

ICPE-9000 测定纺织品中八种重金属元素

ICP-016

摘要：样品经酸性汗液萃取后，用电感耦合等离子体发射光谱仪在相应分析波长下对萃取液中砷、镉、钴、铬、铜、镍、铅、锑八种重金属元素进行定量分析，结果表明，仪器线性关系及重复性良好，定量准确，回收率在96%~103.5%之间，完全满足企业日常分析的要求。

关键词：纺织品 酸性汗液 重金属

纺织品所呈现的各种颜色都是利用染料印染形成。目前所使用的染料主要分为有机染料和无机染料，无机染料包含了紫蓝绿色系中的铬青、氧化铬青、铝酸亚钴、钴蓝等；黄橙色系的铬黄、铬橙及铬酸锌黄；红色系的硒化镉及硫化镉；黑色系的氧化铁、铬、钴混合物；白色系的二氧化钛、铅白及氧化锌等。在使用这些无机染料对纺织品着色时，会有微量重金属残留，当残留金属元素遇到汗水浸湿时会游离出来被皮肤所吸收而积累在

人体内，当金属元素在人体内积累到一定程度便会对人的健康造成损害。生态纺织品标准 Oeko-tex100 中规定各元素限值分别为：镉 0.1 mg/kg，砷、铅 1 mg/kg，铬 2 mg/kg，钴、镍 4 mg/kg，锑 30 mg/kg，铜 50 mg/kg。

本文参照 GB/T 17593.2-2007，利用岛津公司的 ICPE-9000 对纺织品中的八种重金属元素进行分析，结果表明，仪器线性关系及重现性好，测定快速，灵敏度高，可以满足企业日常检验的要求。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 电感耦合等离子体发射光谱仪
恒温水浴振荡器：37 ± 2 ，振荡频率为 60 次 /min
具塞三角瓶：150 mL

1.2 分析条件

高频功率：1.2 kw 等离子体气：10.0 L/min 辅助气体：0.6 L/min 载气：0.7 L/min 曝光时间：30 s
灵敏度：宽范围 观测方向：轴向观测 溶剂清洗时间：30 s 样品清洗时间：30 s

1.3 试剂

砷、镉、钴、铬、铜、镍、铅、锑标液溶液（1000 mg/L）
酸性汗液，配制方法如下：
每升溶液中含 L- 组氨酸盐酸盐一水合物（ $C_6H_9O_2N_3 \cdot HCl \cdot H_2O$ ）0.5 g
氯化钠（NaCl）5.0 g
磷酸二氢钠二水合物（ $N_4H_2PO_4 \cdot 2H_2O$ ）2.2 g
用 $C(NaOH)=0.1$ mol/L 氢氧化钠溶液调整试液 PH 值至 5.5

1.3 样品制备

样品剪碎至 5 × 5 mm 以下，混匀，称 4 g 试样两份 (精确至 0.0001 g) 于具塞三角瓶中，加入 80 mL 酸性汗液，恒温水浴振荡 60 min，冷却至室温后过滤待测。同时做样品空白实验。

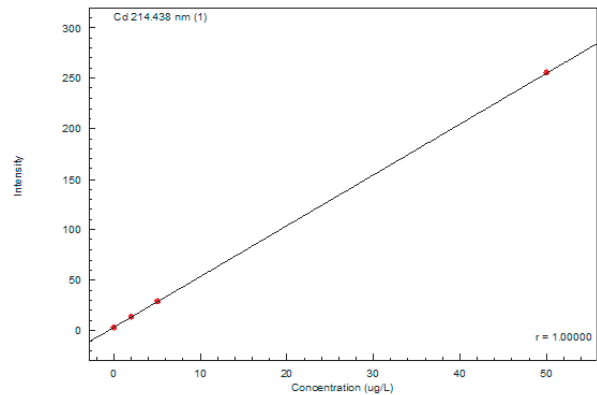
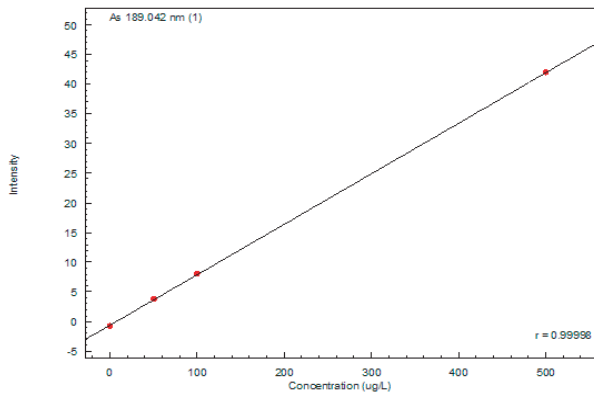
■ 结果讨论

