

项目编号：2024-2105T-HG

中华人民共和国化工行业标准

纺织染整助剂 生物基含量的测定 碳十四法

编制说明

（征求意见稿）

江苏新瑞贝生物科技股份有限公司等

2025 年 6 月

《纺织染整助剂 生物基含量的测定 碳十四法》

化工行业标准编制说明

1 项目来源

根据中华人民共和国工业和信息化部办公厅 2024 年 12 月下达的工信厅科函〔2024〕503 号文《工业和信息化部办公厅关于印发 2024 年第六批行业标准制修订计划的通知》，《纺织染整助剂 生物基含量的测定 碳十四法》列入 2024 年第六批化工行业标准制定计划，项目编号为 2024-2105T-HG，该项目为基础通用类项目，由江苏新瑞贝生物科技股份有限公司主要负责起草，该标准由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 2025 年 12 月前完成报批。

2 标准制定的目的和意义

生物基纺织染整助剂是指以谷物、豆科、秸秆、松树等可再生生物基为原料制造的纺织染整助剂。生物基纺织染整助剂属于生物基产品。生物基产品取于自然，还于自然，具有良好的生物可降解性、环境友好、资源节约等特点。生物基产品是化学工业可持续发展的必然趋势，是实现工业原料多样化、转变对石化原料依赖的理想替代品，是解决资源危机和环境危机的重要途径。生物基产品正逐步成为引领当代世界科技创新和经济发展的又一个新的主导产业。

目前，生物基纺织助剂行业处于快速萌芽阶段，但是鱼龙混杂，没有真正有效的科学技术手段区分生物基和非生物基产品，给广大的行业从业者和消费者带来困惑，更不利于行业健康有序发展。基于此种现状，亟待行业检测标准来规范生物基纺织助剂行业。生物基含量是生物基纺织染整助剂的核心评价指标，而生物基含量的检测则是规范生物基纺织染整助剂产业发展的核心技术。目前，国内外均无关于生物基纺织染整助剂的测试方法和界定标准，是国际空白领域。因此，《纺织染整助剂 生物基含量的测定 碳十四法》标准的提出和制定，能够填补这方面专业领域的国际空白。

2017 年 11 月 4 日，全国人大常委会审议通过新修订的《标准化法》，标准除了快速反应市场需求外，其承载的一个重要功能就是创新。江苏新瑞贝科技股

份有限公司等单位深入研究了生物基纺织染整助剂中的生物基含量的测试方法，牵头起草编了《纺织染整助剂 生物基含量的测定 碳十四法》标准草案。本标准草案合理地吸纳了国际相关标准 ASTM D6866 和 ISO 16620-2 的内容，尽可能地与国际标准接轨。国际标准 ASTM D6866 和 ISO 16620-2 偏重于理论，没有两种测试方法所用仪器的详细操作方法，缺少检测过程的详细试验条件，缺乏实际可操作性。纺织染整助剂的成分千变万化，导致纺织染整助剂样品的前处理制样工艺复杂多变。本标准借鉴了这两个国际标准的理论内容，结合液体闪烁计数器设备的详细操作方法，深入探索与研究纺织染整助剂样品的前处理制样工艺，明确了各试验步骤的详细试验条件，具有良好的可操作性。本标准采用液体闪烁计数器来计数样品中¹⁴C衰变发射出的β粒子，测定出生物基纺织助剂中的¹⁴C含量，从而测得生物基纺织助剂中的生物基含量。

该标准的提出和制定，对于规范和促进该领域的生物基纺织染整助剂的研发、生产和销售具有非常重要的实际意义和广阔的应用前景，有利于规范生物基纺织染整助剂的质量要求，有利于生物基纺织染整助剂行业规范行业行为，确保消费者、生产操作者免受石油基化学品的毒害，确保其身体健康。同时，该标准将有助于避免质量纠纷，去伪存真，促进行业有序发展，为质监部门开展生物基纺织染整助剂的生物基含量检测提供了科学方法及强有力的技术支撑，也有助于整体提升我国纺织印染行业在国际市场上的地位。

3 标准制定工作过程简况

为切实做好《纺织染整助剂 生物基含量的测定 碳十四法》标准的编制工作，我公司专门成立了标准起草工作组，制订了标准起草工作草案，有计划有步骤地开展了各项工作。主要工作过程如下：

1) 2023 年 4 月-2023 年 5 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) 2023 年 6 月-2023 年 12 月，对国内外的分析检测标准进行对比分析，确定实验方案，对方法的可行性进行了论证。

3) 2024 年 1 月-2024 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试验验证工作，确定了试验方法，形成标准草案。

4) 2024 年 5 月-2025 年 6 月, 经过各方的共同努力, 对相关实验数据和验证结论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。

4 采用国际标准和国外先进标准情况

本标准起草小组查询到的国内外相关标准资料如下:

ASTM D6866 《用放射性碳分析法测定固体、液体和气体样品生物基含量的标准试验方法》; ISO 16620-2 《塑料—生物基含量—第 2 部分: 生物基碳含量的测定》; EN 15440 《固体可再生燃料—生物质含量测定方法》; ISO 19984-2 《橡胶和橡胶产品—生物基含量测定—第 2 部分: 生物基碳含量》; ISO 19984-3 《橡胶和橡胶产品—生物基含量测定—第 3 部分: 生物基碳质量含量》; LY/T 2557 《生物质基泡沫材料中生物基含量检测方法》。这些是特定材料的测试方法、标准, 但其基质与纺织染整助剂差异较大, 样品预处理剂检测方法有一定的借鉴意义, 但不能完全适应纺织染整助剂的测试要求。

