

ICP-AES测定鼠标垫中的镉和铅

No.ICP-007

摘要：样品经酸消解后直接用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)测定其中有害元素含量。本文通过对样品进行微波消解，在无需基体匹配的情况下，得到了准确的分析结果。回收率在98.5~99.3%，相对标准偏差<1%(n=6)，溶液检出限<0.01 ($\mu\text{g/mL}$)。

关键词：ICP-AES 鼠标垫 镉 铅

鼠标垫是我们生活和工作中的必需品，我们每天都在和这个小小的鼠标垫密切接触。随着社会的快速发展和工艺水平的不断提高，市场上出现了各式各样的造型可爱，五颜六色、甚至包装成精美礼品的鼠标垫。它的材质也是五花八门，其中橡胶材质的因其独特的防滑和廉价备受厂家青睐。但是很多使用者并不了解它可能会带给我们身体的伤害。因其原材料中和加工过程都可能引进有害元素镉和铅，本文就是应用ICP-AES准确检测了橡胶鼠标垫中的镉和铅。

实验部分

1、仪器及工作条件

岛津公司ICPS-8100等离子光谱真空扫描型发射光谱仪。

光源：频率27.12 MHz

高频输出功率为：1.2 kW。

同轴雾化器

旋流雾室

光栅：焦距 1 m，刻线数 4960 条 /mm

冷却气流速：14 L/min

辅助气流速：1.2 L/min

载气流速：0.7 L/min

净化气流速：3.5 L/min

采用纵向观测方式

2、实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品；实验所用酸均为BTV-Ⅲ级试剂，工作曲线用标准溶液为国家标准物质中心所制，实验用水为超纯去离子水。

3、样品前处理

称取样品 0.1 g于微波消解罐中，加入 8 mL 浓硝酸进行微波消解。升温程序如下。消解完毕，冷却，用纯净水定容至 50 mL。

表1 微波升温程序

功率 W	温度 ℃	升温方式	时间 min
500	80	RAMP	5
500	120	RAMP	5
800	160	RAMP	5
1000	210	RAMP	5
1000	210	STEP	20

4、工作曲线

配制工作曲线系列，并控制酸度16%

表2 工作曲线 ($\mu\text{g/mL}$)

元素	STD1	STD2	STD3	STD4
Cd	0	0.1	0.3	0.5
Pb	0	1	3	5

结果与讨论

1、分析线的选择

橡胶为有机样品，消解后基本没有基体干扰，选择灵敏度高的谱线作为分析线。

表3 分析线

元素	波长(nm)
Cd	226.502
Pb	220.351

2、回收试验

在6个平行样品中加入等量待测元素标准溶液，按实验方法及测定条件测定，计算回收率。

3、精密度试验

平行称取6个试样，按实验方法及测定条件进行检测，并计算6次检测结果的相对标准偏差。

表4 回收率、相对标准偏差 (n=6)

