		成都海关技术中心		宁波海关技术中心		深圳海关工业品检 测技术中心		长春海关技术中心				
		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2			
砷 (As)	3	3.83	3.34	3.26	3.56	2.93	3.36	3.17	3.36	2.68	2.41	3.19	106.3	13.1
	6	5.93	6.21	5.89	6.05	5.85	5.93	5.63	5.74	5.93	5.35	5.85	97.5	4.0
	30	29.19	28.56	28.76	28.38	28.65	28.04	29.17	28.51	27.91	28.18	28.54	95.1	1.5

钡 (Ba)	5	4.64	4.71	4.85	4.84	4.72	4.68	4.78	4.77	4.65	4.57	4.72	94.4	1.9
	10	9.10	9.09	9.51	9.63	9.35	9.40	9.31	9.43	9.16	9.14	9.31	93.1	2.0
	50	46.06	46.50	47.66	48.15	47.14	47.15	47.41	47.01	45.87	46.75	46.97	93.9	1.5
镉 (Cd)	5	4.81	4.90	4.72	4.73	4.66	4.63	4.70	4.67	4.57	4.50	4.69	93.8	2.4
	10	9.33	9.27	9.16	9.26	9.09	9.17	9.01	9.12	8.92	8.89	9.12	91.2	1.6
	50	47.63	47.82	45.03	46.74	45.99	45.96	46.32	45.16	44.51	45.27	46.04	92.1	2.4
钴 (Co)	3	2.82	2.84	2.85	2.87	2.72	2.73	2.70	2.70	2.71	2.70	2.76	92.1	2.6
	6	5.65	5.59	5.59	5.71	5.53	5.65	5.49	5.56	5.52	5.51	5.58	93.0	1.3
	30	27.73	27.85	28.28	28.11	27.60	27.47	28.38	27.94	27.46	27.37	27.82	92.7	1.3
铬 (Cr)	5	5.16	5.27	5.36	5.34	5.21	5.13	5.17	5.16	5.10	5.00	5.19	103.8	2.1
	10	9.75	9.79	9.98	10.06	9.83	9.88	9.68	9.87	9.59	9.59	9.80	98.0	1.6
	50	49.26	49.81	49.83	50.45	49.00	49.23	49.31	49.01	47.70	48.57	49.22	98.4	1.5
铜 (Cu)	10	9.46	9.40	9.77	9.76	9.47	9.48	9.56	9.61	9.19	9.36	9.51	95.1	1.9
	20	19.15	19.32	20.43	20.54	19.72	19.68	19.68	19.68	18.95	18.91	19.61	98.0	2.8
	100	96.36	95.49	98.80	98.42	95.81	95.80	96.10	96.12	94.23	94.78	96.2	96.2	1.5
汞 (Hg)	5	4.25	3.93	4.41	4.28	5.16	4.71	4.29	4.16	4.37	4.11	4.37	87.3	7.9
	10	8.25	8.14	9.04	9.31	9.84	9.80	8.80	8.82	8.91	8.94	8.99	89.9	6.2
	50	45.14	46.28	48.44	49.14	49.54	50.22	48.42	48.59	47.32	49.42	48.25	96.5	3.3
镍 (Ni)	5	4.78	4.84	4.80	4.77	4.77	4.63	4.80	4.78	4.70	4.63	4.75	95.0	1.5
	10	9.05	9.13	9.10	9.29	9.10	9.22	8.94	9.15	8.92	8.93	9.08	90.8	1.4
	50	46.35	46.74	46.31	46.77	45.69	45.85	46.02	45.93	44.62	45.48	45.98	92.0	1.4
铅 (Pb)	10	9.24	9.24	10.88	9.53	10.71	10.79	10.39	10.36	9.86	9.94	10.09	100.9	6.2
	20	21.03	20.69	21.08	21.19	21.35	21.07	21.20	21.81	21.09	21.19	21.17	105.9	1.3
	100	87.92	87.88	87.03	87.14	84.94	85.37	86.32	86.73	83.98	84.99	86.23	86.2	1.6

锑 (Sb)	5	5.04	4.84	4.81	4.78	5.46	4.60	5.22	5.44	4.13	4.39	4.87	97.4	8.9
	10	9.10	8.57	9.26	9.37	9.02	9.35	8.91	8.97	8.17	8.06	8.88	88.8	5.2
	50	46.98	48.31	46.99	47.24	46.32	46.06	46.74	45.99	44.72	46.16	46.55	93.1	2.0
锡 (Sn)	5	5.13	5.06	4.66	4.34	4.25	4.21	4.23	4.35	4.48	4.30	4.50	90.0	7.6
	10	9.49	9.04	8.89	8.95	8.88	8.83	8.44	8.67	8.73	8.66	8.86	88.6	3.2
	50	47.47	47.86	46.84	47.79	46.88	47.32	47.58	47.59	46.11	46.98	47.24	94.5	1.1
荧光增白剂验证结果														
元素	添加水平/ (mg/kg)	测定值/(mg/kg)										平均值 (mg/kg)	平均回收率/%	相对标准偏差 (RSD)/%
		重庆海关技术中心		成都海关技术中心		宁波海关技术中心		深圳海关工业品检测技术中心		长春海关技术中心				
		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2			
砷 (As)	3	3.42	3.41	2.77	2.70	2.58	2.86	2.58	2.48	2.59	2.22	2.76	92.0	14.0
	6	6.22	6.22	5.96	5.83	5.68	5.99	6.00	6.22	5.61	5.68	5.94	99.0	4.0
	30	30.06	28.79	29.74	29.41	28.45	28.27	28.09	28.27	27.59	27.15	28.58	95.3	3.2
钡 (Ba)	5	4.81	4.83	4.92	4.95	4.81	4.93	4.92	4.90	4.73	4.76	4.86	97.1	1.6
	10	9.38	9.45	9.65	9.71	9.60	9.49	9.74	9.78	9.16	9.15	9.51	95.1	2.4
	50	48.06	48.37	50.13	49.89	49.76	49.03	49.22	48.80	47.82	47.52	48.86	97.7	1.9
镉 (Cd)	5	4.92	4.92	4.74	4.76	4.67	4.73	4.74	4.72	4.56	4.59	4.74	94.7	2.5
	10	9.45	9.49	9.17	9.21	9.07	8.96	9.24	9.21	8.72	8.68	9.12	91.2	3.0
	50	49.08	49.01	47.52	47.78	47.76	46.58	46.62	46.68	45.50	45.46	47.20	94.4	2.7
钴 (Co)	3	2.86	2.82	2.77	2.84	2.78	2.77	2.77	2.76	2.70	2.63	2.77	92.3	2.4
	6	6.06	6.00	5.99	6.05	5.95	6.00	6.05	6.04	5.76	5.73	5.96	99.4	2.0
	30	29.53	28.78	29.86	29.63	28.84	28.99	29.07	28.85	28.19	28.26	29.00	96.7	1.9
铬	5	5.17	5.19	5.21	5.22	5.03	5.12	5.10	5.08	4.97	4.97	5.11	102.1	1.8

(Cr)	10	10.35	10.39	10.36	10.42	10.27	10.13	10.36	10.37	9.70	9.67	10.20	102.0	2.8
	50	50.90	51.17	51.43	51.33	50.69	49.99	50.17	49.75	48.50	48.31	50.22	100.4	2.2
铜 (Cu)	10	10.45	10.50	10.71	10.78	10.50	10.04	10.64	10.68	9.81	9.87	10.40	104.0	3.4
	20	20.60	20.78	20.80	20.84	20.06	20.14	20.40	20.52	19.31	19.14	20.26	101.3	3.0
	100	100.4	101.0	101.6	103.3	99.12	100.1	98.29	101.4	98.44	96.78	100.0	100.0	1.9
汞 (Hg)	5	4.00	4.06	4.44	4.09	4.11	4.16	4.31	4.40	3.98	4.07	4.16	83.2	3.9
	10	8.65	9.61	7.50	8.68	8.73	7.59	8.24	7.83	8.57	7.63	8.30	83.0	8.1
	50	47.61	51.71	51.00	52.92	51.98	42.81	51.58	43.70	49.34	41.94	48.46	96.9	8.6
镍 (Ni)	5	4.81	4.88	4.81	4.87	4.72	4.82	4.81	4.86	4.71	4.67	4.80	95.9	1.5
	10	9.30	9.33	9.21	9.30	9.14	9.04	9.31	9.34	8.74	8.76	9.15	91.5	2.5
	50	48.57	48.67	48.59	48.59	48.66	47.43	47.63	47.33	46.35	46.42	47.82	95.6	1.9
铅 (Pb)	10	9.35	10.46	9.93	9.85	10.04	10.34	10.54	10.44	9.87	10.08	10.09	100.9	3.6
	20	16.99	17.40	16.54	16.09	16.09	15.92	16.11	16.33	15.53	16.98	16.40	82.0	3.5
	100	91.25	93.06	90.35	91.22	88.17	88.68	87.83	89.86	88.54	87.16	89.61	89.6	2.1
锑 (Sb)	5	5.08	4.70	5.03	5.40	5.53	5.36	5.39	5.44	4.50	4.19	5.06	101.2	9.0
	10	9.77	9.17	9.71	9.38	9.40	9.11	10.10	9.85	8.43	8.63	9.36	93.6	5.7
	50	48.52	49.82	48.17	48.31	47.84	46.67	47.06	47.15	45.77	45.09	47.44	94.9	2.9
锡 (Sn)	5	4.73	4.82	4.14	4.47	3.92	4.09	4.02	4.03	4.15	4.00	4.24	84.7	7.6
	10	9.06	9.08	8.77	8.59	8.40	8.27	8.51	8.93	8.20	8.36	8.62	86.2	3.8
	50	48.25	49.11	48.50	48.96	48.71	48.43	48.49	48.19	46.91	47.05	48.26	96.5	1.5

表 16 ICP-MS 法实验室协同验证结果

硬挺剂验证结果														
元素	添加水平/ (mg/kg)	测定值/(mg/kg)										平均值 /(mg/kg)	平均回收率/%	相对标准偏差 (RSD)/%
		重庆海关技术中心		成都海关技术中心		宁波海关技术中心		深圳海关工业品检测技术中心		长春海关技术中心				
		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2			
铬 (Cr)	0.5	0.482	0.466	0.470	0.466	0.431	0.475	0.455	0.500	0.498	0.477	0.472	94.4	4.3
	1	0.918	0.925	0.974	1.033	1.071	1.084	1.086	1.049	0.967	0.983	1.009	100.9	6.3
	5	4.742	4.495	4.848	4.912	5.035	5.161	5.078	4.993	5.043	4.644	4.895	97.9	4.3
钴 (Co)	0.5	0.474	0.477	0.485	0.469	0.446	0.499	0.465	0.513	0.493	0.495	0.482	96.3	4.0
	1	0.946	0.926	0.972	1.037	1.088	1.098	1.081	1.052	0.978	0.987	1.017	101.7	6.1
	5	4.743	4.545	4.845	4.858	5.025	5.171	5.084	4.951	5.040	4.622	4.888	97.8	4.2
镍 (Ni)	0.5	0.470	0.474	0.476	0.471	0.439	0.484	0.454	0.483	0.502	0.485	0.474	94.8	3.7
	1	0.925	0.916	0.960	1.034	1.071	1.067	1.081	1.039	0.951	0.983	1.003	100.3	6.3
	5	4.718	4.524	4.810	4.867	4.977	5.145	5.045	4.929	5.012	4.588	4.862	97.2	4.2
铜 (Cu)	0.5	0.467	0.462	0.471	0.454	0.443	0.472	0.445	0.477	0.488	0.466	0.465	92.9	3.0
	1	0.911	0.903	0.968	1.030	1.079	1.071	1.059	1.029	0.947	0.959	0.996	99.6	6.6
	5	4.726	4.504	4.854	4.888	5.017	5.132	5.045	4.893	5.021	4.586	4.867	97.3	4.2
砷 (As)	0.5	0.462	0.437	0.472	0.449	0.435	0.475	0.447	0.469	0.491	0.467	0.460	92.1	3.9
	1	0.891	0.872	0.930	0.974	1.034	1.025	1.059	1.021	0.941	0.935	0.968	96.8	6.6
	5	4.628	4.440	4.722	4.728	4.777	4.890	4.877	4.784	4.902	4.393	4.714	94.3	3.8
硒 (Se)	0.5	0.493	0.467	0.499	0.420	0.438	0.570	0.444	0.452	0.504	0.456	0.474	94.9	9.2
	1	0.832	0.850	0.903	1.051	0.947	0.981	0.982	0.973	0.921	0.937	0.938	93.8	7.0

	5	4.495	4.266	4.812	4.465	4.759	4.492	4.619	4.744	4.642	4.288	4.558	91.2	4.2
银 (Ag)	0.5	0.487	0.481	0.497	0.469	0.448	0.477	0.424	0.461	0.463	0.454	0.466	93.2	4.5
	1	0.929	0.933	0.964	1.004	1.066	1.042	1.025	0.972	0.915	0.900	0.975	97.5	5.9
	5	4.728	4.524	4.993	4.818	4.968	5.130	4.913	4.835	4.866	4.536	4.831	96.6	4.0
镉 (Cd)	0.5	0.451	0.454	0.466	0.460	0.430	0.472	0.441	0.472	0.475	0.465	0.459	91.7	3.2
	1	0.881	0.886	0.926	0.994	1.032	1.025	1.004	0.995	0.924	0.945	0.961	96.1	5.8
	5	4.630	4.415	4.731	4.728	4.838	4.958	4.855	4.770	4.863	4.494	4.728	94.6	3.6
锡 (Sn)	0.5	0.478	0.466	0.466	0.471	0.428	0.466	0.452	0.484	0.491	0.475	0.468	93.5	3.8
	1	0.917	0.921	0.958	1.026	1.071	1.082	1.073	1.045	0.964	0.975	1.003	100.3	6.3
	5	4.714	4.488	4.824	4.849	5.029	5.134	5.074	4.934	4.946	4.608	4.860	97.2	4.3
锑 (Sb)	0.5	0.459	0.459	0.465	0.464	0.436	0.478	0.443	0.479	0.480	0.479	0.464	92.8	3.4
	1	0.901	0.900	0.945	1.004	1.048	1.051	1.054	1.018	0.942	0.938	0.980	98.0	6.3
	5	4.675	4.443	4.761	4.776	4.929	5.055	4.952	4.798	4.868	4.538	4.780	95.6	3.9
钡 (Ba)	0.5	0.459	0.444	0.445	0.449	0.429	0.492	0.449	0.473	0.473	0.492	0.461	92.1	4.6
	1	0.914	0.890	0.897	1.000	1.047	1.060	1.056	0.991	0.965	0.945	0.977	97.7	6.6
	5	4.656	4.456	4.768	4.796	5.055	5.139	5.007	4.890	4.985	4.652	4.840	96.8	4.4
汞 (Hg)	0.05	0.0453	0.0460	0.0532	0.0460	0.0545	0.0530	0.0549	0.0480	0.0516	0.0470	0.0500	99.9	7.7
	0.1	0.0893	0.0900	0.0949	0.1000	0.1071	0.1010	0.1035	0.0970	0.0935	0.0930	0.0969	96.9	6.1
	0.5	0.461	0.446	0.467	0.404	0.411	0.439	0.420	0.438	0.423	0.420	0.433	86.6	4.9
铅 (Pb)	0.5	0.464	0.463	0.468	0.465	0.435	0.481	0.448	0.478	0.489	0.479	0.467	93.4	3.5
	1	0.908	0.909	0.952	1.011	1.065	1.057	1.058	1.027	0.955	0.961	0.990	99.0	6.1
	5	4.721	4.487	4.829	4.829	5.010	5.097	5.003	4.890	4.987	4.590	4.844	96.9	4.1