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。

本标准按照先进性、科学性和实用性相结合的原则进行编制, 在对纺织染整助剂了解的基础上, 深入理解其应用性能, 广泛参考相关行业标准, 建立适用的纺织染整助剂生物基含量的检测方法, 征求行业内的专家、学者以及技术人员的意见和建议, 密切联系实际, 注重科学性和可操作性的充分结合, 以便于标准颁布后的推广和应用。

5.2 标准适用范围确定

本标准描述了纺织染整助剂产品及材料生物基含量的测定方法。

本标准适用于纺织染整助剂产品及材料生物基含量的测定。

6 实验方法的分析和验证

6.1 方法原理

碳有两个稳定的同位素： ^{12}C 和 ^{13}C ，此外还有微量的放射性同位素 ^{14}C ，其半衰期为 5730 年。生物体停止新陈代谢作用即死亡后，就会停止摄取新的碳，所有生物体死亡时，体内的 ^{12}C 和 ^{14}C 的比例都是一样的，留在体内的 ^{14}C 只能按半衰期为 5730 年的速度逐渐减少，而且不会得到补充，而体内的 ^{12}C 数量仍然保持不变。可再生资源得到的生物基产品，其 ^{12}C 和 ^{14}C 的比例和生物体死亡的那一刻也是一样的。而以石油为基础的石化基产品，由于石油是生物体经过几百万年演变得到，其所含的化石碳的 ^{14}C 含量几乎已经为零，因此，样品中含量 ^{14}C 含量与参比物质 ^{14}C 含量的百分比，即为生物基含量。

液体闪烁计数器法的原理：

样品中的碳通过在氧气(O_2)中充分燃烧而被完全转化为二氧化碳(CO_2)。 CO_2 在生成过程中随 O_2 流向装有氢氧化钠(NaOH)溶液的鼓泡瓶而生成碳酸钠(Na_2CO_3)，或随 O_2 流向液氮阱而形成干冰。为使样品碳完全转化为 CO_2 ，可在燃烧反应中采用催化剂。

以 Na_2CO_3 或干冰形态存在的碳经过四个化学或物理转化步骤而成为苯(C_6H_6)的组成元素：① 向鼓泡瓶中加入磷酸(H_3PO_4)或使低温捕集阱升温释放 CO_2 ；② CO_2 被金属锂(Li)还原生成碳化锂(Li_2C_2)；③ Li_2C_2 水解生成乙炔(C_2H_2)；④ 乙炔催化聚合生成苯。

苯溶解闪烁剂（或与闪烁液混合）获得闪烁溶液。在闪烁溶液中 ^{14}C 衰变产生的 β 粒子将携带的能量传递给苯分子；激发态苯分子退激时发射光子，将能量传递给闪烁溶质分子；受激闪烁溶质分子在退激时发射间歇荧光（闪烁）；荧光被 PMT（光电倍增管）的光阴极接收，或者被作为波长转换剂的第二闪烁溶质分子吸收；第二闪烁溶质分子从受激态返回基态时发射与 PMT 的光阴极能够更好匹配的具有更长波长的间歇荧光；接收到间歇荧光的 PMT 光阴极中的电子因获得能量而逸出（光电效应），逸出电子被电子光学系统聚焦并由若干倍增极逐级放大，即倍增极逐级产生更多的逸出电子，最后被阳极收集而转换为脉冲电压输出。单位时间内产生的脉冲数与苯的 ^{14}C 放射性活度成正比，即可计算出产品中的生物基含量。

6.2 技术路线确定

6.2.1 试验样品

纺织染整助剂涵盖多个复杂生产工序，产品物质类别也各有不同，为了更加符合实际样品检测情况，选取并编号了以下 15 支纺织染整助剂用作试验材料。

试验样品涵盖了包括前处理、染色和后整理等多个工序；基本覆盖了常见的助剂物质类别，包括表面活性剂、有机酸、高分子聚合物含硅有机物等；样品含固量在 5-100%，pH 值分布在 3-10 之间。

表 1 试验样品

编号	样品名称	含固量/%	pH 值
1	防蚊液 1#	20	6-8
2	稳定剂	40	6-8
3	防水剂	80	3-5
4	萃取剂	30	3-5
5	精练剂 1#	50	8-10
6	匀染剂	98	6-8
7	保温剂	5	8-10
8	除油剂	98	6-8
9	精练剂 2#	50	6-8
10	防蚊剂 2#	23	6-8
11	精练剂 3#	20	3-5
12	抗菌剂	8	5-7
13	柔软剂	30	3-5
14	精练剂 4#	98	6-8
15	精练剂 5#	49	6-8