元素	测定值 mg/L	RSD %	加标 mg/L	回收率 %
Cd	0.06	0.76	0.1	98.5
Pb	3.51	0.38	3	99.3

4、检出限

检出限与仪器的性能、样品的基体、元素的灵敏度等都有密切关系。对空白标准溶液中的分析元素进行10次测定，计算出标准偏差(SD)，按下列公式计算，结果见表。

$$DL=3 \times SD$$

5、结果对照

按本方法试验测定结果与认定值相符。

表5 方法的检出限

元素	检出限 (µg/L)
Cd	1.0
Pb	10

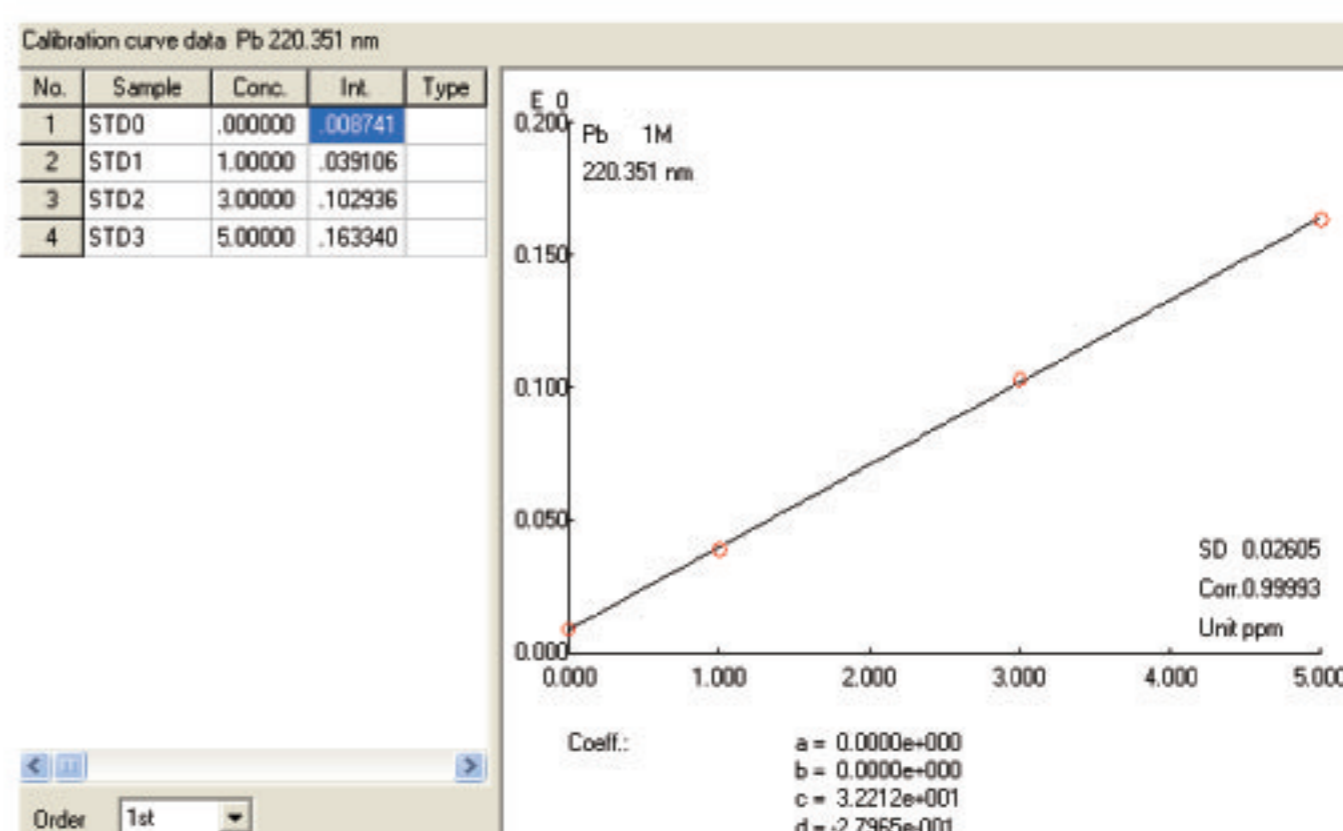
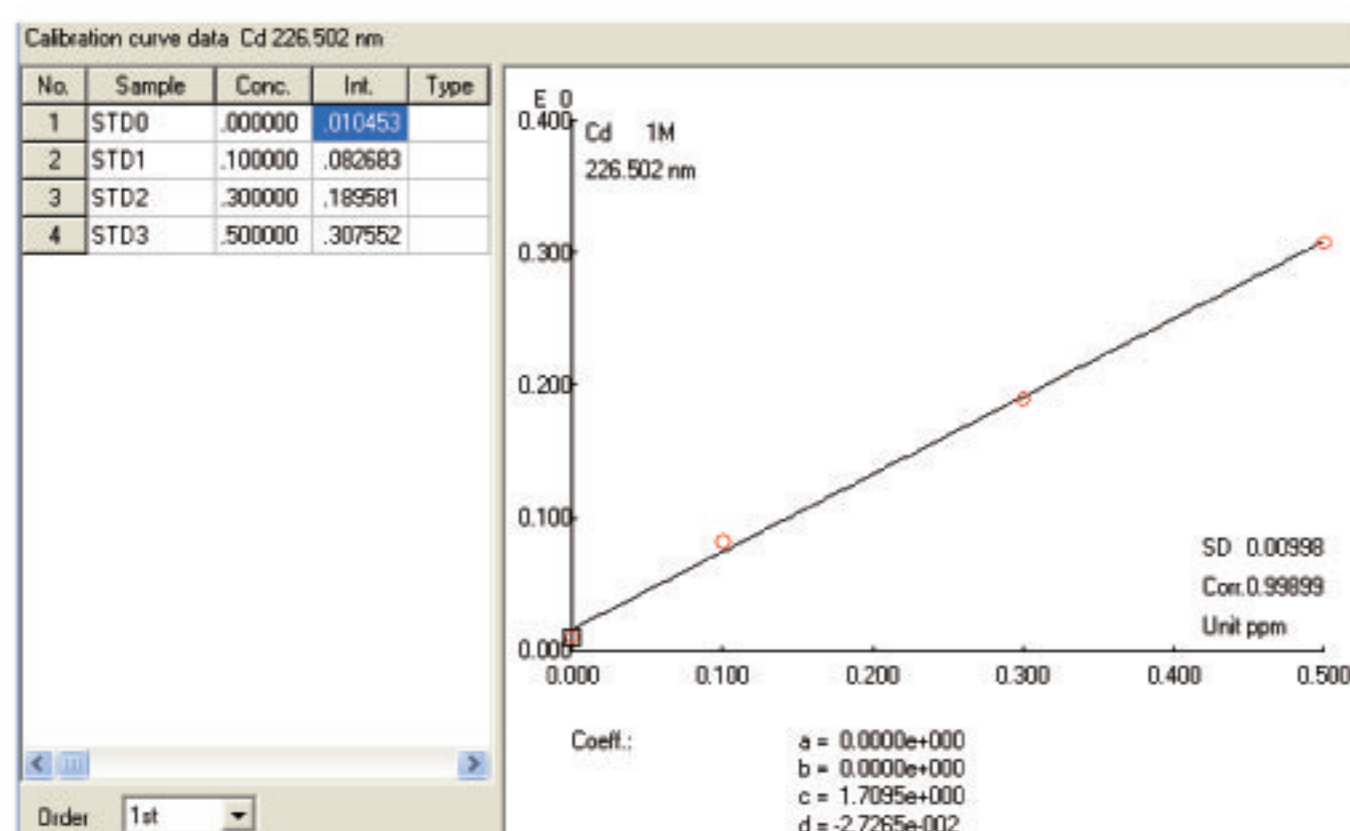
表6 结果对照

元素	ICP 测定值 (%)	认定值 (%)
Cd	0.003	0.003
Pb	0.18	0.18

结论

本方法可以准确测定鼠标垫及其橡胶类样品含量，为质量控制提供可靠依据。

图一 工作曲线图



图二 谱线轮廓图