固色剂验证结果														
元素	添加水平/ (mg/kg)	测定值/(mg/kg)										平均值 (mg/kg)	平均回收率/%	相对标准偏差 (RSD)/%
		重庆海关技术中心		成都海关技术中心		宁波海关技术中心		深圳海关工业品检测技术中心		长春海关技术中心				
		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2			
铬 (Cr)	0.5	0.482	0.515	0.482	0.482	0.456	0.472	0.494	0.502	0.487	0.510	0.488	97.6	3.6
	1	0.943	0.967	1.004	1.008	1.005	0.965	0.974	0.960	1.002	0.969	0.980	98.0	2.4
	5	4.826	4.810	5.259	5.355	5.335	5.172	5.117	4.903	4.822	4.888	5.049	101.0	4.4
钴 (Co)	0.5	0.501	0.529	0.488	0.489	0.464	0.475	0.498	0.510	0.493	0.534	0.498	99.6	4.4
	1	0.945	0.979	1.006	0.994	1.025	0.956	0.984	0.949	1.001	0.975	0.981	98.1	2.7
	5	4.883	4.863	5.232	5.350	5.299	5.107	5.138	4.867	4.787	4.889	5.042	100.8	4.1
镍 (Ni)	0.5	0.503	0.517	0.478	0.480	0.458	0.483	0.496	0.506	0.483	0.521	0.493	98.5	4.0
	1	0.933	0.973	1.006	0.999	1.012	0.945	0.956	0.949	0.989	0.977	0.974	97.4	2.8
	5	4.882	4.846	5.182	5.337	5.262	5.111	5.065	4.809	4.767	4.867	5.013	100.3	4.1
铜 (Cu)	0.5	0.480	0.510	0.463	0.472	0.445	0.466	0.483	0.495	0.489	0.506	0.481	96.2	4.2
	1	0.941	0.964	1.006	0.980	1.005	0.933	0.960	0.943	0.986	0.959	0.968	96.8	2.7
	5	4.886	4.859	5.202	5.279	5.254	5.086	5.051	4.826	4.724	4.806	4.997	99.9	4.1
砷 (As)	0.5	0.471	0.511	0.458	0.471	0.445	0.458	0.486	0.502	0.480	0.508	0.479	95.8	4.7
	1	0.908	0.964	0.964	0.977	0.959	0.933	0.932	0.910	0.964	0.891	0.940	94.0	3.2
	5	4.755	4.715	4.954	5.000	5.106	4.857	4.949	4.669	4.658	4.670	4.833	96.7	3.3
硒 (Se)	0.5	0.434	0.456	0.442	0.505	0.471	0.498	0.496	0.473	0.517	0.471	0.476	95.3	5.8
	1	0.919	0.912	1.035	0.906	0.922	0.884	0.964	0.867	0.925	0.857	0.919	91.9	5.6
	5	4.650	4.775	4.805	4.829	5.063	4.640	4.806	4.439	4.302	4.530	4.684	93.7	4.7

银 (Ag)	0.5	0.520	0.529	0.464	0.464	0.440	0.458	0.458	0.454	0.456	0.470	0.471	94.3	6.2
	1	0.949	0.979	0.965	0.952	0.977	0.917	0.895	0.881	0.925	0.909	0.935	93.5	3.7
	5	4.893	4.821	5.055	5.208	5.233	5.097	4.940	4.729	4.600	4.725	4.930	98.6	4.4
镉 (Cd)	0.5	0.477	0.499	0.476	0.469	0.449	0.464	0.485	0.486	0.473	0.494	0.477	95.4	3.1
	1	0.907	0.923	0.963	0.973	0.983	0.925	0.915	0.904	0.953	0.937	0.938	93.8	3.0
	5	4.790	4.741	5.010	5.168	5.117	4.984	4.904	4.722	4.603	4.770	4.881	97.6	3.8
锡 (Sn)	0.5	0.509	0.521	0.468	0.476	0.450	0.470	0.506	0.499	0.490	0.494	0.488	97.7	4.5
	1	0.928	0.961	0.985	0.963	0.983	0.961	0.972	0.949	0.989	0.982	0.967	96.7	2.0
	5	4.867	4.816	5.196	5.356	5.268	5.186	5.088	4.914	4.767	4.884	5.034	100.7	4.2
锑 (Sb)	0.5	0.482	0.508	0.471	0.474	0.452	0.468	0.485	0.493	0.483	0.495	0.481	96.2	3.3
	1	0.919	0.940	0.976	0.972	0.981	0.936	0.950	0.927	0.976	0.951	0.953	95.3	2.3
	5	4.812	4.789	5.057	5.195	5.207	5.027	4.987	4.794	4.668	4.772	4.931	98.6	3.8
钡 (Ba)	0.5	0.490	0.511	0.461	0.450	0.435	0.471	0.500	0.477	0.496	0.521	0.481	96.2	5.7
	1	0.912	0.963	0.981	0.972	1.010	0.937	0.949	0.939	0.995	0.937	0.960	96.0	3.2
	5	4.835	4.859	5.097	5.194	5.258	5.166	5.056	4.868	4.793	4.903	5.003	100.1	3.4
汞 (Hg)	0.05	0.0513	0.0513	0.0541	0.0524	0.0540	0.0544	0.0505	0.0486	0.0458	0.0495	0.0512	102.4	5.3
	0.1	0.0877	0.0932	0.0913	0.0910	0.0932	0.0890	0.0905	0.0874	0.0937	0.0897	0.0907	90.7	2.5
	0.5	0.469	0.471	0.401	0.406	0.434	0.419	0.442	0.422	0.410	0.427	0.430	86.0	5.7
铅 (Pb)	0.5	0.488	0.514	0.488	0.482	0.476	0.477	0.500	0.494	0.493	0.511	0.492	98.5	2.6
	1	0.927	0.952	0.991	0.984	1.005	0.952	0.968	0.937	0.983	0.960	0.966	96.6	2.6
	5	4.878	4.804	5.170	5.304	5.241	5.087	5.076	4.866	4.740	4.864	5.003	100.1	3.9

荧光增白剂验证结果														
元素	添加水平/ (mg/kg)	测定值/(mg/kg)										平均值 (mg/kg)	平均回收率/%	相对标准偏差 (RSD)/%
		重庆海关技术中心		成都海关技术中心		宁波海关技术中心		深圳海关工业品检测技术中心		长春海关技术中心				
		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2			
铬 (Cr)	0.5	0.472	0.483	0.495	0.487	0.503	0.492	0.523	0.513	0.528	0.511	0.501	100.1	3.6
	1	0.903	0.974	0.974	0.924	1.041	0.953	1.058	1.016	1.012	1.011	0.987	98.7	5.1
	5	4.631	4.412	4.697	4.991	5.179	4.807	4.967	4.646	4.898	4.761	4.799	96.0	4.6
钴 (Co)	0.5	0.480	0.490	0.501	0.503	0.513	0.496	0.523	0.512	0.541	0.524	0.508	101.7	3.6
	1	0.904	1.003	0.965	0.938	1.049	0.956	1.062	1.015	1.023	1.007	0.992	99.2	5.1
	5	4.694	4.444	4.701	4.981	5.205	4.782	4.896	4.616	4.923	4.783	4.803	96.1	4.4
镍 (Ni)	0.5	0.460	0.488	0.496	0.493	0.496	0.491	0.521	0.494	0.524	0.520	0.498	99.7	3.9
	1	0.893	0.971	0.974	0.938	1.033	0.949	1.044	1.005	1.010	1.006	0.982	98.2	4.7
	5	4.674	4.469	4.657	4.928	5.186	4.757	4.926	4.573	4.882	4.733	4.779	95.6	4.3
铜 (Cu)	0.5	0.468	0.486	0.487	0.487	0.505	0.486	0.512	0.498	0.514	0.513	0.496	99.1	3.1
	1	0.904	0.983	0.963	0.921	1.025	0.945	1.031	1.003	1.000	0.996	0.977	97.7	4.4
	5	4.679	4.478	4.686	4.985	5.230	4.786	4.923	4.565	4.884	4.695	4.791	95.8	4.6
砷 (As)	0.5	0.426	0.453	0.473	0.479	0.475	0.475	0.529	0.453	0.496	0.495	0.475	95.1	5.9
	1	0.878	0.940	0.932	0.884	0.995	0.894	1.033	0.949	0.983	0.981	0.947	94.7	5.5
	5	4.563	4.472	4.450	4.650	4.972	4.614	4.762	4.425	4.679	4.618	4.621	92.4	3.5
硒 (Se)	0.5	0.470	0.448	0.435	0.513	0.515	0.456	0.500	0.442	0.500	0.494	0.477	95.5	6.4
	1	0.864	0.963	0.892	0.953	1.075	0.939	0.929	0.972	1.013	0.925	0.953	95.3	6.3
	5	4.449	4.577	4.092	4.544	5.059	4.363	4.522	4.137	4.556	4.447	4.475	89.5	6.0

银 (Ag)	0.5	0.504	0.521	0.496	0.501	0.511	0.492	0.494	0.488	0.501	0.482	0.499	99.8	2.3
	1	0.914	1.005	0.947	0.891	0.991	0.923	0.991	0.939	0.944	0.941	0.949	94.9	3.9
	5	4.698	4.464	4.797	5.089	5.323	4.941	4.772	4.545	4.717	4.645	4.799	96.0	5.4
镉 (Cd)	0.5	0.457	0.478	0.484	0.472	0.474	0.478	0.490	0.503	0.511	0.488	0.484	96.7	3.2
	1	0.878	0.965	0.942	0.909	0.998	0.933	1.016	0.974	0.967	0.949	0.953	95.3	4.3
	5	4.576	4.410	4.519	4.758	4.980	4.590	4.697	4.434	4.681	4.586	4.623	92.5	3.6
锡 (Sn)	0.5	0.471	0.488	0.500	0.490	0.505	0.500	0.502	0.520	0.527	0.501	0.500	100.1	3.2
	1	0.898	0.983	0.963	0.923	1.030	0.954	1.063	1.020	1.008	0.985	0.983	98.3	5.1
	5	4.655	4.425	4.617	4.930	5.125	4.799	4.943	4.614	4.854	4.715	4.768	95.4	4.3
锑 (Sb)	0.5	0.463	0.472	0.477	0.478	0.502	0.489	0.513	0.504	0.513	0.500	0.491	98.2	3.6
	1	0.877	0.965	0.946	0.910	1.013	0.936	1.030	0.990	0.998	0.979	0.964	96.4	4.9
	5	4.612	4.432	4.561	4.829	5.034	4.681	4.825	4.519	4.785	4.653	4.693	93.9	3.8
钡 (Ba)	0.5	0.472	0.495	0.467	0.469	0.504	0.486	0.517	0.504	0.534	0.521	0.497	99.4	4.7
	1	0.890	0.952	0.960	0.893	0.988	0.948	1.037	0.986	1.012	1.014	0.968	96.8	5.1
	5	4.677	4.449	4.606	4.892	5.155	4.809	4.937	4.644	4.861	4.728	4.776	95.5	4.2
汞 (Hg)	0.05	0.0532	0.0528	0.0511	0.0511	0.0519	0.0496	0.0537	0.0523	0.0522	0.0495	0.0517	103.5	2.7
	0.1	0.0898	0.1046	0.0900	0.0913	0.0981	0.0926	0.0986	0.0953	0.0935	0.0967	0.0951	95.1	4.9
	0.5	0.450	0.451	0.449	0.475	0.483	0.452	0.461	0.433	0.459	0.447	0.456	91.2	3.2
铅 (Pb)	0.5	0.470	0.482	0.496	0.500	0.511	0.502	0.512	0.506	0.520	0.516	0.502	100.3	3.1
	1	0.897	0.980	0.970	0.924	1.032	0.954	1.044	1.006	1.009	0.993	0.981	98.1	4.7
	5	4.651	4.452	4.625	4.935	5.134	4.728	4.882	4.574	4.851	4.725	4.756	95.1	4.2

8 标准中如果涉及专利，应有明确的知识产权说明

标准起草人在接受标准起草任务时就曾对相关内容进行专利检索，未发现标准内容涉及专利和知识产权。另在标准起草过程征求意见（邮件、网络）未发现，也无任何单位或个人反映标准内容涉及专利和知识产权。

9 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效益等情况

染整助剂中的铅、镉、汞等重金属可通过皮肤接触或迁移进入人体，长期积累可导致神经系统损伤、器官衰竭及致癌风险。建立精准检测方法是阻断污染传递至终端纺织品的关键屏障。染整助剂中的重金属随废水排放会污染土壤及水体。通过检测管控助剂成分，可从源头减少重金属环境释放。精确的检测数据驱动企业研发低毒或无重金属助剂，推动行业环保转型。制定纺织染整助剂产品中重金属检测标准可帮助企业筛选合格原材料供应商，确保产品符合生态标准（如OEKO-TEX®认证），降低召回风险。因此，纺织染整助剂重金属检测标准的制定，是连接健康保护、法规合规、环境保护与企业责任的核心技术纽带，对构建全产业链安全体系具有不可替代的作用。

10 与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本文件与我国现行相关的法律、法规、规章等保持协调一致，没有冲突。

11 标准性质的建议说明

建议本文件为推荐性国家标准。

12 贯彻标准的要求和措施建议

建议本文件由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会负责解释、组织宣贯。

13 废止现行相关标准的建议

2017年首次发布为GB/T 34673—2017，本次为第一次修订。建议本文件发布实施后废止GB/T 34673—2017。

14 其它应予说明的事项

无。

15 主要参考文献

- [1] EC552/2009 Amending Regulation (EC) No 1907/2006 of the European Parliament and of the Council on the Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals (REACH) as regards Annex XVII.
- [2] EC/371 2002 Establishing the ecological criteria for the award of the Community eco-label to textile products and amending Decision 1999/178/EC.
- [3] Oeko-tex 100: 2025 General and Special Conditions.
- [4] CPSIA-101 Children's Products Containing Lead; Lead Paint Rule.
- [5] GB/T 18885-2020 生态纺织品技术要求
- [6] GB/T 17593.2-2007 纺织品 重金属的测定 第 2 部分: 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- [7] OEKO-TEX ECO PASSPORT Testing Methods (Edition 03.2025).
- [8] BS EN 1122:2001 Plastics. Determination of cadmium. Wet decomposition method.
- [9] EPA 3051A Microwave Assisted Acid Digestion of Sediments, Sludges, Soils, and Oils.
- [10] EPA 6010C Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry.
- [11] CPSC-CH-E1002-08 Standard Operating Procedure for Determining Lead (Pb) in Paint and Other Similar Surface Coatings.
- [12] GB/T 34673-2017 纺织染整助剂产品中 9 种重金属的测定
- [13] 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
- [14] BS EN 1122:2001 Plastics. Determination of cadmium. Wet decomposition method.
- [15] HJ 1315-2023 土壤和沉积物 19 种金属元素总量的测定 电感耦合等离子体质谱法

验证试验报告

标准名称		“纺织染整助剂产品中重金属含量的测定” (GB/T-34673-XXXX)																																																			
主持单位		传化智联股份有限公司、浙江省检验检疫科学技术研究院																																																			
测试单位		重庆海关技术中心																																																			
测试日期		2025.05.22-2025.05.30																																																			
样品名称		硬挺剂、固色剂、荧光增白剂																																																			
仪器名称		电感耦合等离子体发射光谱仪、电感耦合等离子体质谱仪																																																			
仪器型号		ICP 3200、NexION 300X																																																			
电感耦合等离子体发射光谱法	前 处 理 方 法	准确称取 0.200 g~0.250 g 试样（精确至 0.001 g）置于消解罐中，加入 4 mL 硝酸、2 mL 过氧化氢和 2 mL 氟硼酸，于（195±5）℃微波消解 20 min，将消解液转移至 25 mL 容量瓶并用水稀释至刻度，水相滤膜过滤后用电感耦合等离子体发射光谱仪测定。																																																			
	ICP-OES 分析条件	<div>a) 功率：1.2 kW； b) 等离子气流量：15 L/min； c) 辅助气流量：1.5 L/min； d) 雾化气流量：0.75 L/min； e) 仪器稳定延时：15 s； f) 进样延时：30 s； g) 泵速：15 rpm； h) 清洗时间：20 s。 i) 各元素选用波长见表 1：</div> <div>表 1 ICP-OES 法测定各元素选用波长</div> <table><tr><td>元素</td><td>砷(As)</td><td>镉(Cd)</td><td>钴(Co)</td><td>铬(Cr)</td><td>铜(Cu)</td><td>镍(Ni)</td></tr><tr><td rowspan="3">波长 (nm)</td><td>188.980</td><td>214.439</td><td>238.892</td><td>267.716</td><td>327.395</td><td>231.604</td></tr><tr><td>193.696</td><td>226.502</td><td>228.615</td><td>205.560</td><td>324.754</td><td>216.555</td></tr><tr><td>197.198</td><td>228.802</td><td>230.786</td><td>206.158</td><td>213.598</td><td>221.648</td></tr><tr><td>元素</td><td>铅(Pb)</td><td>锑(Sb)</td><td>汞(Hg)</td><td>钡(Ba)</td><td>锡(Sn)</td><td></td></tr><tr><td rowspan="3">波长 (nm)</td><td>220.353</td><td>206.834</td><td>184.887</td><td>233.527</td><td>189.925</td><td></td></tr><tr><td>182.143</td><td>217.582</td><td>194.164</td><td>455.403</td><td>235.485</td><td></td></tr><tr><td>217.000</td><td>231.146</td><td>253.625</td><td>493.408</td><td>283.998</td><td></td></tr></table>	元素	砷(As)	镉(Cd)	钴(Co)	铬(Cr)	铜(Cu)	镍(Ni)	波长 (nm)	188.980	214.439	238.892	267.716	327.395	231.604	193.696	226.502	228.615	205.560	324.754	216.555	197.198	228.802	230.786	206.158	213.598	221.648	元素	铅(Pb)	锑(Sb)	汞(Hg)	钡(Ba)	锡(Sn)		波长 (nm)	220.353	206.834	184.887	233.527	189.925		182.143	217.582	194.164	455.403	235.485		217.000	231.146	253.625	493.408	283.998
元素	砷(As)	镉(Cd)	钴(Co)	铬(Cr)	铜(Cu)	镍(Ni)																																															
波长 (nm)	188.980	214.439	238.892	267.716	327.395	231.604																																															
	193.696	226.502	228.615	205.560	324.754	216.555																																															
	197.198	228.802	230.786	206.158	213.598	221.648																																															
元素	铅(Pb)	锑(Sb)	汞(Hg)	钡(Ba)	锡(Sn)																																																
波长 (nm)	220.353	206.834	184.887	233.527	189.925																																																
	182.143	217.582	194.164	455.403	235.485																																																
	217.000	231.146	253.625	493.408	283.998																																																
电感耦合等离子体质谱	前 处 理 方 法	准确称取0.200 g~0.300 g试样（精确至0.001 g）置于消解罐中，加入5 mL硝酸和2 mL氢氟酸，于（190±5）℃微波消解30 min，消解后冷却至室温，小心打开消解罐的盖子，然后将消解罐放在赶酸仪中，不测定汞元素时于120 ℃敞口赶酸至内溶物近干，测定汞元素时于40 ℃敞口赶酸24 h，冷却至室温后，用水溶解内溶物，然后将溶液转移至50 mL容量瓶中，用水定容至50 mL。使用滤膜过滤后取上清液用电感耦合等离子体质谱仪测定。																																																			