6.2.2 仪器、试剂与材料

液体闪烁计数器（PerkinElmer Inc.，型号：Quantulus GCT 6220）、三温区管式燃烧炉、碳-14 分析苯样制备系统。

本底苯：苯[$\omega(\text{C}_6\text{H}_6) \geq 99.999\%$]：石油化工产品，噻吩含量 $\leq 0.0002\%$ ；纯水（符合 GB/T 6682 三级水要求的去离子水或蒸馏水）；高纯氧气（ O_2 ）：纯度 ≥ 99.999 ；高纯氮气（ N_2 ）：纯度 $\geq 99.999\%$ ；无水乙醇（ $\rho_{20}=0.79$ ）（分析纯，国药集团化学试剂有限公司）；液氮；氢氧化钠（分析纯，国药集团化学试剂有限公司）；磷酸（分析纯，国药集团化学试剂有限公司）。

6.2.3 标准物质

现代碳标准物质：中国糖碳 CSC（编号：GSB A650001-87）

6.2.4 样品前处理

6.2.4.1 样品称量

(1) 液态样品

a)根据欲制备苯样的质量、苯样制备系统的回收率、样品含固量和总有机碳含量估算所需样品质量。

b)根据估算的所需样品质量在样品舟中以差减法称量样品，记录质量读数。

c)将样品舟放入控温在 105℃的恒温箱中，加热 3 小时后取出放入干燥器中降温，达到室温后称重。重复加热和称量操作直至恒重，记录质量读数。

(2) 固态样品

a)根据欲制备苯样的质量、苯样制备系统的回收率和总有机碳含量估算所需样品质量。

b)根据估算的所需样品质量在样品舟中以差减法称量保存于干燥器的样品，记录样品舟和“样品舟+样品”的质量读数。

c)在样品舟中的样品之上覆盖约 1~2mm 厚的石英砂，称重并记录质量读数。

6.2.4.2 样品燃烧

a)将装有样品的样品舟放入三温区管式燃烧炉石英管中的 1 温区位置，催化剂放入 3 温区位置，按说明书组装三温区管式燃烧炉。

b)量取一定体积的纯水加到CO₂鼓泡捕集-释放装置的鼓泡瓶中，使液面高度达到鼓泡瓶的 1/2。按说明书组装CO₂鼓泡捕集装置。

c)打开高纯氧气使之以较大的流量（例如 100ml/min）流过石英管、鼓泡瓶和缓冲瓶，直至流过的氧气体积大于流路总体积的 3 倍，以除去管路中的和纯水中溶解的CO₂。

d)打开鼓泡瓶，按每 100ml 纯水加入 31g 的比例迅速加入饱和 NaOH 溶液并旋紧瓶盖，使鼓泡液的 NaOH 浓度约为 4mol/L。

e)调节氧气流量，在保证通氧充分的前提下使氧化-裂解气体产物能够在 3 温区滞留足够长的时间。

f)启动三温区管式燃烧炉，使 3 温区升温至 450℃~500℃。

g)缓慢升高 1 温区的温度，使氧化-裂解产物缓慢释放，以保证释放产品在 3

温区被完全转化为 CO_2 。

h)最终将 1 温区温度升高至 700°C 并恒温 50 分钟，使样品完全燃烧。

i)待燃烧炉降至室温后取出并称量样品舟以估算燃烧残渣。

注 1: 作为一种替代方法，亦可采用 -60°C 低温冷阱除去水气后以液氮捕集阱收集 CO_2 。采用这种方法应注意避免形成液氧，这可以通过加热捕集阱至略高于氧的沸点、使用液氮或在降低压力下分离来实现；也可在真空条件下二次捕集 CO_2 完成除氧。

6. 2. 4. 3 CO_2 释放与纯化

a)捕集于 4mol/L 氢氧化钠溶液中的 CO_2 ：

以 10:3 的氢氧化钠溶液:磷酸体积比向鼓泡瓶中缓慢加入磷酸，使释放的 CO_2 流过 -60°C 的冷阱去除水气， CO_2 被收集于液氮冷阱中。若有必要，以 -60°C 的冷阱完成二次除水。

b)低温捕集于吸附材料的 CO_2 ：

通过使低温捕集阱中的吸附材料缓慢升温释放 CO_2 。 CO_2 的纯化和纯化后的收集程序同本节 a)。

6. 2. 4. 4 金属锂还原 CO_2 制取碳化锂

a)使 CO_2 捕集阱缓慢升温，通过控制 CO_2 升华速率使其缓慢向碳化锂-乙炔制取反应器扩散，与事先加入并在真空条件下预加热至 700°C 的加入量超过化学计量比(锂:碳的质量比为 3:1)的金属锂发生反应，生成 Li_2C_2 。

b)待反应停止后关闭反应器的进-出气阀门，将反应器加热至 900°C ，恒温 30min~50min 后停止加热。

c)待反应器温度降至 650°C ~ 640°C 时开始对反应器抽真空，以去除任何未反应的气体。

d)使反应器自然或风冷降温。

6. 2. 4. 5 碳化锂水解制取乙炔

a)向冷却至室温的 Li_2C_2 - C_2H_2 制取反应器中按每克锂至少加水 50ml 的比例缓慢滴加无氧纯水，使水解反应生成的 C_2H_2 流过 H_3PO_4 捕集阱，以去除可能生成的氨 (NH_3)。