谱法																																																																		
电感耦合等离子体质谱法	ICP-MS 分析条件	a) 射频功率: 1 500 W; b) 等离子体气流量: 15 L/min; c) 载气流量: 0.80 L/min; d) 辅助气流量: 5 μL; e) 氦气流量: 4.3 mL/min; f) 稀释气流量: 0.30 mL/min; g) 雾化室温度: 2 ℃; h) 雾化器: 高盐/同心雾化器; i) 采样锥/截取锥: 镍锥; j) 采样深度: 8.0 mm; k) 采集模式: 跳峰 (Spectrum); l) 检测方式: 自动; m) 每峰测定点数: 3; n) 重复次数: 3; o) 分析模式: 碰撞反应池; p) 待测元素选择的同位素和内标元素见表 2。																																																																
		表 2 待测元素选择的同位素和内标元素																																																																
		<table><tr><th>序号</th><th>元素</th><th>m/z</th><th>内标</th><th>序号</th><th>元素</th><th>m/z</th><th>内标</th></tr><tr><td>1</td><td>As</td><td>75</td><td>⁷²Ge</td><td>8</td><td>Sb</td><td>121</td><td>¹⁰³Rh</td></tr><tr><td>2</td><td>Cd</td><td>111</td><td>¹⁰³Rh</td><td>9</td><td>Hg</td><td>202</td><td>¹⁸⁵Re</td></tr><tr><td>3</td><td>Co</td><td>59</td><td>⁷²Ge</td><td>10</td><td>Ba</td><td>137</td><td>¹⁰³Rh</td></tr><tr><td>4</td><td>Cr</td><td>52</td><td>⁷²Ge</td><td>11</td><td>Se</td><td>78</td><td>⁷²Ge</td></tr><tr><td>5</td><td>Cu</td><td>63</td><td>⁷²Ge</td><td>12</td><td>Ag</td><td>107</td><td>¹⁰³Rh</td></tr><tr><td>6</td><td>Ni</td><td>60</td><td>⁷²Ge</td><td>13</td><td>Sn</td><td>118</td><td>¹⁰³Rh</td></tr><tr><td>7</td><td>Pb</td><td>208</td><td>¹⁸⁵Re</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr></table>	序号	元素	m/z	内标	序号	元素	m/z	内标	1	As	75	⁷² Ge	8	Sb	121	¹⁰³ Rh	2	Cd	111	¹⁰³ Rh	9	Hg	202	¹⁸⁵ Re	3	Co	59	⁷² Ge	10	Ba	137	¹⁰³ Rh	4	Cr	52	⁷² Ge	11	Se	78	⁷² Ge	5	Cu	63	⁷² Ge	12	Ag	107	¹⁰³ Rh	6	Ni	60	⁷² Ge	13	Sn	118	¹⁰³ Rh	7	Pb	208	¹⁸⁵ Re				
		序号	元素	m/z	内标	序号	元素	m/z	内标																																																									
		1	As	75	⁷² Ge	8	Sb	121	¹⁰³ Rh																																																									
		2	Cd	111	¹⁰³ Rh	9	Hg	202	¹⁸⁵ Re																																																									
		3	Co	59	⁷² Ge	10	Ba	137	¹⁰³ Rh																																																									
		4	Cr	52	⁷² Ge	11	Se	78	⁷² Ge																																																									
		5	Cu	63	⁷² Ge	12	Ag	107	¹⁰³ Rh																																																									
		6	Ni	60	⁷² Ge	13	Sn	118	¹⁰³ Rh																																																									
7	Pb	208	¹⁸⁵ Re																																																															
硬挺剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果																																																																		
待测元素	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)																																																												
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)																																																													
砷(As)	3	2.90	96.7	3.33	111.0	103.9																																																												
	6	5.41	90.2	5.90	98.3	94.3																																																												
	30	29.55	98.5	29.44	98.1	98.3																																																												
钡(Ba)	5	5.08	101.6	5.04	100.8	101.2																																																												
	10	9.57	95.7	9.93	99.3	97.5																																																												
	50	48.37	96.7	48.04	96.1	96.4																																																												
镉(Cd)	5	5.11	102.2	5.07	101.4	101.8																																																												
	10	9.45	94.5	9.75	97.5	96.0																																																												
	50	48.34	96.7	47.11	94.2	95.5																																																												

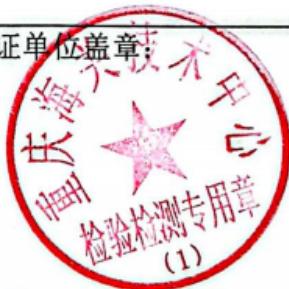
钴(Co)	3	2.99	99.7	3.05	101.7	100.7
	6	5.63	93.8	5.65	94.2	94.0
	30	29.24	97.5	29.08	96.9	97.2
铬(Cr)	5	5.35	107.0	5.34	106.8	106.9
	10	9.92	99.2	10.26	102.6	100.9
	50	50.19	100.4	49.69	99.4	99.9
铜(Cu)	10	9.77	97.7	10.13	101.3	99.5
	20	21.08	105.4	21.05	105.3	105.4
	100	102.2	102.2	101.7	101.7	102.0
汞(Hg)	5	5.39	107.8	5.37	107.4	107.6
	10	9.99	99.9	10.91	109.1	104.5
	50	51.14	102.3	50.93	101.9	102.1
镍(Ni)	5	5.09	101.8	5.07	101.4	101.6
	10	9.40	94.0	9.75	97.5	95.8
	50	48.19	96.4	47.77	95.5	96.0
铅(Pb)	10	9.41	94.1	9.39	93.9	94.0
	20	17.54	87.7	17.70	88.5	88.1
	100	93.17	93.2	92.89	92.9	93.1
锑(Sb)	5	4.33	86.6	4.96	99.2	92.9
	10	9.80	98.0	9.63	96.3	97.2
	50	47.12	94.2	47.56	95.1	94.7
锡(Sn)	5	4.74	94.8	4.68	93.6	94.2
	10	9.71	97.1	9.83	98.3	97.7
	50	48.45	96.9	48.19	96.4	96.7
固色剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
砷(As)	3	3.83	127.7	3.34	111.3	119.5
	6	5.93	98.8	6.21	103.5	101.2
	30	29.19	97.3	28.56	95.2	96.3
钡(Ba)	5	4.64	92.8	4.71	94.2	93.5
	10	9.10	91.0	9.09	90.9	91.0
	50	46.06	92.1	46.50	93.0	92.6
镉(Cd)	5	4.81	96.2	4.90	98.0	97.1
	10	9.33	93.3	9.27	92.7	93.0
	50	47.63	95.3	47.82	95.6	95.5
钴(Co)	3	2.82	94.0	2.84	94.7	94.4
	6	5.65	94.2	5.59	93.2	93.7
	30	27.73	92.4	27.85	92.8	92.6

铬(Cr)	5	5.16	103.2	5.27	105.4	104.3
	10	9.75	97.5	9.79	97.9	97.7
	50	49.26	98.5	49.81	99.6	99.1
铜(Cu)	10	9.46	94.6	9.40	94.0	94.3
	20	19.15	95.8	19.32	96.6	96.2
	100	96.36	96.4	95.49	95.5	96.0
汞(Hg)	5	4.25	85.0	3.93	78.6	81.8
	10	8.25	82.5	8.14	81.4	82.0
	50	45.14	90.3	46.28	92.6	91.5
镍(Ni)	5	4.78	95.6	4.84	96.8	96.2
	10	9.05	90.5	9.13	91.3	90.9
	50	46.35	92.7	46.74	93.5	93.1
铅(Pb)	10	9.24	92.4	9.24	92.4	92.4
	20	21.03	105.2	20.69	103.5	104.4
	100	87.92	87.9	87.88	87.9	87.9
锑(Sb)	5	5.04	100.8	4.84	96.8	98.8
	10	9.10	91.0	8.57	85.7	88.4
	50	46.98	94.0	48.31	96.6	95.3
锡(Sn)	5	5.13	102.6	5.06	101.2	101.9
	10	9.49	94.9	9.04	90.4	92.7
	50	47.47	94.9	47.86	95.7	95.3
荧光增白剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
砷(As)	3	3.42	114.0	3.41	113.7	113.9
	6	6.22	103.7	6.22	103.7	103.7
	30	30.06	100.2	28.79	96.0	98.1
钡(Ba)	5	4.81	96.2	4.83	96.6	96.4
	10	9.38	93.8	9.45	94.5	94.2
	50	48.06	96.1	48.37	96.7	96.4
镉(Cd)	5	4.92	98.4	4.92	98.4	98.4
	10	9.45	94.5	9.49	94.9	94.7
	50	49.08	98.2	49.01	98.0	98.1
钴(Co)	3	2.86	95.3	2.82	94.0	94.7
	6	6.06	101.0	6.00	100.0	100.5
	30	29.53	98.4	28.78	95.9	97.2
铬(Cr)	5	5.17	103.4	5.19	103.8	103.6
	10	10.35	103.5	10.39	103.9	103.7
	50	50.90	101.8	51.17	102.3	102.1

铜(Cu)	10	10.45	104.5	10.50	105.0	104.8
	20	20.60	103.0	20.78	103.9	103.5
	100	100.4	100.4	101.0	101.0	100.7
汞(Hg)	5	4.00	80.0	4.06	81.2	80.6
	10	8.65	86.5	9.61	96.1	91.3
	50	47.61	95.2	51.71	103.4	99.3
镍(Ni)	5	4.81	96.2	4.88	97.6	96.9
	10	9.30	93.0	9.33	93.3	93.2
	50	48.57	97.1	48.67	97.3	97.2
铅(Pb)	10	9.35	93.5	10.46	104.6	99.1
	20	16.99	85.0	17.40	87.0	86.0
	100	91.25	91.3	93.06	93.1	92.2
锑(Sb)	5	5.08	101.6	4.70	94.0	97.8
	10	9.77	97.7	9.17	91.7	94.7
	50	48.52	97.0	49.82	99.6	98.3
锡(Sn)	5	4.73	94.6	4.82	96.4	95.5
	10	9.06	90.6	9.08	90.8	90.7
	50	48.25	96.5	49.11	98.2	97.4
硬挺剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测元素	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.482	96.4	0.466	93.2	94.8
	1.0	0.918	91.8	0.925	92.5	92.2
	5.0	4.742	94.8	4.495	89.9	92.4
钴(Co)	0.5	0.474	94.8	0.477	95.4	95.1
	1.0	0.946	94.6	0.926	92.6	93.6
	5.0	4.743	94.9	4.545	90.9	92.9
镍(Ni)	0.5	0.470	94.0	0.474	94.8	94.4
	1.0	0.925	92.5	0.916	91.6	92.1
	5.0	4.718	94.4	4.524	90.5	92.5
铜(Cu)	0.5	0.467	93.4	0.462	92.4	92.9
	1.0	0.911	91.1	0.903	90.3	90.7
	5.0	4.726	94.5	4.504	90.1	92.3
砷(As)	0.5	0.462	92.4	0.437	87.4	89.9
	1.0	0.891	89.1	0.872	87.2	88.2
	5.0	4.628	92.6	4.440	88.8	90.7
硒(Se)	0.5	0.493	98.6	0.467	93.4	96.0
	1.0	0.832	83.2	0.850	85.0	84.1
	5.0	4.495	89.9	4.266	85.3	87.6

银(Ag)	0.5	0.487	97.4	0.481	96.2	96.8
	1.0	0.929	92.9	0.933	93.3	93.1
	5.0	4.728	94.6	4.524	90.5	92.6
镉(Cd)	0.5	0.451	90.2	0.454	90.8	90.5
	1.0	0.881	88.1	0.886	88.6	88.4
	5.0	4.630	92.6	4.415	88.3	90.5
锡(Sn)	0.5	0.478	95.6	0.466	93.2	94.4
	1.0	0.917	91.7	0.921	92.1	91.9
	5.0	4.714	94.3	4.488	89.8	92.1
锑(Sb)	0.5	0.459	91.8	0.459	91.8	91.8
	1.0	0.901	90.1	0.900	90.0	90.1
	5.0	4.675	93.5	4.443	88.9	91.2
钡(Ba)	0.5	0.459	91.8	0.444	88.8	90.3
	1.0	0.914	91.4	0.890	89.0	90.2
	5.0	4.656	93.1	4.456	89.1	91.1
汞(Hg)	0.05	0.0453	90.6	0.046	92.0	91.3
	0.1	0.0893	89.3	0.090	90.0	89.7
	0.5	0.4614	92.3	0.446	89.2	90.8
铅(Pb)	0.5	0.464	92.8	0.463	92.6	92.7
	1.0	0.908	90.8	0.909	90.9	90.9
	5.0	4.721	94.4	4.487	89.7	92.1
固色剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.482	96.4	0.515	103.0	99.7
	1.0	0.943	94.3	0.967	96.7	95.5
	5.0	4.826	96.5	4.810	96.2	96.4
钴(Co)	0.5	0.501	100.2	0.529	105.8	103.0
	1.0	0.945	94.5	0.979	97.9	96.2
	5.0	4.883	97.7	4.863	97.3	97.5
镍(Ni)	0.5	0.503	100.6	0.517	103.4	102.0
	1.0	0.933	93.3	0.973	97.3	95.3
	5.0	4.882	97.6	4.846	96.9	97.3
铜(Cu)	0.5	0.480	96.0	0.510	102.0	99.0
	1.0	0.941	94.1	0.964	96.4	95.3
	5.0	4.886	97.7	4.859	97.2	97.5
砷(As)	0.5	0.471	94.2	0.511	102.2	98.2
	1.0	0.908	90.8	0.964	96.4	93.6
	5.0	4.755	95.1	4.715	94.3	94.7

硒(Se)	0.5	0.434	86.8	0.456	91.2	89.0
	1.0	0.919	91.9	0.912	91.2	91.6
	5.0	4.650	93.0	4.775	95.5	94.3
银(Ag)	0.5	0.520	104.0	0.529	105.8	104.9
	1.0	0.949	94.9	0.979	97.9	96.4
	5.0	4.893	97.9	4.821	96.4	97.2
镉(Cd)	0.5	0.477	95.4	0.499	99.8	97.6
	1.0	0.907	90.7	0.923	92.3	91.5
	5.0	4.790	95.8	4.741	94.8	95.3
锡(Sn)	0.5	0.509	101.8	0.521	104.2	103.0
	1.0	0.928	92.8	0.961	96.1	94.5
	5.0	4.867	97.3	4.816	96.3	96.8
锑(Sb)	0.5	0.482	96.4	0.508	101.6	99.0
	1.0	0.919	91.9	0.940	94.0	93.0
	5.0	4.812	96.2	4.789	95.8	96.0
钡(Ba)	0.5	0.490	98.0	0.511	102.2	100.1
	1.0	0.912	91.2	0.963	96.3	93.8
	5.0	4.835	96.7	4.859	97.2	97.0
汞(Hg)	0.05	0.0513	102.6	0.0513	102.6	102.6
	0.1	0.0877	87.7	0.0932	93.2	90.5
	0.5	0.4685	93.7	0.4713	94.3	94.0
铅(Pb)	0.5	0.488	97.6	0.514	102.8	100.2
	1.0	0.927	92.7	0.952	95.2	94.0
	5.0	4.878	97.6	4.804	96.1	96.9
荧光增白剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.472	94.4	0.483	96.6	95.5
	1.0	0.903	90.3	0.974	97.4	93.9
	5.0	4.631	92.6	4.412	88.2	90.4
钴(Co)	0.5	0.480	96.0	0.490	98.0	97.0
	1.0	0.904	90.4	1.003	100.3	95.4
	5.0	4.694	93.9	4.444	88.9	91.4
镍(Ni)	0.5	0.460	92.0	0.488	97.6	94.8
	1.0	0.893	89.3	0.971	97.1	93.2
	5.0	4.674	93.5	4.469	89.4	91.5
铜(Cu)	0.5	0.468	93.6	0.486	97.2	95.4
	1.0	0.904	90.4	0.983	98.3	94.4
	5.0	4.679	93.6	4.478	89.6	91.6