注 1: 如果在水解时采用无氧蒸馏水，则在液体闪烁计数测量中可选择更低的能量区间下限，进而提高计数效率。

注 2: 若能确认在随后的低温除水步骤中亦能实现理想的除效果, 则可省略捕集阱去除的步骤。

注 3: 水解时因 Li_2C_2 可能被 Li_2O 或 LiOH 包裹, 所以增加无氧纯水加入量或必要时加入一些盐酸有利于提高产率。

b) 除去 NH_3 的 C_2H_2 继续流过 -60°C 的冷阱以去除水气, C_2H_2 被捕集于随后的液氮冷阱中。若有必要, 使捕集了 C_2H_2 的冷阱升温, 升华后的 C_2H_2 再次流过 -60°C 的冷阱完成二次除水, C_2H_2 再次被捕集于液氮冷阱中。

6.2.4.6 乙炔聚合制取苯

注 1: 以使用铬催化剂为例, 作为替代方案也可使用室温下的钒催化剂。

a) 将 C_6H_6 合成石英反应器中的铬催化剂在通 O_2 条件下加热升温至 550°C 并恒温 1 小时, 对铬催化剂进行活化, 使其恢复活性。

b) 装上 C_6H_6 接收瓶后对 C_6H_6 合成石英反应器抽真空, 然后反复充高纯 N_2 和抽真空 3 次以除尽残留 O_2 。

c) 待铬催化剂温度降至 100°C 时通过控制捕集阱温度使纯化后的乙炔缓慢流入 C_6H_6 合成石英反应器。通过控制乙炔升华速率和铬催化剂散热环境使乙炔三聚合反应温度维持在 $80^\circ\text{C}\sim 120^\circ\text{C}$ 。生成的 C_6H_6 扩散至浸在约 -78°C 冷液中的 C_6H_6 接收瓶中。

d) 当乙炔完全升华并降至一个较低的压力后, 停止向 C_6H_6 合成石英反应器输送乙炔。通过加热器使铬催化剂升温至 200°C , 蒸出被铬催化剂吸附的残留 C_6H_6 。

e) 向 C_6H_6 合成石英反应器中充入高纯氮气至 1atm, 取下 C_6H_6 接收瓶, 迅速加密封盖。

6.2.5 标准苯制备

如果选择草酸 I 或草酸 II 作为标准物质, 则按样品苯制备程序 (6.2.4) 制备标准苯。

如果选择中国糖碳作为标准物质, 则使其与金属锂直接反应制备:

a) 将准确称取的中国糖碳与超过化学计量比(锂:碳的质量比为 7:12)的金属锂一同加入碳化锂-乙炔制取反应器中, 在真空条件下加热至 900°C , 恒温 30min~50min 后停止加热。

b) 待反应器温度降至 $650^\circ\text{C}\sim 640^\circ\text{C}$ 时开始对反应器抽真空, 以去除任何未反应的气体。

c)使反应器自然或风冷降温。

以下操作步骤同 6.2.4.5 和 6.2.4.6。

6.2.6 闪烁液的配制

按规定的配制闪烁液采用的标准苯的质量以每克苯溶解 14mgButyl-PBD 的比例确定应称量 Butyl-PBD 的质量。用小药勺在称量纸上逐渐添加 Butyl-PBD，观察读数变化，直至读数落在规定质量的 1mg 以内，将称量的 Butyl-PBD 转入计数瓶中。

把苯接收瓶里的样品全部转移到装有 Butyl-PBD 的计数瓶中，记录质量读数。观察读数变化，直至读数落在与标准苯相同的规定质量的 5mg 以内。（若被测样品苯大于 1.0g，那就称取 1.0g。如果被测样品苯小于 1.0g，那就用本底苯补足到 1.0g）旋紧瓶盖，在与液体闪烁计数仪器品舱相近的温度（约 15℃）避光保存。

6.2.7 液体闪烁计数器测试

按本底苯、标准苯、样品苯的顺序将计数瓶放在样品架或样品盘上，将样品架或样品盘放入样品舱。

实验采用低本底计数模式，至少 20 个时段循环测量每一个样品。

当标准苯的采用质量为 1.0g 时，标准苯、本底苯的累积计数时间不少于 2000min。

测量能量区间选择 9.5keV~97keV。仪器应避光运行，任何时候都不能有阳光直射仪器（包括计数瓶）。

处于正常运行中的仪器，在样品放入样品舱至少 4 小时后启动测量过程。

仪器一旦测试开始直到结束都不能打开。

注意：1）仪器室的温度应保持相对稳定，进而保证仪器样品舱能够处于一个恒定的较低的温度（15℃）。

2）仪器室的相对湿度应在 30℃~85℃ 范围内，仪器样品舱内的相对湿度不低于 40℃。

3）供电环境稳定并装有地线。为防止电路突发事件最好配制净化稳压器。

6.2.8 精密度和准确度影响因素控制效果评估

本标准制定的苯样制备程序充分考虑了对大气产生污染和其它杂质、尤其是有色物质对液体闪烁计数测量产生淬灭的有效控制。通过专门设计的实验对控制

效果进行了验证，结果表明，与计数测量固有的泊松分布引入的不确定度相比，其它不确定度分量可忽略不计。

6.2.8.1 大气污染和控制——全程序空白

通过比较全程序空白和本底测量结果评估大气CO₂污染。

以分析纯无烟煤（不含¹⁴C）替代被测样品，采用与被测样品完全相同的程序制备苯样，配置用于液体闪烁计数测量的全程序空白样品。

以作为石油化工副产品的、不含噻吩的优级纯苯制备用于液体闪烁计数测量的本底样品。

按本标准规定的测量条件进行测量，全程序空白测量结果如表 2.1 所示。本底测量结果见表 3.1。

表 2.1 全程序空白样品测定结果 单位：cpm (min⁻¹)