砷(As)	0.5	0.426	85.2	0.453	90.6	87.9
	1.0	0.878	87.8	0.940	94.0	90.9
	5.0	4.563	91.3	4.472	89.4	90.4
硒(Se)	0.5	0.470	94.0	0.448	89.6	91.8
	1.0	0.864	86.4	0.963	96.3	91.4
	5.0	4.449	89.0	4.577	91.5	90.3
银(Ag)	0.5	0.504	100.8	0.521	104.2	102.5
	1.0	0.914	91.4	1.005	100.5	96.0
	5.0	4.698	94.0	4.464	89.3	91.7
镉(Cd)	0.5	0.457	91.4	0.478	95.6	93.5
	1.0	0.878	87.8	0.965	96.5	92.2
	5.0	4.576	91.5	4.410	88.2	89.9
锡(Sn)	0.5	0.471	94.2	0.488	97.6	95.9
	1.0	0.898	89.8	0.983	98.3	94.1
	5.0	4.655	93.1	4.425	88.5	90.8
锑(Sb)	0.5	0.463	92.6	0.472	94.4	93.5
	1.0	0.877	87.7	0.965	96.5	92.1
	5.0	4.612	92.2	4.432	88.6	90.4
钡(Ba)	0.5	0.472	94.4	0.495	99.0	96.7
	1.0	0.890	89.0	0.952	95.2	92.1
	5.0	4.677	93.5	4.449	89.0	91.3
汞(Hg)	0.05	0.0532	106.4	0.0528	105.6	106.0
	0.1	0.0898	89.8	0.1046	104.6	97.2
	0.5	0.4500	90.0	0.4505	90.1	90.1
铅(Pb)	0.5	0.470	94.0	0.482	96.4	95.2
	1.0	0.897	89.7	0.980	98.0	93.9
	5.0	4.651	93.0	4.452	89.0	91.0
异常现象	无					
评定意见	该方法操作简单、重现性好。					
备注	无					
验证人: 申d明玉			验证单位盖章:			
						

附件二：成都海关技术中心 验证报告

验证试验报告

标准名称		“纺织染整助剂产品中重金属含量的测定” (GB/T 34673-XXXX)																																																	
主持单位		传化智联股份有限公司、浙江省检验检疫科学技术研究院																																																	
测试单位		成都海关技术中心																																																	
测试日期		2025.05.22-2025.05.30																																																	
样品名称		硬挺剂、固色剂、荧光增白剂																																																	
仪器名称		电感耦合等离子体发射光谱仪、电感耦合等离子体质谱仪																																																	
仪器型号		Agilent 720-ES、Agilent 7850																																																	
电感耦合等离子体发射光谱法	前处理方法	准确称取 0.200 g~0.250 g 试样（精确至 0.001 g）置于消解罐中，加入 4 mL 硝酸、2 mL 过氧化氢和 2 mL 氟硼酸，于（195±5）℃微波消解 20 min，将消解液转移至 25 mL 容量瓶并用水稀释至刻度，水相滤膜过滤后用电感耦合等离子体发射光谱仪测定。																																																	
	ICP-OES 分析条件	<p>a) 功率：1.2 kW； b) 等离子气流量：15 L/min； c) 辅助气流量：1.5 L/min； d) 雾化气流量：0.75 L/min； e) 仪器稳定延时：15 s； f) 进样延时：30 s； g) 泵速：15 rpm； h) 清洗时间：20 s。 i) 各元素选用波长见表 1：</p> <p>表 1 ICP-OES 法测定各元素选用波长</p> <table><tr><td>元素</td><td>砷(As)</td><td>镉(Cd)</td><td>钴(Co)</td><td>铬(Cr)</td><td>铜(Cu)</td><td>镍(Ni)</td></tr><tr><td rowspan="3">波长 (nm)</td><td>188.980</td><td>214.439</td><td>238.892</td><td>267.716</td><td>327.395</td><td>231.604</td></tr><tr><td>193.696</td><td>226.502</td><td>228.615</td><td>205.560</td><td>324.754</td><td>216.555</td></tr><tr><td>197.198</td><td>228.802</td><td>230.786</td><td>206.158</td><td>213.598</td><td>221.648</td></tr><tr><td>元素</td><td>铅(Pb)</td><td>铈(Sb)</td><td>汞(Hg)</td><td>钡(Ba)</td><td>锡(Sn)</td><td>/</td></tr><tr><td rowspan="3">波长 (nm)</td><td>220.353</td><td>206.834</td><td>184.887</td><td>233.527</td><td>189.925</td><td rowspan="3">/</td></tr><tr><td>182.143</td><td>217.582</td><td>194.164</td><td>455.403</td><td>235.485</td></tr><tr><td>217.000</td><td>231.146</td><td>253.625</td><td>493.408</td><td>283.998</td></tr></table>	元素	砷(As)	镉(Cd)	钴(Co)	铬(Cr)	铜(Cu)	镍(Ni)	波长 (nm)	188.980	214.439	238.892	267.716	327.395	231.604	193.696	226.502	228.615	205.560	324.754	216.555	197.198	228.802	230.786	206.158	213.598	221.648	元素	铅(Pb)	铈(Sb)	汞(Hg)	钡(Ba)	锡(Sn)	/	波长 (nm)	220.353	206.834	184.887	233.527	189.925	/	182.143	217.582	194.164	455.403	235.485	217.000	231.146	253.625	493.408
元素	砷(As)	镉(Cd)	钴(Co)	铬(Cr)	铜(Cu)	镍(Ni)																																													
波长 (nm)	188.980	214.439	238.892	267.716	327.395	231.604																																													
	193.696	226.502	228.615	205.560	324.754	216.555																																													
	197.198	228.802	230.786	206.158	213.598	221.648																																													
元素	铅(Pb)	铈(Sb)	汞(Hg)	钡(Ba)	锡(Sn)	/																																													
波长 (nm)	220.353	206.834	184.887	233.527	189.925	/																																													
	182.143	217.582	194.164	455.403	235.485																																														
	217.000	231.146	253.625	493.408	283.998																																														
电感耦合等离子体质谱法	前处理方法	准确称取 0.200 g~0.300 g 试样（精确至 0.001 g）置于消解罐中，加入 5 mL 硝酸和 2 mL 氢氟酸，于（190±5）℃微波消解 30 min，消解后冷却至室温，小心打开消解罐的盖子，然后将消解罐放在赶酸仪中，不测定汞元素时于 120℃敞口赶酸至内溶物近干，测定汞元素时于 40℃敞口赶酸 24 h，冷却至室温后，用水溶解内溶物，然后将溶液转移至 50 mL 容量瓶中，用水定容至 50 mL。使用滤膜过滤后取上清液用电感耦合等离子体质谱仪测定。																																																	

电感耦合
等离子体
质谱法

ICP-MS
分析条件

- a) 射频功率: 1 500 W;
- b) 等离子体气流量: 15 L/min;
- c) 载气流量: 0.80 L/min;
- d) 辅助气流量: 5 μ L;
- e) 氦气流量: 4.3 mL/min;
- f) 稀释气流量: 0.30 mL/min;
- g) 雾化室温度: 2 $^{\circ}$ C;
- h) 雾化器: 高盐/同心雾化器;
- i) 采样锥/截取锥: 镍锥;
- j) 采样深度: 8.0 mm;
- k) 采集模式: 跳峰 (Spectrum);
- l) 检测方式: 自动;
- m) 每峰测定点数: 3;
- n) 重复次数: 3;
- o) 分析模式: 碰撞反应池;
- p) 待测元素选择的同位素和内标元素见表 2。

表 2 待测元素选择的同位素和内标元素

序号	元素	<i>m/z</i>	内标	序号	元素	<i>m/z</i>	内标
1	As	75	⁷² Ge	8	Sb	121	¹⁰³ Rh
2	Cd	111	¹⁰³ Rh	9	Hg	202	¹⁸⁵ Re
3	Co	59	⁷² Ge	10	Ba	137	¹⁰³ Rh
4	Cr	52	⁷² Ge	11	Se	78	⁷² Ge
5	Cu	63	⁷² Ge	12	Ag	107	¹⁰³ Rh
6	Ni	60	⁷² Ge	13	Sn	118	¹⁰³ Rh
7	Pb	208	¹⁸⁵ Re				

硬挺剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果

待测元素	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
砷(As)	3	3.12	104.0	3.25	108.3	106.2
	6	5.49	91.5	5.46	91.0	91.3
	30	28.78	95.9	28.60	95.3	95.6
钡(Ba)	5	5.06	101.2	5.04	100.8	101.0
	10	10.06	100.6	10.28	102.8	101.7
	50	47.85	95.7	48.83	97.7	96.7
镉(Cd)	5	4.97	99.4	4.94	98.8	99.1
	10	9.48	94.8	9.73	97.3	96.1
	50	45.99	92.0	46.34	92.7	92.4
钴(Co)	3	3.03	101.0	3.08	102.7	101.9
	6	5.55	92.5	5.71	95.2	93.9
	30	28.96	96.5	29.14	97.1	96.8

铬(Cr)	5	5.34	106.8	5.32	106.4	106.6
	10	10.24	102.4	10.47	104.7	103.6
	50	48.88	97.8	49.58	99.2	98.5
铜(Cu)	10	10.22	102.2	10.42	104.2	103.2
	20	21.48	107.4	21.40	107.0	107.2
	100	100.71	100.7	102.08	102.1	101.4
汞(Hg)	5	4.62	92.4	4.41	88.2	90.3
	10	9.37	93.7	9.41	94.1	93.9
	50	50.21	100.4	50.99	102.0	101.2
镍(Ni)	5	4.98	99.6	4.91	98.2	98.9
	10	9.71	97.1	9.78	97.8	97.5
	50	46.74	93.5	46.95	93.9	93.7
铅(Pb)	10	10.74	107.4	10.77	107.7	107.6
	20	17.06	85.3	16.73	83.7	84.5
	100	88.61	88.6	89.36	89.4	89.0
铟(Sb)	5	4.56	91.2	4.31	86.2	88.7
	10	9.52	95.2	10.12	101.2	98.2
	50	45.22	90.4	45.86	91.7	91.1
锡(Sn)	5	4.24	84.8	4.00	80.0	82.4
	10	9.59	95.9	9.68	96.8	96.4
	50	47.02	94.0	47.47	94.9	94.5
固色剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
砷(As)	3	3.26	108.7	3.56	118.7	113.7
	6	5.89	98.2	6.05	100.8	99.5
	30	28.76	95.9	28.38	94.6	95.3
钡(Ba)	5	4.85	97.0	4.84	96.8	96.9
	10	9.51	95.1	9.63	96.3	95.7
	50	47.66	95.3	48.15	96.3	95.8
镉(Cd)	5	4.72	94.4	4.73	94.6	94.5
	10	9.16	91.6	9.26	92.6	92.1
	50	45.03	90.1	46.74	93.5	91.8
钴(Co)	3	2.85	95.0	2.87	95.7	95.4
	6	5.59	93.2	5.71	95.2	94.2
	30	28.28	94.3	28.11	93.7	94.0
铬(Cr)	5	5.36	107.2	5.34	106.8	107.0
	10	9.98	99.8	10.06	100.6	100.2
	50	49.83	99.7	50.45	100.9	100.3

铜(Cu)	10	9.77	97.7	9.76	97.6	97.7
	20	20.43	102.2	20.54	102.7	102.5
	100	98.80	98.8	98.42	98.4	98.6
汞(Hg)	5	4.41	88.2	4.28	85.6	86.9
	10	9.04	90.4	9.31	93.1	91.8
	50	48.44	96.9	49.14	98.3	97.6
镍(Ni)	5	4.80	96.0	4.77	95.4	95.7
	10	9.10	91.0	9.29	92.9	92.0
	50	46.31	92.6	46.77	93.5	93.1
铅(Pb)	10	10.88	108.8	9.53	95.3	102.1
	20	21.08	105.4	21.19	106.0	105.7
	100	87.03	87.0	87.14	87.1	87.1
锑(Sb)	5	4.81	96.2	4.78	95.6	95.9
	10	9.26	92.6	9.37	93.7	93.2
	50	46.99	94.0	47.24	94.5	94.3
锡(Sn)	5	4.66	93.2	4.34	86.8	90.0
	10	8.89	88.9	8.95	89.5	89.2
	50	46.84	93.7	47.79	95.6	94.7
荧光增白剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
砷(As)	3	2.77	92.3	2.70	90.0	91.2
	6	5.96	99.3	5.83	97.2	98.3
	30	29.74	99.1	29.41	98.0	98.6
钡(Ba)	5	4.92	98.4	4.95	99.0	98.7
	10	9.65	96.5	9.71	97.1	96.8
	50	50.13	100.3	49.89	99.8	100.1
镉(Cd)	5	4.74	94.8	4.76	95.2	95.0
	10	9.17	91.7	9.21	92.1	91.9
	50	47.52	95.0	47.78	95.6	95.3
钴(Co)	3	2.77	92.3	2.84	94.7	93.5
	6	5.99	99.8	6.05	100.8	100.3
	30	29.86	99.5	29.63	98.8	99.2
铬(Cr)	5	5.21	104.2	5.22	104.4	104.3
	10	10.36	103.6	10.42	104.2	103.9
	50	51.43	102.9	51.33	102.7	102.8
铜(Cu)	10	10.71	107.1	10.78	107.8	107.5
	20	20.80	104.0	20.84	104.2	104.1
	100	101.63	101.6	103.29	103.3	102.5

汞(Hg)	5	4.44	88.8	4.09	81.8	85.3
	10	7.50	75.0	8.68	86.8	80.9
	50	51.00	102.0	52.92	105.8	103.9
镍(Ni)	5	4.81	96.2	4.87	97.4	96.8
	10	9.21	92.1	9.30	93.0	92.6
	50	48.59	97.2	48.59	97.2	97.2
铅(Pb)	10	9.93	99.3	9.85	98.5	98.9
	20	16.54	82.7	16.09	80.5	81.6
	100	90.35	90.4	91.22	91.2	90.8
锑(Sb)	5	5.03	100.6	5.40	108.0	104.3
	10	9.71	97.1	9.38	93.8	95.5
	50	48.17	96.3	48.31	96.6	96.5
锡(Sn)	5	4.14	82.8	4.47	89.4	86.1
	10	8.77	87.7	8.59	85.9	86.8
	50	48.50	97.0	48.96	97.9	97.5
硬挺剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测元素	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.470	94.0	0.466	93.2	93.6
	1.0	0.974	97.4	1.033	103.3	100.4
	5.0	4.848	97.0	4.912	98.2	97.6
钴(Co)	0.5	0.485	97.0	0.469	93.8	95.4
	1.0	0.972	97.2	1.037	103.7	100.5
	5.0	4.845	96.9	4.858	97.2	97.1
镍(Ni)	0.5	0.476	95.2	0.471	94.2	94.7
	1.0	0.960	96.0	1.034	103.4	99.7
	5.0	4.810	96.2	4.867	97.3	96.8
铜(Cu)	0.5	0.471	94.2	0.454	90.8	92.5
	1.0	0.968	96.8	1.030	103.0	99.9
	5.0	4.854	97.1	4.888	97.8	97.5
砷(As)	0.5	0.472	94.4	0.449	89.8	92.1
	1.0	0.930	93.0	0.974	97.4	95.2
	5.0	4.722	94.4	4.728	94.6	94.5
硒(Se)	0.5	0.499	99.8	0.420	84.0	91.9
	1.0	0.903	90.3	1.051	105.1	97.7
	5.0	4.812	96.2	4.465	89.3	92.8
银(Ag)	0.5	0.497	99.4	0.469	93.8	96.6
	1.0	0.964	96.4	1.004	100.4	98.4
	5.0	4.993	99.9	4.818	96.4	98.2

镉(Cd)	0.5	0.466	93.2	0.460	92.0	92.6
	1.0	0.926	92.6	0.994	99.4	96.0
	5.0	4.731	94.6	4.728	94.6	94.6
锡(Sn)	0.5	0.466	93.2	0.471	94.2	93.7
	1.0	0.958	95.8	1.026	102.6	99.2
	5.0	4.824	96.5	4.849	97.0	96.8
锑(Sb)	0.5	0.465	93.0	0.464	92.8	92.9
	1.0	0.945	94.5	1.004	100.4	97.5
	5.0	4.761	95.2	4.776	95.5	95.4
钡(Ba)	0.5	0.445	89.0	0.449	89.8	89.4
	1.0	0.897	89.7	1.000	100.0	94.9
	5.0	4.768	95.4	4.796	95.9	95.7
汞(Hg)	0.05	0.0532	106.4	0.046	92.0	99.2
	0.1	0.0949	94.9	0.100	100.0	97.5
	0.5	0.4673	93.5	0.404	80.8	87.2
铅(Pb)	0.5	0.468	93.6	0.465	93.0	93.3
	1.0	0.952	95.2	1.011	101.1	98.2
	5.0	4.829	96.6	4.829	96.6	96.6
固色剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.482	96.4	0.482	96.4	96.4
	1.0	1.004	100.4	1.008	100.8	100.6
	5.0	5.259	105.2	5.355	107.1	106.2
钴(Co)	0.5	0.488	97.6	0.489	97.8	97.7
	1.0	1.006	100.6	0.994	99.4	100.0
	5.0	5.232	104.6	5.350	107.0	105.8
镍(Ni)	0.5	0.478	95.6	0.480	96.0	95.8
	1.0	1.006	100.6	0.999	99.9	100.3
	5.0	5.182	103.6	5.337	106.7	105.2
铜(Cu)	0.5	0.463	92.6	0.472	94.4	93.5
	1.0	1.006	100.6	0.980	98.0	99.3
	5.0	5.202	104.0	5.279	105.6	104.8
砷(As)	0.5	0.458	91.6	0.471	94.2	92.9
	1.0	0.964	96.4	0.977	97.7	97.1
	5.0	4.954	99.1	5.000	100.0	99.6
硒(Se)	0.5	0.442	88.4	0.505	101.0	94.7
	1.0	1.035	103.5	0.906	90.6	97.1
	5.0	4.805	96.1	4.829	96.6	96.4

银(Ag)	0.5	0.464	92.8	0.464	92.8	92.8
	1.0	0.965	96.5	0.952	95.2	95.9
	5.0	5.055	101.1	5.208	104.2	102.7
镉(Cd)	0.5	0.476	95.2	0.469	93.8	94.5
	1.0	0.963	96.3	0.973	97.3	96.8
	5.0	5.010	100.2	5.168	103.4	101.8
锡(Sn)	0.5	0.468	93.6	0.476	95.2	94.4
	1.0	0.985	98.5	0.963	96.3	97.4
	5.0	5.196	103.9	5.356	107.1	105.5
锑(Sb)	0.5	0.471	94.2	0.474	94.8	94.5
	1.0	0.976	97.6	0.972	97.2	97.4
	5.0	5.057	101.1	5.195	103.9	102.5
钡(Ba)	0.5	0.461	92.2	0.450	90.0	91.1
	1.0	0.981	98.1	0.972	97.2	97.7
	5.0	5.097	101.9	5.194	103.9	102.9
汞(Hg)	0.05	0.0541	108.2	0.0524	104.8	106.5
	0.1	0.0913	91.3	0.0910	91.0	91.2
	0.5	0.4012	80.2	0.4062	81.2	80.7
铅(Pb)	0.5	0.488	97.6	0.482	96.4	97.0
	1.0	0.991	99.1	0.984	98.4	98.8
	5.0	5.170	103.4	5.304	106.1	104.8
荧光增白剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.495	99.0	0.487	97.4	98.2
	1.0	0.974	97.4	0.924	92.4	94.9
	5.0	4.697	93.9	4.991	99.8	96.9
钴(Co)	0.5	0.501	100.2	0.503	100.6	100.4
	1.0	0.965	96.5	0.938	93.8	95.2
	5.0	4.701	94.0	4.981	99.6	96.8
镍(Ni)	0.5	0.496	99.2	0.493	98.6	98.9
	1.0	0.974	97.4	0.938	93.8	95.6
	5.0	4.657	93.1	4.928	98.6	95.9
铜(Cu)	0.5	0.487	97.4	0.487	97.4	97.4
	1.0	0.963	96.3	0.921	92.1	94.2
	5.0	4.686	93.7	4.985	99.7	96.7
砷(As)	0.5	0.473	94.6	0.479	95.8	95.2
	1.0	0.932	93.2	0.884	88.4	90.8
	5.0	4.450	89.0	4.650	93.0	91.0

硒(Se)	0.5	0.435	87.0	0.513	102.6	94.8
	1.0	0.892	89.2	0.953	95.3	92.3
	5.0	4.092	81.8	4.544	90.9	86.4
银(Ag)	0.5	0.496	99.2	0.501	100.2	99.7
	1.0	0.947	94.7	0.891	89.1	91.9
	5.0	4.797	95.9	5.089	101.8	98.9
镉(Cd)	0.5	0.484	96.8	0.472	94.4	95.6
	1.0	0.942	94.2	0.909	90.9	92.6
	5.0	4.519	90.4	4.758	95.2	92.8
锡(Sn)	0.5	0.500	100.0	0.490	98.0	99.0
	1.0	0.963	96.3	0.923	92.3	94.3
	5.0	4.617	92.3	4.930	98.6	95.5
锑(Sb)	0.5	0.477	95.4	0.478	95.6	95.5
	1.0	0.946	94.6	0.910	91.0	92.8
	5.0	4.561	91.2	4.829	96.6	93.9
钡(Ba)	0.5	0.467	93.4	0.469	93.8	93.6
	1.0	0.960	96.0	0.893	89.3	92.7
	5.0	4.606	92.1	4.892	97.8	95.0
汞(Hg)	0.05	0.0511	102.2	0.0511	102.2	102.2
	0.1	0.0900	90.0	0.0913	91.3	90.7
	0.5	0.4491	89.8	0.4748	95.0	92.4
铅(Pb)	0.5	0.496	99.2	0.500	100.0	99.6
	1.0	0.970	97.0	0.924	92.4	94.7
	5.0	4.625	92.5	4.935	98.7	95.6
异常现象	无					
评定意见	该方法操作简单、灵敏度高,能满足检测需要。					
备注	无					
验证人: 俞凌云			验证单位盖章: 			

附件三：宁波海关技术中心 验证报告

验证试验报告



标准名称		“纺织染整助剂产品中重金属含量的测定” (GB/T 34673-XXXX)																																																								
主持单位		传化智联股份有限公司、浙江省检验检疫科学技术研究院																																																								
测试单位		宁波海关技术中心																																																								
测试日期		2025.05.22-2025.05.30																																																								
样品名称		硬挺剂、固色剂、荧光增白剂																																																								
仪器名称		电感耦合等离子体发射光谱仪、电感耦合等离子体质谱仪																																																								
仪器型号		Agilent 720-ES、Agilent 7850																																																								
电感耦合等离子体发射光谱法	前处理方法	准确称取 0.200 g~0.250 g 试样（精确至 0.001 g）置于消解罐中，加入 4 mL 硝酸、2 mL 过氧化氢和 2 mL 氟硼酸，于（195±5）℃微波消解 20 min，将消解液转移至 25 mL 容量瓶并用水稀释至刻度，水相滤膜过滤后用电感耦合等离子体发射光谱仪测定。																																																								
	ICP-OES 分析条件	<div>a) 功率：1.2 kW； b) 等离子气流量：15 L/min； c) 辅助气流量：1.5 L/min； d) 雾化气流量：0.75 L/min； e) 仪器稳定延时：15 s； f) 进样延时：30 s； g) 泵速：15 rpm； h) 清洗时间：20 s。 i) 各元素选用波长见表 1：</div> <div>表 1 ICP-OES 法测定各元素选用波长</div> <table><tr><td>元素</td><td>砷(As)</td><td>镉(Cd)</td><td>钴(Co)</td><td>铬(Cr)</td><td>铜(Cu)</td><td>镍(Ni)</td></tr><tr><td rowspan="3">波长 (nm)</td><td>188.980</td><td>214.439</td><td>238.892</td><td>267.716</td><td>327.395</td><td>231.604</td></tr><tr><td>193.696</td><td>226.502</td><td>228.615</td><td>205.560</td><td>324.754</td><td>216.555</td></tr><tr><td>197.198</td><td>228.802</td><td>230.786</td><td>206.158</td><td>213.598</td><td>221.648</td></tr><tr><td>元素</td><td>铅(Pb)</td><td>铋(Sb)</td><td>汞(Hg)</td><td>钡(Ba)</td><td>锡(Sn)</td><td></td></tr><tr><td rowspan="3">波长 (nm)</td><td>220.353</td><td>206.834</td><td>184.887</td><td>233.527</td><td>189.925</td><td></td></tr><tr><td>182.143</td><td>217.582</td><td>194.164</td><td>455.403</td><td>235.485</td><td></td></tr><tr><td>217.000</td><td>231.146</td><td>253.625</td><td>493.408</td><td>283.998</td><td></td></tr></table>						元素	砷(As)	镉(Cd)	钴(Co)	铬(Cr)	铜(Cu)	镍(Ni)	波长 (nm)	188.980	214.439	238.892	267.716	327.395	231.604	193.696	226.502	228.615	205.560	324.754	216.555	197.198	228.802	230.786	206.158	213.598	221.648	元素	铅(Pb)	铋(Sb)	汞(Hg)	钡(Ba)	锡(Sn)		波长 (nm)	220.353	206.834	184.887	233.527	189.925		182.143	217.582	194.164	455.403	235.485		217.000	231.146	253.625	493.408	283.998
元素	砷(As)	镉(Cd)	钴(Co)	铬(Cr)	铜(Cu)	镍(Ni)																																																				
波长 (nm)	188.980	214.439	238.892	267.716	327.395	231.604																																																				
	193.696	226.502	228.615	205.560	324.754	216.555																																																				
	197.198	228.802	230.786	206.158	213.598	221.648																																																				
元素	铅(Pb)	铋(Sb)	汞(Hg)	钡(Ba)	锡(Sn)																																																					
波长 (nm)	220.353	206.834	184.887	233.527	189.925																																																					
	182.143	217.582	194.164	455.403	235.485																																																					
	217.000	231.146	253.625	493.408	283.998																																																					
电感耦合等离子体质谱法	前处理方法	准确称取 0.200 g~0.300 g 试样（精确至 0.001 g）置于消解罐中，加入 5 mL 硝酸和 2 mL 氢氟酸，于（190±5）℃微波消解 30 min，消解后冷却至室温，小心打开消解罐的盖子，然后将消解罐放在赶酸仪中，不测定汞元素时于 120℃敞口赶酸至内溶物近干，测定汞元素时于 40℃敞口赶酸 24 h，冷却至室温后，用水溶解内溶物，然后将溶液转移至 50 mL 容量瓶中，用水定容至 50 mL。使用滤膜过滤后取上清液用电感耦合等离子体质谱仪测定。																																																								

电感耦合等离子体质谱法	ICP-MS 分析条件	a) 射频功率：1 500 W； b) 等离子体气流量：15 L/min； c) 载气流量：0.80 L/min； d) 辅助气流量：5 μL； e) 氦气流量：4.3 mL/min； f) 稀释气流量：0.30 mL/min； g) 雾化室温度：2 ℃； h) 雾化器：高盐/同心雾化器； i) 采样锥/截取锥：镍锥； j) 采样深度：8.0 mm； k) 采集模式：跳峰（Spectrum）； l) 检测方式：自动； m) 每峰测定点数：3； n) 重复次数：3； o) 分析模式：碰撞反应池； p) 待测元素选择的同位素和内标元素见表 2。							
		表 2 待测元素选择的同位素和内标元素							
		序 号	元 素	<i>m/z</i>	内 标	序 号	元 素	<i>m/z</i>	内 标
		1	As	75	⁷² Ge	8	Sb	121	¹⁰³ Rh
		2	Cd	111	¹⁰³ Rh	9	Hg	202	¹⁸⁵ Re
		3	Co	59	⁷² Ge	10	Ba	137	¹⁰³ Rh
		4	Cr	52	⁷² Ge	11	Se	78	⁷² Ge
		5	Cu	63	⁷² Ge	12	Ag	107	¹⁰³ Rh
		6	Ni	60	⁷² Ge	13	Sn	118	¹⁰³ Rh
		7	Pb	208	¹⁸⁵ Re				
硬挺剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果									
待测元素	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)			
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)				
砷(As)	3	3.51	117.0	3.47	115.7	116.4			
	6	5.15	85.8	5.82	97.0	91.4			
	30	28.50	95.0	27.55	91.8	93.4			
钡(Ba)	5	4.94	98.8	4.94	98.8	98.8			
	10	9.70	97.0	9.81	98.1	97.6			
	50	48.10	96.2	49.05	98.1	97.2			
镉(Cd)	5	4.86	97.2	4.85	97.0	97.1			
	10	9.18	91.8	9.24	92.4	92.1			
	50	45.85	91.7	46.56	93.1	92.4			
钴(Co)	3	2.92	97.3	2.99	99.7	98.5			
	6	5.55	92.5	5.57	92.8	92.7			
	30	28.38	94.6	28.23	94.1	94.4			


铬(Cr)	5	5.20	104.0	5.21	104.2	104.1
	10	9.87	98.7	9.99	99.9	99.3
	50	49.06	98.1	49.91	99.8	99.0
铜(Cu)	10	9.76	97.6	9.89	98.9	98.3
	20	20.62	103.1	20.53	102.7	102.9
	100	102.1	102.1	102.0	102.0	102.1
汞(Hg)	5	4.53	90.6	4.73	94.6	92.6
	10	9.29	92.9	9.32	93.2	93.1
	50	51.08	102.2	52.70	105.4	103.8
镍(Ni)	5	4.95	99.0	4.91	98.2	98.6
	10	9.33	93.3	9.34	93.4	93.4
	50	47.13	94.3	47.70	95.4	94.9
铅(Pb)	10	10.53	105.3	10.40	104.0	104.7
	20	16.32	81.6	16.34	81.7	81.7
	100	90.50	90.5	90.46	90.5	90.5
锑(Sb)	5	4.16	83.2	4.37	87.4	85.3
	10	9.80	98.0	9.91	99.1	98.6
	50	46.13	92.3	46.48	93.0	92.7
锡(Sn)	5	4.03	80.6	4.00	80.0	80.3
	10	8.71	87.1	9.05	90.5	88.8
	50	47.35	94.7	48.32	96.6	95.7
固色剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
砷(As)	3	2.93	97.7	3.36	112.0	104.9
	6	5.85	97.5	5.93	98.8	98.2
	30	28.65	95.5	28.04	93.5	94.5
钡(Ba)	5	4.72	94.4	4.68	93.6	94.0
	10	9.35	93.5	9.40	94.0	93.8
	50	47.14	94.3	47.15	94.3	94.3
镉(Cd)	5	4.66	93.2	4.63	92.6	92.9
	10	9.09	90.9	9.17	91.7	91.3
	50	45.99	92.0	45.96	91.9	92.0
钴(Co)	3	2.72	90.7	2.73	91.0	90.9
	6	5.53	92.2	5.65	94.2	93.2
	30	27.60	92.0	27.47	91.6	91.8
铬(Cr)	5	5.21	104.2	5.13	102.6	103.4
	10	9.83	98.3	9.88	98.8	98.6
	50	49.00	98.0	49.23	98.5	98.3

铜(Cu)	10	9.47	94.7	9.48	94.8	94.8
	20	19.72	98.6	19.68	98.4	98.5
	100	95.81	95.8	95.80	95.8	95.8
汞(Hg)	5	5.16	103.2	4.71	94.2	98.7
	10	9.84	98.4	9.80	98.0	98.2
	50	49.54	99.1	50.22	100.4	99.8
镍(Ni)	5	4.77	95.4	4.63	92.6	94.0
	10	9.10	91.0	9.22	92.2	91.6
	50	45.69	91.4	45.85	91.7	91.6
铅(Pb)	10	10.71	107.1	10.79	107.9	107.5
	20	21.35	106.8	21.07	105.4	106.1
	100	84.94	84.9	85.37	85.4	85.2
锑(Sb)	5	5.46	109.2	4.60	92.0	100.6
	10	9.02	90.2	9.35	93.5	91.9
	50	46.32	92.6	46.06	92.1	92.4
锡(Sn)	5	4.25	85.0	4.21	84.2	84.6
	10	8.88	88.8	8.83	88.3	88.6
	50	46.88	93.8	47.32	94.6	94.2
荧光增白剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
砷(As)	3	2.58	86.0	2.86	95.3	90.7
	6	5.68	94.7	5.99	99.8	97.3
	30	28.45	94.8	28.27	94.2	94.5
钡(Ba)	5	4.81	96.2	4.93	98.6	97.4
	10	9.60	96.0	9.49	94.9	95.5
	50	49.76	99.5	49.03	98.1	98.8
镉(Cd)	5	4.67	93.4	4.73	94.6	94.0
	10	9.07	90.7	8.96	89.6	90.2
	50	47.76	95.5	46.58	93.2	94.4
钴(Co)	3	2.78	92.7	2.77	92.3	92.5
	6	5.95	99.2	6.00	100.0	99.6
	30	28.84	96.1	28.99	96.6	96.4
铬(Cr)	5	5.03	100.6	5.12	102.4	101.5
	10	10.27	102.7	10.13	101.3	102.0
	50	50.69	101.4	49.99	100.0	100.7
铜(Cu)	10	10.50	105.0	10.04	100.4	102.7
	20	20.06	100.3	20.14	100.7	100.5
	100	99.12	99.1	100.13	100.1	99.6