测定值	0.237	0.241	0.252	0.08	0.192	0.107	0.214	0.174	0.154	0.242
	0.214	0.229	0.159	0.235	0.127	0.277	0.125	0.133	0.270	0.153
平均值	0.191									
平均值标准偏差	0.013									

根据表 3.1 计算的批间标准偏差如表 2.2 所示。全程序空白测定结果落在不同批次本底测定值的±1σ_{ba}之内，由大气CO₂产生的¹⁴C污染可忽略不计。

表 2.2 不同批次的本底测定值及批间标准偏差 单位：cpm (min⁻¹)

测定值	0.194	0.166	0.208	0.197	0.204	0.196	0.186
	0.194	0.191	0.213	0.224	0.209	0.209	——
平均值	0.199						
批间标准偏差σ _{ba}	0.014						

6.2.8.2 淬灭水平控制——外标转换能谱指数 tSIE

苯样制备过程中引入的有色物质和其它各种杂质因产生淬灭而影响¹⁴C比放射性活度测定结果的准确度。淬灭水平可通过测定外标转换能谱指数（tSIE）进行评估。外标转换能谱指数的值越大，淬灭水平越低。用优级纯苯配置的本底样品通常具有更大的 tSIE，样品的 tSIE 大于本底的 tSIE 或比本底的 tSIE 低但差值绝对值不超过 50，则淬灭对计数率测定结果准确度的影响可忽略不计。

表 3.2 和表 3.3 分别给出分不同批次获得的本底和样品的 tSIE 测定值，表 2.3 是对各批次测定的样品和同批次测定的本底样品外标转换能谱指数测定结果的比较。样品 tSIE 测定结果大于本底 tSIE 测定结果、或大于“本底 tSIE－50”，表明

淬灭对计数测量准确度的影响可忽略不计。

6.2.8.3 综合控制效果评估

计数测量中,可将计数率测定结果的不确定度划分为放射性衰变的贡献和其它影响因素的贡献两个分量。表 3.4 给出了糖碳标准净计数率测定结果及平均值正态标准偏差计算结果,这些计算结果也汇总有表 2.4 中。正态标准偏差反映了所有影响因素对不确定度的贡献,其中放射性衰变固有的泊松分布对不确定度的贡献由净计数率平均值依下式计算:

$$\text{泊松分布标准偏差} = \sqrt{\text{净计数率平均值} (\text{min}^{-1}) / \text{累计计数时间} (\text{min})}$$

累计计数时间为 1000min,净计数率平均值在表 2.4 列出,泊松分布标准偏差计算结果亦列于表 2.4 中。

比较表 2.4 中列出的泊松分布标准偏差和正态标准偏差计算结果,二者无显著差异,说明相对于放射性衰变固有规律(服从泊松分布)对计数率测定结果不确定度的贡献,苯样制备过程中的其它影响因素的贡献可忽略不计。

表 2.3 不同批次不同样品和本底的外标转换能谱指数测定结果

样品编号	1	2	3	4	5	6	7	8
样品 tSIE	641	704	607	697	578	683	685	650
本底 tSIE	587	586	554	572	585	582	680	680
样品编号	9	10	11	12	13	14	15	——
样品 tSIE	638	682	667	705	697	631	678	——
本底 tSIE	680	583	697	588	583	588	582	——

表 2.4 糖碳标准净计数率测定结果标准偏差计算方法比较 单位: cpm (min⁻¹)

样品编号	1	2	3	4	5	6	7/8/9
净计数率平均值	9.22	9.04	10.62	8.77	9.20	9.02	8.77
泊松分布标准偏差	0.10	0.10	0.10	0.09	0.10	0.10	0.09
正态分布标准偏差	0.11	0.09	0.10	0.07	0.09	0.12	0.08
样品编号	10	11	12	13	14	15	——
计数率平均值	9.01	8.72	9.10	8.87	8.84	8.87	——
泊松分布标准偏差	0.09	0.09	0.10	0.09	0.09	0.09	——
正态分布标准偏差	0.09	0.10	0.08	0.09	0.07	0.11	——