汞(Hg)	5	4.11	82.2	4.16	83.2	82.7
	10	8.73	87.3	7.59	75.9	81.6
	50	51.98	104.0	42.81	85.6	94.8
镍(Ni)	5	4.72	94.4	4.82	96.4	95.4
	10	9.14	91.4	9.04	90.4	90.9
	50	48.66	97.3	47.43	94.9	96.1
铅(Pb)	10	10.04	100.4	10.34	103.4	101.9
	20	16.09	80.5	15.92	79.6	80.1
	100	88.17	88.2	88.68	88.7	88.5
锑(Sb)	5	5.53	110.6	5.36	107.2	108.9
	10	9.40	94.0	9.11	91.1	92.6
	50	47.84	95.7	46.67	93.3	94.5
锡(Sn)	5	3.92	78.4	4.09	81.8	80.1
	10	8.40	84.0	8.27	82.7	83.4
	50	48.71	97.4	48.43	96.9	97.2
硬挺剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测元素	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.431	86.2	0.475	95.0	90.6
	1.0	1.071	107.1	1.084	108.4	107.8
	5.0	5.035	100.7	5.161	103.2	102.0
钴(Co)	0.5	0.446	89.2	0.499	99.8	94.5
	1.0	1.088	108.8	1.098	109.8	109.3
	5.0	5.025	100.5	5.171	103.4	102.0
镍(Ni)	0.5	0.439	87.8	0.484	96.8	92.3
	1.0	1.071	107.1	1.067	106.7	106.9
	5.0	4.977	99.5	5.145	102.9	101.2
铜(Cu)	0.5	0.443	88.6	0.472	94.4	91.5
	1.0	1.079	107.9	1.071	107.1	107.5
	5.0	5.017	100.3	5.132	102.6	101.5
砷(As)	0.5	0.435	87.0	0.475	95.0	91.0
	1.0	1.034	103.4	1.025	102.5	103.0
	5.0	4.777	95.5	4.890	97.8	96.7
硒(Se)	0.5	0.438	87.6	0.570	114.0	100.8
	1.0	0.947	94.7	0.981	98.1	96.4
	5.0	4.759	95.2	4.492	89.8	92.5
银(Ag)	0.5	0.448	89.6	0.477	95.4	92.5
	1.0	1.066	106.6	1.042	104.2	105.4
	5.0	4.968	99.4	5.130	102.6	101.0

镉(Cd)	0.5	0.430	86.0	0.472	94.4	90.2
	1.0	1.032	103.2	1.025	102.5	102.9
	5.0	4.838	96.8	4.958	99.2	98.0
锡(Sn)	0.5	0.428	85.6	0.466	93.2	89.4
	1.0	1.071	107.1	1.082	108.2	107.7
	5.0	5.029	100.6	5.134	102.7	101.7
锑(Sb)	0.5	0.436	87.2	0.478	95.6	91.4
	1.0	1.048	104.8	1.051	105.1	105.0
	5.0	4.929	98.6	5.055	101.1	99.9
钡(Ba)	0.5	0.429	85.8	0.492	98.4	92.1
	1.0	1.047	104.7	1.060	106.0	105.4
	5.0	5.055	101.1	5.139	102.8	102.0
汞(Hg)	0.05	0.0545	109.0	0.053	106.0	107.5
	0.1	0.1071	107.1	0.101	101.0	104.1
	0.5	0.4105	82.1	0.439	87.8	85.0
铅(Pb)	0.5	0.435	87.0	0.481	96.2	91.6
	1.0	1.065	106.5	1.057	105.7	106.1
	5.0	5.010	100.2	5.097	101.9	101.1
固色剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.456	91.2	0.472	94.4	92.8
	1.0	1.005	100.5	0.965	96.5	98.5
	5.0	5.335	106.7	5.172	103.4	105.1
钴(Co)	0.5	0.464	92.8	0.475	95.0	93.9
	1.0	1.025	102.5	0.956	95.6	99.1
	5.0	5.299	106.0	5.107	102.1	104.1
镍(Ni)	0.5	0.458	91.6	0.483	96.6	94.1
	1.0	1.012	101.2	0.945	94.5	97.9
	5.0	5.262	105.2	5.111	102.2	103.7
铜(Cu)	0.5	0.445	89.0	0.466	93.2	91.1
	1.0	1.005	100.5	0.933	93.3	96.9
	5.0	5.254	105.1	5.086	101.7	103.4
砷(As)	0.5	0.445	89.0	0.458	91.6	90.3
	1.0	0.959	95.9	0.933	93.3	94.6
	5.0	5.106	102.1	4.857	97.1	99.6
硒(Se)	0.5	0.471	94.2	0.498	99.6	96.9
	1.0	0.922	92.2	0.884	88.4	90.3
	5.0	5.063	101.3	4.640	92.8	97.1

银(Ag)	0.5	0.440	88.0	0.458	91.6	89.8
	1.0	0.977	97.7	0.917	91.7	94.7
	5.0	5.233	104.7	5.097	101.9	103.3
镉(Cd)	0.5	0.449	89.8	0.464	92.8	91.3
	1.0	0.983	98.3	0.925	92.5	95.4
	5.0	5.117	102.3	4.984	99.7	101.0
锡(Sn)	0.5	0.450	90.0	0.470	94.0	92.0
	1.0	0.983	98.3	0.961	96.1	97.2
	5.0	5.268	105.4	5.186	103.7	104.6
锑(Sb)	0.5	0.452	90.4	0.468	93.6	92.0
	1.0	0.981	98.1	0.936	93.6	95.9
	5.0	5.207	104.1	5.027	100.5	102.3
钡(Ba)	0.5	0.435	87.0	0.471	94.2	90.6
	1.0	1.010	101.0	0.937	93.7	97.4
	5.0	5.258	105.2	5.166	103.3	104.3
汞(Hg)	0.05	0.0540	108.0	0.0544	108.8	108.4
	0.1	0.0932	93.2	0.0890	89.0	91.1
	0.5	0.4338	86.8	0.4190	83.8	85.3
铅(Pb)	0.5	0.476	95.2	0.477	95.4	95.3
	1.0	1.005	100.5	0.952	95.2	97.9
	5.0	5.241	104.8	5.087	101.7	103.3
荧光增白剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.503	100.6	0.492	98.4	99.5
	1.0	1.041	104.1	0.953	95.3	99.7
	5.0	5.179	103.6	4.807	96.1	99.9
钴(Co)	0.5	0.513	102.6	0.496	99.2	100.9
	1.0	1.049	104.9	0.956	95.6	100.3
	5.0	5.205	104.1	4.782	95.6	99.9
镍(Ni)	0.5	0.496	99.2	0.491	98.2	98.7
	1.0	1.033	103.3	0.949	94.9	99.1
	5.0	5.186	103.7	4.757	95.1	99.4
铜(Cu)	0.5	0.505	101.0	0.486	97.2	99.1
	1.0	1.025	102.5	0.945	94.5	98.5
	5.0	5.230	104.6	4.786	95.7	100.2
砷(As)	0.5	0.475	95.0	0.475	95.0	95.0
	1.0	0.995	99.5	0.894	89.4	94.5
	5.0	4.972	99.4	4.614	92.3	95.9

硒(Se)	0.5	0.515	103.0	0.456	91.2	97.1
	1.0	1.075	107.5	0.939	93.9	100.7
	5.0	5.059	101.2	4.363	87.3	94.3
银(Ag)	0.5	0.511	102.2	0.492	98.4	100.3
	1.0	0.991	99.1	0.923	92.3	95.7
	5.0	5.323	106.5	4.941	98.8	102.7
镉(Cd)	0.5	0.474	94.8	0.478	95.6	95.2
	1.0	0.998	99.8	0.933	93.3	96.6
	5.0	4.980	99.6	4.590	91.8	95.7
锡(Sn)	0.5	0.505	101.0	0.500	100.0	100.5
	1.0	1.030	103.0	0.954	95.4	99.2
	5.0	5.125	102.5	4.799	96.0	99.3
锑(Sb)	0.5	0.502	100.4	0.489	97.8	99.1
	1.0	1.013	101.3	0.936	93.6	97.5
	5.0	5.034	100.7	4.681	93.6	97.2
钡(Ba)	0.5	0.504	100.8	0.486	97.2	99.0
	1.0	0.988	98.8	0.948	94.8	96.8
	5.0	5.155	103.1	4.809	96.2	99.7
汞(Hg)	0.05	0.0519	103.8	0.0496	99.2	101.5
	0.1	0.0981	98.1	0.0926	92.6	95.4
	0.5	0.4834	96.7	0.4524	90.5	93.6
铅(Pb)	0.5	0.511	102.2	0.502	100.4	101.3
	1.0	1.032	103.2	0.954	95.4	99.3
	5.0	5.134	102.7	4.728	94.6	98.7
异常现象	无					
评定意见	该方法可操作性强、精密度好，定量准确。					
备注	无					
验证人： 冯云			验证单位盖章： 			

附件四：深圳海关工业品检测技术中心 验证报告

验证试验报告

标准名称		“纺织染整助剂产品中重金属含量的测定” (GB/T 34673-XXXX)																																																								
主持单位		传化智联股份有限公司、浙江省检验检疫科学技术研究院																																																								
测试单位		深圳海关工业品检测技术中心																																																								
测试日期		2025.05.22-2025.05.30																																																								
样品名称		硬挺剂、固色剂、荧光增白剂																																																								
仪器名称		电感耦合等离子体发射光谱仪、电感耦合等离子体质谱仪																																																								
仪器型号		Agilent 725-ES、ThermoFisher iCAP Q																																																								
电感耦合 等离子体 发射光谱 法	前处理方法	准确称取 0.200 g~0.250 g 试样（精确至 0.001 g）置于消解罐中，加入 4 mL 硝酸、2 mL 过氧化氢和 2 mL 氟硼酸，于（195±5）℃微波消解 20 min，将消解液转移至 25 mL 容量瓶并用水稀释至刻度，水相滤膜过滤后用电感耦合等离子体发射光谱仪测定。																																																								
	ICP-OES 分析条件	a) 功率：1.2 kW； b) 等离子气流量：15 L/min； c) 辅助气流量：1.5 L/min； d) 雾化气流量：0.75 L/min； e) 仪器稳定延时：15 s； f) 进样延时：30 s； g) 泵速：15 rpm； h) 清洗时间：20 s。 i) 各元素选用波长见表 1： 表 1 ICP-OES 法测定各元素选用波长 <table><tr><td>元素</td><td>砷(As)</td><td>镉(Cd)</td><td>钴(Co)</td><td>铬(Cr)</td><td>铜(Cu)</td><td>镍(Ni)</td></tr><tr><td rowspan="3">波长 (nm)</td><td>188.980</td><td>214.439</td><td>238.892</td><td>267.716</td><td>327.395</td><td>231.604</td></tr><tr><td>193.696</td><td>226.502</td><td>228.615</td><td>205.560</td><td>324.754</td><td>216.555</td></tr><tr><td>197.198</td><td>228.802</td><td>230.786</td><td>206.158</td><td>213.598</td><td>221.648</td></tr><tr><td>元素</td><td>铅(Pb)</td><td>铋(Sb)</td><td>汞(Hg)</td><td>钡(Ba)</td><td>锡(Sn)</td><td></td></tr><tr><td rowspan="3">波长 (nm)</td><td>220.353</td><td>206.834</td><td>184.887</td><td>233.527</td><td>189.925</td><td></td></tr><tr><td>182.143</td><td>217.582</td><td>194.164</td><td>455.403</td><td>235.485</td><td></td></tr><tr><td>217.000</td><td>231.146</td><td>253.625</td><td>493.408</td><td>283.998</td><td></td></tr></table>						元素	砷(As)	镉(Cd)	钴(Co)	铬(Cr)	铜(Cu)	镍(Ni)	波长 (nm)	188.980	214.439	238.892	267.716	327.395	231.604	193.696	226.502	228.615	205.560	324.754	216.555	197.198	228.802	230.786	206.158	213.598	221.648	元素	铅(Pb)	铋(Sb)	汞(Hg)	钡(Ba)	锡(Sn)		波长 (nm)	220.353	206.834	184.887	233.527	189.925		182.143	217.582	194.164	455.403	235.485		217.000	231.146	253.625	493.408	283.998
元素	砷(As)	镉(Cd)	钴(Co)	铬(Cr)	铜(Cu)	镍(Ni)																																																				
波长 (nm)	188.980	214.439	238.892	267.716	327.395	231.604																																																				
	193.696	226.502	228.615	205.560	324.754	216.555																																																				
	197.198	228.802	230.786	206.158	213.598	221.648																																																				
元素	铅(Pb)	铋(Sb)	汞(Hg)	钡(Ba)	锡(Sn)																																																					
波长 (nm)	220.353	206.834	184.887	233.527	189.925																																																					
	182.143	217.582	194.164	455.403	235.485																																																					
	217.000	231.146	253.625	493.408	283.998																																																					
电感耦合 等离子体 质谱法	前处理方法	准确称取 0.200 g~0.300 g 试样（精确至 0.001 g）置于消解罐中，加入 5 mL 硝酸和 2 mL 氢氟酸，于（190±5）℃微波消解 30 min，消解后冷却至室温，小心打开消解罐的盖子，然后将消解罐放在赶酸仪中，不测定汞元素时于 120℃敞口赶酸至内容物近干，测定汞元素时于 40℃敞口赶酸 24 h，冷却至室温后，用水溶解内容物，然后将溶液转移至 50 mL 容量瓶中，用水定容至 50 mL。使用滤膜过滤后取上清液用电感耦合等离子体质谱仪测定。																																																								

电 感 耦 合 等 离 子 体 质 谱 法	ICP-MS 分析条件	a) 射频功率: 1 500 W; b) 等离子体气流量: 15 L/min; c) 载气流量: 0.80 L/min; d) 辅助气流量: 5 μL; e) 氦气流量: 4.3 mL/min; f) 稀释气流量: 0.30 mL/min; g) 雾化室温度: 2 ℃; h) 雾化器: 高盐/同心雾化器; i) 采样锥/截取锥: 镍锥; j) 采样深度: 8.0 mm; k) 采集模式: 跳峰 (Spectrum); l) 检测方式: 自动; m) 每峰测定点数: 3; n) 重复次数: 3; o) 分析模式: 碰撞反应池; p) 待测元素选择的同位素和内标元素见表 2。																																																																			
		表 2 待测元素选择的同位素和内标元素																																																																			
		<table><tr><td>序 号</td><td>元 素</td><td><i>m/z</i></td><td>内 标</td><td>序 号</td><td>元 素</td><td><i>m/z</i></td><td>内 标</td></tr><tr><td>1</td><td>As</td><td>75</td><td>⁷²Ge</td><td>8</td><td>Sb</td><td>121</td><td>¹⁰³Rh</td></tr><tr><td>2</td><td>Cd</td><td>111</td><td>¹⁰³Rh</td><td>9</td><td>Hg</td><td>202</td><td>¹⁸⁵Re</td></tr><tr><td>3</td><td>Co</td><td>59</td><td>⁷²Ge</td><td>10</td><td>Ba</td><td>137</td><td>¹⁰³Rh</td></tr><tr><td>4</td><td>Cr</td><td>52</td><td>⁷²Ge</td><td>11</td><td>Se</td><td>78</td><td>⁷²Ge</td></tr><tr><td>5</td><td>Cu</td><td>63</td><td>⁷²Ge</td><td>12</td><td>Ag</td><td>107</td><td>¹⁰³Rh</td></tr><tr><td>6</td><td>Ni</td><td>60</td><td>⁷²Ge</td><td>13</td><td>Sn</td><td>118</td><td>¹⁰³Rh</td></tr><tr><td>7</td><td>Pb</td><td>208</td><td>¹⁸⁵Re</td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr></table>						序 号	元 素	<i>m/z</i>	内 标	序 号	元 素	<i>m/z</i>	内 标	1	As	75	⁷² Ge	8	Sb	121	¹⁰³ Rh	2	Cd	111	¹⁰³ Rh	9	Hg	202	¹⁸⁵ Re	3	Co	59	⁷² Ge	10	Ba	137	¹⁰³ Rh	4	Cr	52	⁷² Ge	11	Se	78	⁷² Ge	5	Cu	63	⁷² Ge	12	Ag	107	¹⁰³ Rh	6	Ni	60	⁷² Ge	13	Sn	118	¹⁰³ Rh	7	Pb	208	¹⁸⁵ Re		
序 号	元 素	<i>m/z</i>	内 标	序 号	元 素	<i>m/z</i>	内 标																																																														
1	As	75	⁷² Ge	8	Sb	121	¹⁰³ Rh																																																														
2	Cd	111	¹⁰³ Rh	9	Hg	202	¹⁸⁵ Re																																																														
3	Co	59	⁷² Ge	10	Ba	137	¹⁰³ Rh																																																														
4	Cr	52	⁷² Ge	11	Se	78	⁷² Ge																																																														
5	Cu	63	⁷² Ge	12	Ag	107	¹⁰³ Rh																																																														
6	Ni	60	⁷² Ge	13	Sn	118	¹⁰³ Rh																																																														
7	Pb	208	¹⁸⁵ Re																																																																		
硬挺剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果																																																																					
待测元素	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)																																																															
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)																																																																
砷(As)	3	2.97	99.0	3.20	106.7	102.9																																																															
	6	5.85	97.5	5.93	98.8	98.2																																																															
	30	28.98	96.6	29.95	99.8	98.2																																																															
钡(Ba)	5	5.05	101.0	5.09	101.8	101.4																																																															
	10	9.90	99.0	9.87	98.7	98.9																																																															
	50	49.30	98.6	49.08	98.2	98.4																																																															
镉(Cd)	5	4.95	99.0	4.98	99.6	99.3																																																															
	10	9.40	94.0	9.30	93.0	93.5																																																															
	50	46.91	93.8	46.54	93.1	93.5																																																															
钴(Co)	3	2.90	96.7	2.96	98.7	97.7																																																															
	6	5.62	93.7	5.69	94.8	94.3																																																															
	30	29.10	97.0	29.06	96.9	97.0																																																															