注: 样品编号指与糖碳标准同时测定的样品的编号。

表 3.1 本底计数率测定结果

单位: cpm; 计数区间: 9.5keV~97keV

样品编号	1	2	3	4	5	6	7/8/9
起始测定日期	221120	221128	221130	221204	230719	230723	230804
测定值	0.211	0.288	0.256	0.177	0.234	0.174	0.269
	0.145	0.208	0.100	0.100	0.239	0.233	0.193
	0.297	0.108	0.120	0.305	0.208	0.150	0.225
	0.166	0.170	0.348	0.130	0.241	0.246	0.244
	0.187	0.152	0.128	0.187	0.150	0.256	0.170
	0.178	0.174	0.135	0.192	0.339	0.207	0.259
	0.089	0.150	0.245	0.150	0.196	0.172	0.112
	0.226	0.107	0.180	0.257	0.253	0.194	0.252
	0.229	0.181	0.186	0.175	0.199	0.224	0.158
	0.266	0.268	0.189	0.224	0.136	0.204	0.222
	0.107	0.185	0.206	0.127	0.328	0.211	0.242
	0.237	0.207	0.319	0.213	0.206	0.248	0.149
	0.139	0.117	0.259	0.215	0.157	0.131	0.107
	0.138	0.176	0.127	0.274	0.144	0.131	0.192
	0.146	0.184	0.217	0.284	0.120	0.155	0.143
	0.135	0.110	0.318	0.229	0.240	0.238	0.126
	0.189	0.120	0.314	0.171	0.224	0.227	0.110
	0.232	0.072	0.136	0.181	0.223	0.096	0.150
	0.350	0.107	0.252	0.111	0.147	0.238	0.237
	0.205	0.233	0.123	0.231	0.099	0.177	0.157
平均值	0.194	0.166	0.208	0.197	0.204	0.196	0.186
平均值标准偏差	0.015	0.013	0.017	0.013	0.014	0.010	0.012
样品编号	10	11	12	13	14	15	—
起始测定日期	230805	230810	230811	230819	230825	230829	—
测定值	0.254	0.261	0.252	0.223	0.372	0.195	—
	0.210	0.150	0.239	0.205	0.323	0.244	—
	0.183	0.206	0.249	0.128	0.173	0.224	—
	0.123	0.242	0.232	0.202	0.180	0.332	—
	0.107	0.155	0.068	0.191	0.252	0.256	—
	0.249	0.233	0.207	0.282	0.335	0.164	—
	0.217	0.090	0.229	0.209	0.194	0.109	—
	0.279	0.248	0.218	0.129	0.068	0.279	—
	0.201	0.242	0.164	0.241	0.149	0.235	—
	0.158	0.223	0.215	0.374	0.244	0.160	—
	0.173	0.020	0.155	0.191	0.142	0.211	—
	0.193	0.243	0.314	0.227	0.181	0.171	—
	0.232	0.181	0.260	0.286	0.275	0.209	—
	0.177	0.102	0.210	0.128	0.142	0.221	—
	0.185	0.280	0.060	0.252	0.216	0.200	—
	0.169	0.248	0.230	0.216	0.134	0.224	—
	0.176	0.202	0.261	0.261	0.187	0.204	—
	0.111	0.195	0.310	0.242	0.192	0.126	—
	0.207	0.145	0.306	0.245	0.235	0.245	—
	0.273	0.163	0.072	0.240	0.186	0.170	—
平均值	0.194	0.191	0.213	0.224	0.209	0.209	—
平均值标准偏差	0.011	0.015	0.017	0.013	0.017	0.012	—

注: 样品编号指与本底样品同时测定的样品的编号。

表 3.2 外标转换能谱指数测定结果（本底）

样品编号	1	2	3	4	5	6	7/8/9
起始测定日期	221120	221128	221130	221204	230719	230723	230804
测定值	586	582	559	581	584	576	681
	595	586	557	578	588	568	679
	589	584	557	578	582	576	685
	593	586	552	577	582	576	684
	589	589	553	576	586	575	682
	592	591	550	577	582	576	679
	591	586	557	587	586	579	682
	582	589	556	587	578	585	681
	582	592	553	585	582	588	679
	584	585	552	583	582	583	679
	590	594	552	588	582	578	682
	587	583	552	584	585	577	681
	589	579	553	579	589	588	677
	586	583	550	583	588	590	679
	581	583	554	383	594	586	681
	580	590	557	583	589	586	680
	583	585	552	585	589	583	678
	582	580	553	581	589	592	677
	586	590	558	582	584	587	674
	586	582	557	588	580	587	672
平均值	587	586	554	572	585	582	680
平均值标准偏差	1.0	0.9	0.6	10.0	0.9	1.4	0.7
样品编号	10	11	12	13	14	15	—
起始测定日期	230805	230810	230811	230819	230825	230829	—
测定值	588	699	589	589	594	578	—
	579	697	584	578	593	580	—
	586	698	590	588	593	585	—
	585	697	590	582	594	573	—
	574	697	586	583	584	582	—
	580	694	587	576	587	581	—
	580	670	588	582	583	585	—
	574	705	592	587	584	581	—
	580	699	586	581	586	584	—
	578	694	584	588	589	586	—
	576	698	591	585	589	579	—
	582	701	585	586	583	593	—
	587	700	583	590	595	583	—
	592	697	584	586	589	581	—
	582	695	595	580	588	580	—
	585	702	587	578	588	583	—
	583	696	588	584	587	583	—
	592	693	591	587	590	581	—
	590	701	588	579	579	585	—
	584	701	589	579	581	580	—
平均值	583	697	588	583	588	582	—
平均值标准偏差	1.2	1.6	0.7	0.9	1.0	0.9	—

注：样品编号指与本底样品同时测定的样品的编号。

表 3.3 外标转换能谱指数测定结果（样品）

样品编号	1	2	3	4	5	6	7	8
样品类型	防蚊液 1#	稳定剂	防水剂	萃取剂	精练剂 1#	匀染剂	保温剂	除油剂
起始测定日期	221120	221128	221130	221204	230719	230723	230804	230804
测定值	645	706	609	688	578	684	681	684
	641	705	605	690	577	688	680	638
	643	710	606	690	577	683	678	641
	647	710	603	692	575	685	685	643
	640	714	605	696	570	683	683	649
	652	713	607	693	580	681	687	650
	638	709	603	704	576	683	680	651
	637	703	602	705	582	684	682	648
	635	707	608	706	580	679	689	651
	636	706	600	705	574	683	680	646
	641	701	603	704	579	686	686	648
	635	703	604	705	576	681	687	646
	642	701	610	697	583	680	690	656
	642	694	608	696	582	683	685	653
	644	698	610	703	577	680	692	651
	644	697	609	670	583	684	689	651
	641	695	613	698	578	680	688	645
	642	699	609	702	578	686	691	653
	636	705	607	693	573	682	686	643
	635	707	611	694	574	682	688	651
平均值	641	704	607	697	578	683	685	650
平均值标准偏差	1.0	1.3	0.8	1.9	0.8	0.5	0.9	2.1
样品编号	9	10	11	12	13	14	15	16
样品类型	精练剂 2#	防蚊剂 2#	精练剂 3#	抗菌剂	柔软剂	精练剂 4#	精练剂 5#	—
起始测定日期	230804	230805	230810	230811	230819	230825	230829	—
测定值	672	682	664	706	699	632	677	—
	629	683	664	670	703	628	671	—
	632	688	664	697	704	629	673	—
	629	685	664	698	670	634	674	—
	636	680	665	697	702	637	674	—
	637	685	663	703	701	635	675	—
	636	676	669	695	701	628	682	—
	636	666	673	697	698	625	681	—
	637	678	672	704	703	630	677	—
	637	673	672	697	700	633	679	—
	641	673	665	700	700	629	675	—
	633	676	671	697	700	630	682	—
	637	687	670	698	698	632	680	—
	637	683	668	715	702	633	679	—
	642	687	667	706	695	636	679	—
	642	685	666	706	670	634	682	—
	636	690	668	796	700	628	678	—
	635	687	663	707	703	626	686	—
	636	685	669	704	694	629	681	—
	634	690	669	703	700	624	672	—
平均值	638	682	667	705	697	631	678	—
平均值标准偏差	2.0	1.4	0.7	5.2	2.2	0.8	0.9	—

表 3.4 糖碳标准净计数率测定结果

单位: cpm; 计数区间: 9.5keV~97keV

样品编号	1	2	3	4	5	6	7/8/9
起始测定日期	221120	221128	221130	221204	230719	230723	230804
测定值	9.626	8.769	10.705	8.955	9.622	9.410	8.118
	9.321	9.520	11.125	8.170	9.511	8.195	8.595
	9.237	8.907	10.373	8.196	9.277	9.526	9.048
	9.578	8.579	9.984	9.139	9.202	8.524	8.683
	9.083	9.404	10.666	9.304	9.374	9.061	9.555
	9.507	9.176	11.333	8.882	8.991	9.387	9.020
	9.422	9.148	10.515	8.951	9.260	9.872	8.759
	9.617	8.281	10.148	8.751	8.998	8.601	8.938
	9.538	9.654	10.358	8.888	8.820	8.907	8.618
	8.068	8.378	11.126	8.465	9.860	10.084	9.190
	8.628	9.510	9.994	8.801	9.130	9.590	8.610
	9.268	9.041	10.834	8.973	9.228	8.612	8.434
	8.743	9.467	11.286	8.930	9.419	8.714	8.761
	10.083	8.701	10.633	8.851	9.738	9.092	8.977
	8.684	8.912	10.679	8.355	9.211	8.590	9.015
	8.621	9.550	10.238	9.076	8.593	8.852	9.118
	9.646	8.682	10.104	8.682	8.577	9.337	8.393
	9.299	9.183	11.075	9.055	8.413	9.211	8.952
	9.311	8.750	10.252	8.749	9.891	8.702	8.306
	9.143	9.091	11.057	8.301	8.822	8.149	8.365
平均值	9.22	9.04	10.62	8.77	9.20	9.02	8.77
平均值标准偏差	0.11	0.09	0.10	0.07	0.09	0.12	0.08
样品编号	10	11	12	13	14	15	—
起始测定日期	230805	230810	230811	230819	230825	230829	—
测定值	9.672	8.754	9.259	8.501	8.807	9.045	—
	8.578	9.331	9.356	9.021	8.611	8.424	—
	8.906	8.357	8.935	8.457	8.807	8.666	—
	9.006	8.785	9.507	8.917	8.870	8.517	—
	9.084	8.694	8.932	9.326	8.720	9.199	—
	8.498	9.120	9.088	9.171	8.825	9.224	—
	8.316	8.852	9.417	9.325	8.311	8.765	—
	8.937	7.999	8.804	9.128	9.189	8.552	—
	8.437	8.577	9.118	8.524	9.563	8.521	—
	9.396	8.539	8.883	8.601	8.810	9.500	—
	9.072	9.761	8.371	9.484	8.219	8.751	—
	8.687	9.183	9.481	8.549	9.149	8.856	—
	9.891	8.417	9.074	9.000	9.083	8.389	—
	8.748	8.566	9.717	8.403	8.692	8.766	—
	9.043	7.747	8.968	9.530	9.003	8.265	—
	9.024	8.651	8.776	8.407	9.370	9.104	—
	8.813	8.801	9.326	9.381	8.792	8.636	—
	9.450	8.681	9.307	8.545	8.692	10.156	—
	9.333	8.751	9.136	8.128	8.444	8.352	—
	9.244	8.822	8.501	8.999	8.894	9.696	—
平均值	9.01	8.72	9.10	8.87	8.84	8.87	—
平均值标准偏差	0.09	0.10	0.08	0.09	0.07	0.11	—