铬(Cr)	5	5.25	105.0	5.31	106.2	105.6
	10	10.07	100.7	10.02	100.2	100.5
	50	49.92	99.8	49.81	99.6	99.7
铜(Cu)	10	9.63	96.3	10.36	103.6	100.0
	20	21.15	105.8	21.27	106.4	106.1
	100	101.10	101.1	101.04	101.0	101.1
汞(Hg)	5	4.53	90.6	4.45	89.0	89.8
	10	9.11	91.1	8.92	89.2	90.2
	50	51.58	103.2	51.85	103.7	103.5
镍(Ni)	5	4.98	99.6	5.01	100.2	99.9
	10	9.53	95.3	9.39	93.9	94.6
	50	47.72	95.4	47.51	95.0	95.2
铅(Pb)	10	10.23	102.3	10.41	104.1	103.2
	20	16.97	84.9	16.84	84.2	84.6
	100	90.05	90.1	90.51	90.5	90.3
锑(Sb)	5	4.48	89.6	4.76	95.2	92.4
	10	9.78	97.8	9.59	95.9	96.9
	50	47.10	94.2	46.13	92.3	93.3
锡(Sn)	5	4.16	83.2	4.21	84.2	83.7
	10	9.01	90.1	8.93	89.3	89.7
	50	48.03	96.1	48.27	96.5	96.3
固色剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
砷(As)	3	3.17	105.7	3.36	112.0	108.9
	6	5.63	93.8	5.74	95.7	94.8
	30	29.17	97.2	28.51	95.0	96.1
钡(Ba)	5	4.78	95.6	4.77	95.4	95.5
	10	9.31	93.1	9.43	94.3	93.7
	50	47.41	94.8	47.01	94.0	94.4
镉(Cd)	5	4.70	94.0	4.67	93.4	93.7
	10	9.01	90.1	9.12	91.2	90.7
	50	46.32	92.6	45.16	90.3	91.5
钴(Co)	3	2.70	90.0	2.70	90.0	90.0
	6	5.49	91.5	5.56	92.7	92.1
	30	28.38	94.6	27.94	93.1	93.9
铬(Cr)	5	5.17	103.4	5.16	103.2	103.3
	10	9.68	96.8	9.87	98.7	97.8
	50	49.31	98.6	49.01	98.0	98.3

铜(Cu)	10	9.56	95.6	9.61	96.1	95.9
	20	19.68	98.4	19.68	98.4	98.4
	100	96.10	96.1	96.12	96.1	96.1
汞(Hg)	5	4.29	85.8	4.16	83.2	84.5
	10	8.80	88.0	8.82	88.2	88.1
	50	48.42	96.8	48.59	97.2	97.0
镍(Ni)	5	4.80	96.0	4.78	95.6	95.8
	10	8.94	89.4	9.15	91.5	90.5
	50	46.02	92.0	45.93	91.9	92.0
铅(Pb)	10	10.39	103.9	10.36	103.6	103.8
	20	21.20	106.0	21.81	109.1	107.6
	100	86.32	86.3	86.73	86.7	86.5
锑(Sb)	5	5.22	104.4	5.44	108.8	106.6
	10	8.91	89.1	8.97	89.7	89.4
	50	46.74	93.5	45.99	92.0	92.8
锡(Sn)	5	4.23	84.6	4.35	87.0	85.8
	10	8.44	84.4	8.67	86.7	85.6
	50	47.58	95.2	47.59	95.2	95.2
荧光增白剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
砷(As)	3	2.58	86.0	2.48	82.7	84.4
	6	6.00	100.0	6.22	103.7	101.9
	30	28.09	93.6	28.27	94.2	93.9
钡(Ba)	5	4.92	98.4	4.90	98.0	98.2
	10	9.74	97.4	9.78	97.8	97.6
	50	49.22	98.4	48.80	97.6	98.0
镉(Cd)	5	4.74	94.8	4.72	94.4	94.6
	10	9.24	92.4	9.21	92.1	92.3
	50	46.62	93.2	46.68	93.4	93.3
钴(Co)	3	2.77	92.3	2.76	92.0	92.2
	6	6.05	100.8	6.04	100.7	100.8
	30	29.07	96.9	28.85	96.2	96.6
铬(Cr)	5	5.10	102.0	5.08	101.6	101.8
	10	10.36	103.6	10.37	103.7	103.7
	50	50.17	100.3	49.75	99.5	99.9
铜(Cu)	10	10.64	106.4	10.68	106.8	106.6
	20	20.40	102.0	20.52	102.6	102.3
	100	98.29	98.3	101.38	101.4	99.9

汞(Hg)	5	4.31	86.2	4.40	88.0	87.1
	10	8.24	82.4	7.83	78.3	80.4
	50	51.58	103.2	43.70	87.4	95.3
镍(Ni)	5	4.81	96.2	4.86	97.2	96.7
	10	9.31	93.1	9.34	93.4	93.3
	50	47.63	95.3	47.33	94.7	95.0
铅(Pb)	10	10.54	105.4	10.44	104.4	104.9
	20	16.11	80.6	16.33	81.7	81.2
	100	87.83	87.8	89.86	89.9	88.9
锑(Sb)	5	5.39	107.8	5.44	108.8	108.3
	10	10.10	101.0	9.85	98.5	99.8
	50	47.06	94.1	47.15	94.3	94.2
锡(Sn)	5	4.02	80.4	4.03	80.6	80.5
	10	8.51	85.1	8.93	89.3	87.2
	50	48.49	97.0	48.19	96.4	96.7
硬挺剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测元素	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.455	91.0	0.500	100.0	95.5
	1.0	1.086	108.6	1.049	104.9	106.8
	5.0	5.078	101.6	4.993	99.9	100.8
钴(Co)	0.5	0.465	93.0	0.513	102.6	97.8
	1.0	1.081	108.1	1.052	105.2	106.7
	5.0	5.084	101.7	4.951	99.0	100.4
镍(Ni)	0.5	0.454	90.8	0.483	96.6	93.7
	1.0	1.081	108.1	1.039	103.9	106.0
	5.0	5.045	100.9	4.929	98.6	99.8
铜(Cu)	0.5	0.445	89.0	0.477	95.4	92.2
	1.0	1.059	105.9	1.029	102.9	104.4
	5.0	5.045	100.9	4.893	97.9	99.4
砷(As)	0.5	0.447	89.4	0.469	93.8	91.6
	1.0	1.059	105.9	1.021	102.1	104.0
	5.0	4.877	97.5	4.784	95.7	96.6
硒(Se)	0.5	0.444	88.8	0.452	90.4	89.6
	1.0	0.982	98.2	0.973	97.3	97.8
	5.0	4.619	92.4	4.744	94.9	93.7
银(Ag)	0.5	0.424	84.8	0.461	92.2	88.5
	1.0	1.025	102.5	0.972	97.2	99.9
	5.0	4.913	98.3	4.835	96.7	97.5

镉(Cd)	0.5	0.441	88.2	0.472	94.4	91.3
	1.0	1.004	100.4	0.995	99.5	100.0
	5.0	4.855	97.1	4.770	95.4	96.3
锡(Sn)	0.5	0.452	90.4	0.484	96.8	93.6
	1.0	1.073	107.3	1.045	104.5	105.9
	5.0	5.074	101.5	4.934	98.7	100.1
锑(Sb)	0.5	0.443	88.6	0.479	95.8	92.2
	1.0	1.054	105.4	1.018	101.8	103.6
	5.0	4.952	99.0	4.798	96.0	97.5
钡(Ba)	0.5	0.449	89.8	0.473	94.6	92.2
	1.0	1.056	105.6	0.991	99.1	102.4
	5.0	5.007	100.1	4.890	97.8	99.0
汞(Hg)	0.05	0.0549	109.8	0.048	96.0	102.9
	0.1	0.1035	103.5	0.097	97.0	100.3
	0.5	0.4204	84.1	0.438	87.6	85.9
铅(Pb)	0.5	0.448	89.6	0.478	95.6	92.6
	1.0	1.058	105.8	1.027	102.7	104.3
	5.0	5.003	100.1	4.890	97.8	99.0
固色剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.494	98.8	0.502	100.4	99.6
	1.0	0.974	97.4	0.960	96.0	96.7
	5.0	5.117	102.3	4.903	98.1	100.2
钴(Co)	0.5	0.498	99.6	0.510	102.0	100.8
	1.0	0.984	98.4	0.949	94.9	96.7
	5.0	5.138	102.8	4.867	97.3	100.1
镍(Ni)	0.5	0.496	99.2	0.506	101.2	100.2
	1.0	0.956	95.6	0.949	94.9	95.3
	5.0	5.065	101.3	4.809	96.2	98.8
铜(Cu)	0.5	0.483	96.6	0.495	99.0	97.8
	1.0	0.960	96.0	0.943	94.3	95.2
	5.0	5.051	101.0	4.826	96.5	98.8
砷(As)	0.5	0.486	97.2	0.502	100.4	98.8
	1.0	0.932	93.2	0.910	91.0	92.1
	5.0	4.949	99.0	4.669	93.4	96.2
硒(Se)	0.5	0.496	99.2	0.473	94.6	96.9
	1.0	0.964	96.4	0.867	86.7	91.6
	5.0	4.806	96.1	4.439	88.8	92.5

银(Ag)	0.5	0.458	91.6	0.454	90.8	91.2
	1.0	0.895	89.5	0.881	88.1	88.8
	5.0	4.940	98.8	4.729	94.6	96.7
镉(Cd)	0.5	0.485	97.0	0.486	97.2	97.1
	1.0	0.915	91.5	0.904	90.4	91.0
	5.0	4.904	98.1	4.722	94.4	96.3
锡(Sn)	0.5	0.506	101.2	0.499	99.8	100.5
	1.0	0.972	97.2	0.949	94.9	96.1
	5.0	5.088	101.8	4.914	98.3	100.1
锑(Sb)	0.5	0.485	97.0	0.493	98.6	97.8
	1.0	0.950	95.0	0.927	92.7	93.9
	5.0	4.987	99.7	4.794	95.9	97.8
钡(Ba)	0.5	0.500	100.0	0.477	95.4	97.7
	1.0	0.949	94.9	0.939	93.9	94.4
	5.0	5.056	101.1	4.868	97.4	99.3
汞(Hg)	0.05	0.0505	101.0	0.0486	97.2	99.1
	0.1	0.0905	90.5	0.0874	87.4	89.0
	0.5	0.4421	88.4	0.4217	84.3	86.4
铅(Pb)	0.5	0.500	100.0	0.494	98.8	99.4
	1.0	0.968	96.8	0.937	93.7	95.3
	5.0	5.076	101.5	4.866	97.3	99.4
荧光增白剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.523	104.6	0.513	102.6	103.6
	1.0	1.058	105.8	1.016	101.6	103.7
	5.0	4.967	99.3	4.646	92.9	96.1
钴(Co)	0.5	0.523	104.6	0.512	102.4	103.5
	1.0	1.062	106.2	1.015	101.5	103.9
	5.0	4.896	97.9	4.616	92.3	95.1
镍(Ni)	0.5	0.521	104.2	0.494	98.8	101.5
	1.0	1.044	104.4	1.005	100.5	102.5
	5.0	4.926	98.5	4.573	91.5	95.0
铜(Cu)	0.5	0.512	102.4	0.498	99.6	101.0
	1.0	1.031	103.1	1.003	100.3	101.7
	5.0	4.923	98.5	4.565	91.3	94.9
砷(As)	0.5	0.529	105.8	0.453	90.6	98.2
	1.0	1.033	103.3	0.949	94.9	99.1
	5.0	4.762	95.2	4.425	88.5	91.9

硒(Se)	0.5	0.500	100.0	0.442	88.4	94.2
	1.0	0.929	92.9	0.972	97.2	95.1
	5.0	4.522	90.4	4.137	82.7	86.6
银(Ag)	0.5	0.494	98.8	0.488	97.6	98.2
	1.0	0.991	99.1	0.939	93.9	96.5
	5.0	4.772	95.4	4.545	90.9	93.2
镉(Cd)	0.5	0.490	98.0	0.503	100.6	99.3
	1.0	1.016	101.6	0.974	97.4	99.5
	5.0	4.697	93.9	4.434	88.7	91.3
锡(Sn)	0.5	0.502	100.4	0.520	104.0	102.2
	1.0	1.063	106.3	1.020	102.0	104.2
	5.0	4.943	98.9	4.614	92.3	95.6
锑(Sb)	0.5	0.513	102.6	0.504	100.8	101.7
	1.0	1.030	103.0	0.990	99.0	101.0
	5.0	4.825	96.5	4.519	90.4	93.5
钡(Ba)	0.5	0.517	103.4	0.504	100.8	102.1
	1.0	1.037	103.7	0.986	98.6	101.2
	5.0	4.937	98.7	4.644	92.9	95.8
汞(Hg)	0.05	0.0537	107.4	0.0523	104.6	106.0
	0.1	0.0986	98.6	0.0953	95.3	97.0
	0.5	0.4606	92.1	0.4330	86.6	89.4
铅(Pb)	0.5	0.512	102.4	0.506	101.2	101.8
	1.0	1.044	104.4	1.006	100.6	102.5
	5.0	4.882	97.6	4.574	91.5	94.6
异常现象	无					
评定意见	该方法灵敏度高、定性定量准确。					
备注	无					
验证人： 李成发			验证单位盖章： 			

验证试验报告

标准名称		“纺织染整助剂产品中重金属含量的测定” (GB/T 34673-XXXX)																																																								
主持单位		传化智联股份有限公司、浙江省检验检疫科学技术研究院																																																								
测试单位		长春海关技术中心																																																								
测试日期		2025.05.22-2025.05.30																																																								
样品名称		硬挺剂、固色剂、荧光增白剂																																																								
仪器名称		电感耦合等离子体发射光谱仪、电感耦合等离子体质谱仪																																																								
仪器型号		Agilent 720-ES、Agilent 7850																																																								
电感耦合等离子体发射光谱法	前处理方法	准确称取 0.200 g~0.250 g 试样（精确至 0.001 g）置于消解罐中，加入 4 mL 硝酸、2 mL 过氧化氢和 2 mL 氟硼酸，于（195±5）℃微波消解 20 min，将消解液转移至 25 mL 容量瓶并用水稀释至刻度，水相滤膜过滤后用电感耦合等离子体发射光谱仪测定。																																																								
	ICP-OES 分析条件	<p>a) 功率：1.2 kW； b) 等离子气流量：15 L/min； c) 辅助气流量：1.5 L/min； d) 雾化气流量：0.75 L/min； e) 仪器稳定延时：15 s； f) 进样延时：30 s； g) 泵速：15 rpm； h) 清洗时间：20 s。 i) 各元素选用波长见表 1：</p> <p>表 1 ICP-OES 法测定各元素选用波长</p> <table><tr><td>元素</td><td>砷(As)</td><td>镉(Cd)</td><td>钴(Co)</td><td>铬(Cr)</td><td>铜(Cu)</td><td>镍(Ni)</td></tr><tr><td rowspan="3">波长 (nm)</td><td>188.980</td><td>214.439</td><td>238.892</td><td>267.716</td><td>327.395</td><td>231.604</td></tr><tr><td>193.696</td><td>226.502</td><td>228.615</td><td>205.560</td><td>324.754</td><td>216.555</td></tr><tr><td>197.198</td><td>228.802</td><td>230.786</td><td>206.158</td><td>213.598</td><td>221.648</td></tr><tr><td>元素</td><td>铅(Pb)</td><td>铋(Sb)</td><td>汞(Hg)</td><td>钡(Ba)</td><td>锡(Sn)</td><td></td></tr><tr><td rowspan="3">波长 (nm)</td><td>220.353</td><td>206.834</td><td>184.887</td><td>233.527</td><td>189.925</td><td></td></tr><tr><td>182.143</td><td>217.582</td><td>194.164</td><td>455.403</td><td>235.485</td><td></td></tr><tr><td>217.000</td><td>231.146</td><td>253.625</td><td>493.408</td><td>283.998</td><td></td></tr></table>						元素	砷(As)	镉(Cd)	钴(Co)	铬(Cr)	铜(Cu)	镍(Ni)	波长 (nm)	188.980	214.439	238.892	267.716	327.395	231.604	193.696	226.502	228.615	205.560	324.754	216.555	197.198	228.802	230.786	206.158	213.598	221.648	元素	铅(Pb)	铋(Sb)	汞(Hg)	钡(Ba)	锡(Sn)		波长 (nm)	220.353	206.834	184.887	233.527	189.925		182.143	217.582	194.164	455.403	235.485		217.000	231.146	253.625	493.408	283.998
元素	砷(As)	镉(Cd)	钴(Co)	铬(Cr)	铜(Cu)	镍(Ni)																																																				
波长 (nm)	188.980	214.439	238.892	267.716	327.395	231.604																																																				
	193.696	226.502	228.615	205.560	324.754	216.555																																																				
	197.198	228.802	230.786	206.158	213.598	221.648																																																				
元素	铅(Pb)	铋(Sb)	汞(Hg)	钡(Ba)	锡(Sn)																																																					
波长 (nm)	220.353	206.834	184.887	233.527	189.925																																																					
	182.143	217.582	194.164	455.403	235.485																																																					
	217.000	231.146	253.625	493.408	283.998																																																					
电感耦合等离子体质谱法	前处理方法	准确称取0.200 g~0.300 g试样（精确至0.001 g）置于消解罐中，加入5 mL硝酸和2 mL氢氟酸，于（190±5）℃微波消解30 min，消解后冷却至室温，小心打开消解罐的盖子，然后将消解罐放在赶酸仪中，不测定汞元素时于120 ℃敞口赶酸至内容物近干，测定汞元素时于40 ℃敞口赶酸24 h，冷却至室温后，用水溶解内容物，然后将溶液转移至50 mL容量瓶中，用水定容至50 mL。使用滤膜过滤后取上清液用电感耦合等离子体质谱仪测定。																																																								