注 1: 测定值为扣除本底以后的值;

注 2: 样品编号指标准计数样品(苯)随该样品同时测量。标准苯样采用与被测样品相同的程序用国家一级标准物质“中国糖碳”制备。

6.3 实际样品分析

采用本文件方法对多个市场上商品化的纺织染整助剂样品进行检测，测试结果见表4。采样包含前处理、染色、印花、后整理、功能、涂层等各类纺织印染助剂产品。结果显示，本方法对各类染整助剂均适用，具有广泛的适应性。

表4 实际样品生物基含量测试结果

编号	样品名称	生物基含量/%
1	防蚊液 1#	33.60
2	稳定剂	78.00
3	防水剂	66.90
4	萃取剂	100.00
5	精练剂 1#	15.36
6	匀染剂	90.51
7	保温剂	55.00
8	除油剂	59.95
9	精练剂 2#	33.44
10	防蚊剂 2#	27.00
11	精练剂 3#	90.51
12	抗菌剂	99.55
13	柔软剂	1.75
14	精练剂 4#	42.08
15	精练剂 5#	30.76

7 协同验证试验

通过江苏瑞邦检测有限公司、无锡德冠生物科技有限公司两家单位进行的验证试验，对本方法进行协同验证。两家实验室的验证结果见表5。

验证样品为盲测样（中国糖碳 CSC 标准样品）和 FINFOCE CHT BIO（BETA 测试值 74%），两家实验室按本文件方法进行验证试验，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。两家实验室的验证报告详见附件：

附件一：江苏瑞邦检测有限公司 验证报告

附件二：无锡德冠生物科技有限公司 验证报告

表 5 实验室协同验证结果

样品基质	生物基含量/%	
	江苏瑞邦检测有限公司	无锡德冠生物科技有限公司
盲测样	99.97	99.91
FINFOCE CHT BIO	73.85	74.26

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

生物基含量是生物基纺织印染助剂的核心评价指标之一，而生物基含量检测则是规范生物基纺织印染助剂产业发展的核心技术。国内国外暂无关于生物基纺织印染助剂的测试方法和界定标准，因此，制定《纺织染整助剂 生物基含量的测定 碳十四法》标准是十分必要的。本标准的提出和制定，能够填补这方面专业领域的空白，对于规范和促进该领域的生物基纺织印染助剂的研发、生产和销售具有非常重要的实际意义和广阔的应用前景，有利于规范生物基纺织印染助剂的质量要求，有利于生物基纺织印染助剂行业规范行业行为，确保消费者、生产操作者免受石油化学品的毒害，确保其身体健康，同时，为质监部门开展生物基纺织印染助剂的生物基含量检测提供了科学方法及强有力的技术支撑，该标准将有助于避免质量纠纷，去伪存真，促进行业有序发展。

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化工行业标准。

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

本文件为首次制定，无废止其他相关标准建议意见。

14 其它应予说明的事项

无。

15 主要参考文献

[1] GB/T 6682 《分析实验室用水规格和试验方法》.

[2] ASTM D6866 《用放射性碳分析法测定固体、液体和气体样品生物基含量的标准试验方法》.

[3] ISO 16620-2 《塑料—生物基含量—第 2 部分：生物基碳含量的测定》.

附件一：江苏瑞邦检测有限公司 验证报告

验证报告

项目名称	纺织染整助剂 生物基含量的测定 碳十四法
委托单位	江苏新瑞贝生物科技股份有限公司
验证单位	江苏瑞邦检测有限公司
验证样品	盲测样和 FINFOCE CHT BIO
验证方法	依据《纺织染整助剂 生物基含量的测定 碳十四法》（征求意见稿）
验证日期	2025. 5. 1-2025. 5. 31

验证试验结果

样品基质	生物基含量/%
盲测样	99.97
FINFOCE CHT BIO	73.85

注：由委托单位提供验证样品。

验证单位（盖章）
验证人（签字）
日期：2025-5-31



附件二：无锡德冠生物科技有限公司 验证报告

验证报告

项目名称	纺织染整助剂 生物基含量的测定 碳十四法
委托单位	江苏新瑞贝生物科技股份有限公司
验证单位	无锡德冠生物科技有限公司
验证样品	盲测样和 FINFOCE CHT BIO
验证方法	依据《纺织染整助剂 生物基含量的测定 碳十四法》（征求意见稿）
验证日期	2025. 5. 1-2025. 5. 31

验证试验结果

样品基质	生物基含量/%
盲测样	99.91
FINFOCE CHT BIO	74.26

注：由委托单位提供验证样品。

验证单位盖章
验证人（签字）
日期：2025-5-31