电 感 耦 合 等 离 子 体 质 谱 法	ICP-MS 分析条件	a) 射频功率：1 500 W； b) 等离子体气流量：15 L/min； c) 载气流量：0.80 L/min； d) 辅助气流量：5 μL； e) 氦气流量：4.3 mL/min； f) 稀释气流量：0.30 mL/min； g) 雾化室温度：2 ℃； h) 雾化器：高盐/同心雾化器； i) 采样锥/截取锥：镍锥； j) 采样深度：8.0 mm； k) 采集模式：跳峰（Spectrum）； l) 检测方式：自动； m) 每峰测定点数：3； n) 重复次数：3； o) 分析模式：碰撞反应池； p) 待测元素选择的同位素和内标元素见表 2。							
		表 2 待测元素选择的同位素和内标元素							
		序 号	元 素	<i>m/z</i>	内 标	序 号	元 素	<i>m/z</i>	内 标
		1	As	75	⁷² Ge	8	Sb	121	¹⁰³ Rh
		2	Cd	111	¹⁰³ Rh	9	Hg	202	¹⁸⁵ Re
		3	Co	59	⁷² Ge	10	Ba	137	¹⁰³ Rh
		4	Cr	52	⁷² Ge	11	Se	78	⁷² Ge
		5	Cu	63	⁷² Ge	12	Ag	107	¹⁰³ Rh
		6	Ni	60	⁷² Ge	13	Sn	118	¹⁰³ Rh
		7	Pb	208	¹⁸⁵ Re				
硬挺剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果									
待测元素	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)			
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)				
砷(As)	3	2.64	88.0	2.90	96.7	92.4			
	6	5.67	94.5	5.34	89.0	91.8			
	30	28.94	96.5	28.19	94.0	95.3			
钡(Ba)	5	4.95	99.0	4.76	95.2	97.1			
	10	9.67	96.7	9.81	98.1	97.4			
	50	48.16	96.3	48.70	97.4	96.9			
镉(Cd)	5	4.85	97.0	4.68	93.6	95.3			
	10	9.16	91.6	9.29	92.9	92.3			
	50	45.86	91.7	46.15	92.3	92.0			
钴(Co)	3	2.92	97.3	2.89	96.3	96.8			
	6	5.42	90.3	5.51	91.8	91.1			
	30	28.57	95.2	28.42	94.7	95.0			

铬(Cr)	5	5.20	104.0	4.98	99.6	101.8
	10	9.83	98.3	9.97	99.7	99.0
	50	48.76	97.5	49.29	98.6	98.1
铜(Cu)	10	9.80	98.0	10.04	100.4	99.2
	20	20.62	103.1	20.55	102.8	103.0
	100	98.20	98.2	97.93	97.9	98.1
汞(Hg)	5	4.64	92.8	4.26	85.2	89.0
	10	9.19	91.9	9.28	92.8	92.4
	50	51.33	102.7	52.35	104.7	103.7
镍(Ni)	5	4.98	99.6	4.77	95.4	97.5
	10	9.28	92.8	9.42	94.2	93.5
	50	46.76	93.5	47.19	94.4	94.0
铅(Pb)	10	9.28	92.8	9.31	93.1	93.0
	20	16.51	82.6	16.25	81.3	82.0
	100	87.46	87.5	87.28	87.3	87.4
锑(Sb)	5	4.08	81.6	4.19	83.8	82.7
	10	9.18	91.8	8.28	82.8	87.3
	50	45.63	91.3	46.30	92.6	92.0
锡(Sn)	5	4.25	85.0	4.04	80.8	82.9
	10	9.03	90.3	8.91	89.1	89.7
	50	47.39	94.8	47.85	95.7	95.3
固色剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
砷(As)	3	2.68	89.3	2.41	80.3	84.8
	6	5.93	98.8	5.35	89.2	94.0
	30	27.91	93.0	28.18	93.9	93.5
钡(Ba)	5	4.65	93.0	4.57	91.4	92.2
	10	9.16	91.6	9.14	91.4	91.5
	50	45.87	91.7	46.75	93.5	92.6
镉(Cd)	5	4.57	91.4	4.50	90.0	90.7
	10	8.92	89.2	8.89	88.9	89.1
	50	44.51	89.0	45.27	90.5	89.8
钴(Co)	3	2.71	90.3	2.70	90.0	90.2
	6	5.52	92.0	5.51	91.8	91.9
	30	27.46	91.5	27.37	91.2	91.4
铬(Cr)	5	5.10	102.0	5.00	100.0	101.0
	10	9.59	95.9	9.59	95.9	95.9
	50	47.70	95.4	48.57	97.1	96.3

铜(Cu)	10	9.19	91.9	9.36	93.6	92.8
	20	18.95	94.8	18.91	94.6	94.7
	100	94.23	94.2	94.78	94.8	94.5
汞(Hg)	5	4.37	87.4	4.11	82.2	84.8
	10	8.91	89.1	8.94	89.4	89.3
	50	47.32	94.6	49.42	98.8	96.7
镍(Ni)	5	4.70	94.0	4.63	92.6	93.3
	10	8.92	89.2	8.93	89.3	89.3
	50	44.62	89.2	45.48	91.0	90.1
铅(Pb)	10	9.86	98.6	9.94	99.4	99.0
	20	21.09	105.5	21.19	106.0	105.8
	100	83.98	84.0	84.99	85.0	84.5
铟(Sb)	5	4.13	82.6	4.39	87.8	85.2
	10	8.17	81.7	8.06	80.6	81.2
	50	44.72	89.4	46.16	92.3	90.9
锡(Sn)	5	4.48	89.6	4.30	86.0	87.8
	10	8.73	87.3	8.66	86.6	87.0
	50	46.11	92.2	46.98	94.0	93.1
荧光增白剂电感耦合等离子体发射光谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
砷(As)	3	2.59	86.3	2.22	74.0	80.2
	6	5.61	93.5	5.68	94.7	94.1
	30	27.59	92.0	27.15	90.5	91.3
钡(Ba)	5	4.73	94.6	4.76	95.2	94.9
	10	9.16	91.6	9.15	91.5	91.6
	50	47.82	95.6	47.52	95.0	95.3
镉(Cd)	5	4.56	91.2	4.59	91.8	91.5
	10	8.72	87.2	8.68	86.8	87.0
	50	45.50	91.0	45.46	90.9	91.0
钴(Co)	3	2.70	90.0	2.63	87.7	88.9
	6	5.76	96.0	5.73	95.5	95.8
	30	28.19	94.0	28.26	94.2	94.1
铬(Cr)	5	4.97	99.4	4.97	99.4	99.4
	10	9.70	97.0	9.67	96.7	96.9
	50	48.50	97.0	48.31	96.6	96.8
铜(Cu)	10	9.81	98.1	9.87	98.7	98.4
	20	19.31	96.6	19.14	95.7	96.2
	100	98.44	98.4	96.78	96.8	97.6

汞(Hg)	5	3.98	79.6	4.07	81.4	80.5
	10	8.57	85.7	7.63	76.3	81.0
	50	49.34	98.7	41.94	83.9	91.3
镍(Ni)	5	4.71	94.2	4.67	93.4	93.8
	10	8.74	87.4	8.76	87.6	87.5
	50	46.35	92.7	46.42	92.8	92.8
铅(Pb)	10	9.87	98.7	10.08	100.8	99.8
	20	15.53	77.7	16.98	84.9	81.3
	100	88.54	88.5	87.16	87.2	87.9
锑(Sb)	5	4.50	90.0	4.19	83.8	86.9
	10	8.43	84.3	8.63	86.3	85.3
	50	45.77	91.5	45.09	90.2	90.9
锡(Sn)	5	4.15	83.0	4.00	80.0	81.5
	10	8.20	82.0	8.36	83.6	82.8
	50	46.91	93.8	47.05	94.1	94.0
硬挺剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测元素	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.498	99.6	0.477	95.4	97.5
	1.0	0.967	96.7	0.983	98.3	97.5
	5.0	5.043	100.9	4.644	92.9	96.9
钴(Co)	0.5	0.493	98.6	0.495	99.0	98.8
	1.0	0.978	97.8	0.987	98.7	98.3
	5.0	5.040	100.8	4.622	92.4	96.6
镍(Ni)	0.5	0.502	100.4	0.485	97.0	98.7
	1.0	0.951	95.1	0.983	98.3	96.7
	5.0	5.012	100.2	4.588	91.8	96.0
铜(Cu)	0.5	0.488	97.6	0.466	93.2	95.4
	1.0	0.947	94.7	0.959	95.9	95.3
	5.0	5.021	100.4	4.586	91.7	96.1
砷(As)	0.5	0.491	98.2	0.467	93.4	95.8
	1.0	0.941	94.1	0.935	93.5	93.8
	5.0	4.902	98.0	4.393	87.9	93.0
硒(Se)	0.5	0.504	100.8	0.456	91.2	96.0
	1.0	0.921	92.1	0.937	93.7	92.9
	5.0	4.642	92.8	4.288	85.8	89.3
银(Ag)	0.5	0.463	92.6	0.454	90.8	91.7
	1.0	0.915	91.5	0.900	90.0	90.8
	5.0	4.866	97.3	4.536	90.7	94.0

镉(Cd)	0.5	0.475	95.0	0.465	93.0	94.0
	1.0	0.924	92.4	0.945	94.5	93.5
	5.0	4.863	97.3	4.494	89.9	93.6
锡(Sn)	0.5	0.491	98.2	0.475	95.0	96.6
	1.0	0.964	96.4	0.975	97.5	97.0
	5.0	4.946	98.9	4.608	92.2	95.6
锑(Sb)	0.5	0.480	96.0	0.479	95.8	95.9
	1.0	0.942	94.2	0.938	93.8	94.0
	5.0	4.868	97.4	4.538	90.8	94.1
钡(Ba)	0.5	0.473	94.6	0.492	98.4	96.5
	1.0	0.965	96.5	0.945	94.5	95.5
	5.0	4.985	99.7	4.652	93.0	96.4
汞(Hg)	0.05	0.0516	103.2	0.047	94.0	98.6
	0.1	0.0935	93.5	0.093	93.0	93.3
	0.5	0.4232	84.6	0.420	84.0	84.3
铅(Pb)	0.5	0.489	97.8	0.479	95.8	96.8
	1.0	0.955	95.5	0.961	96.1	95.8
	5.0	4.987	99.7	4.590	91.8	95.8
固色剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.487	97.4	0.510	102.0	99.7
	1.0	1.002	100.2	0.969	96.9	98.6
	5.0	4.822	96.4	4.888	97.8	97.1
钴(Co)	0.5	0.493	98.6	0.534	106.8	102.7
	1.0	1.001	100.1	0.975	97.5	98.8
	5.0	4.787	95.7	4.889	97.8	96.8
镍(Ni)	0.5	0.483	96.6	0.521	104.2	100.4
	1.0	0.989	98.9	0.977	97.7	98.3
	5.0	4.767	95.3	4.867	97.3	96.3
铜(Cu)	0.5	0.489	97.8	0.506	101.2	99.5
	1.0	0.986	98.6	0.959	95.9	97.3
	5.0	4.724	94.5	4.806	96.1	95.3
砷(As)	0.5	0.480	96.0	0.508	101.6	98.8
	1.0	0.964	96.4	0.891	89.1	92.8
	5.0	4.658	93.2	4.670	93.4	93.3
硒(Se)	0.5	0.517	103.4	0.471	94.2	98.8
	1.0	0.925	92.5	0.857	85.7	89.1
	5.0	4.302	86.0	4.530	90.6	88.3

银(Ag)	0.5	0.456	91.2	0.470	94.0	92.6
	1.0	0.925	92.5	0.909	90.9	91.7
	5.0	4.600	92.0	4.725	94.5	93.3
镉(Cd)	0.5	0.473	94.6	0.494	98.8	96.7
	1.0	0.953	95.3	0.937	93.7	94.5
	5.0	4.603	92.1	4.770	95.4	93.8
锡(Sn)	0.5	0.490	98.0	0.494	98.8	98.4
	1.0	0.989	98.9	0.982	98.2	98.6
	5.0	4.767	95.3	4.884	97.7	96.5
锑(Sb)	0.5	0.483	96.6	0.495	99.0	97.8
	1.0	0.976	97.6	0.951	95.1	96.4
	5.0	4.668	93.4	4.772	95.4	94.4
钡(Ba)	0.5	0.496	99.2	0.521	104.2	101.7
	1.0	0.995	99.5	0.937	93.7	96.6
	5.0	4.793	95.9	4.903	98.1	97.0
汞(Hg)	0.05	0.0458	91.6	0.0495	99.0	95.3
	0.1	0.0937	93.7	0.0897	89.7	91.7
	0.5	0.4103	82.1	0.4267	85.3	83.7
铅(Pb)	0.5	0.493	98.6	0.511	102.2	100.4
	1.0	0.983	98.3	0.960	96.0	97.2
	5.0	4.740	94.8	4.864	97.3	96.1
荧光增白剂电感耦合等离子体质谱法测定结果						
待测化合物	添加浓度 (mg/kg)	1		2		平均回收率 (%)
		测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)	
铬(Cr)	0.5	0.528	105.6	0.511	102.2	103.9
	1.0	1.012	101.2	1.011	101.1	101.2
	5.0	4.898	98.0	4.761	95.2	96.6
钴(Co)	0.5	0.541	108.2	0.524	104.8	106.5
	1.0	1.023	102.3	1.007	100.7	101.5
	5.0	4.923	98.5	4.783	95.7	97.1
镍(Ni)	0.5	0.524	104.8	0.520	104.0	104.4
	1.0	1.010	101.0	1.006	100.6	100.8
	5.0	4.882	97.6	4.733	94.7	96.2
铜(Cu)	0.5	0.514	102.8	0.513	102.6	102.7
	1.0	1.000	100.0	0.996	99.6	99.8
	5.0	4.884	97.7	4.695	93.9	95.8
砷(As)	0.5	0.496	99.2	0.495	99.0	99.1
	1.0	0.983	98.3	0.981	98.1	98.2
	5.0	4.679	93.6	4.618	92.4	93.0

硒(Se)	0.5	0.500	100.0	0.494	98.8	99.4
	1.0	1.013	101.3	0.925	92.5	96.9
	5.0	4.556	91.1	4.447	88.9	90.0
银(Ag)	0.5	0.501	100.2	0.482	96.4	98.3
	1.0	0.944	94.4	0.941	94.1	94.3
	5.0	4.717	94.3	4.645	92.9	93.6
镉(Cd)	0.5	0.511	102.2	0.488	97.6	99.9
	1.0	0.967	96.7	0.949	94.9	95.8
	5.0	4.681	93.6	4.586	91.7	92.7
锡(Sn)	0.5	0.527	105.4	0.501	100.2	102.8
	1.0	1.008	100.8	0.985	98.5	99.7
	5.0	4.854	97.1	4.715	94.3	95.7
锑(Sb)	0.5	0.513	102.6	0.500	100.0	101.3
	1.0	0.998	99.8	0.979	97.9	98.9
	5.0	4.785	95.7	4.653	93.1	94.4
钡(Ba)	0.5	0.534	106.8	0.521	104.2	105.5
	1.0	1.012	101.2	1.014	101.4	101.3
	5.0	4.861	97.2	4.728	94.6	95.9
汞(Hg)	0.05	0.0522	104.4	0.0495	99.0	101.7
	0.1	0.0935	93.5	0.0967	96.7	95.1
	0.5	0.4592	91.8	0.4465	89.3	90.6
铅(Pb)	0.5	0.520	104.0	0.516	103.2	103.6
	1.0	1.009	100.9	0.993	99.3	100.1
	5.0	4.851	97.0	4.725	94.5	95.8
异常现象	无					
评定意见	该方法简便快速、灵敏度较高，重现性好。					
备注	无					
验证人： 宫世坤			验证单位盖章： 			