2.1 标准曲线

As、Cd、Co、Cr、Cu、Ni、Sb 八种金属元素标准曲线如下：

表 1 各元素标准溶液浓度

元素	分析波长 (nm)	浓度 (μg/L)			
		0	50	100	500
As	189.042	0	50	100	500
Cd	214.438	0	2	5	50
Co	228.616	0	500	1000	2000
Cr	205.552	0	50	100	200
Cu	324.754	0	500	2000	10000
Ni	221.647	0	50	200	1000
Pb	220.353	0	50	100	200
Sb	206.833	0	1000	2000	4000



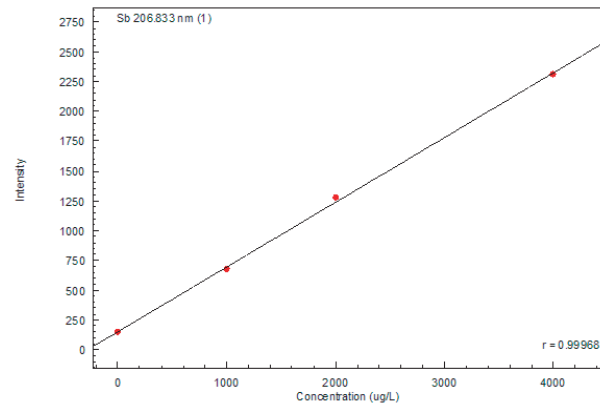
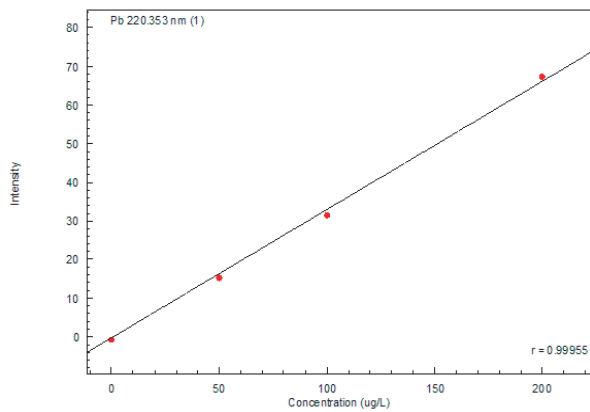
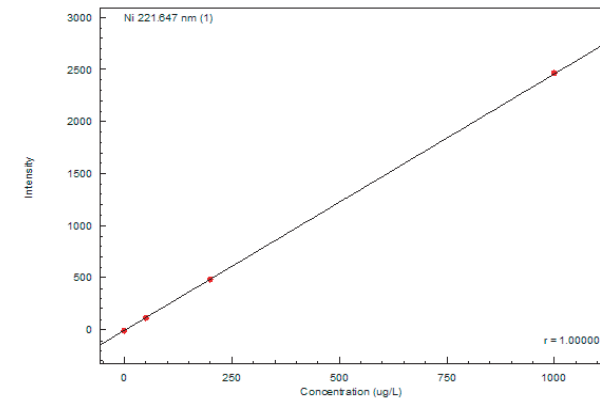
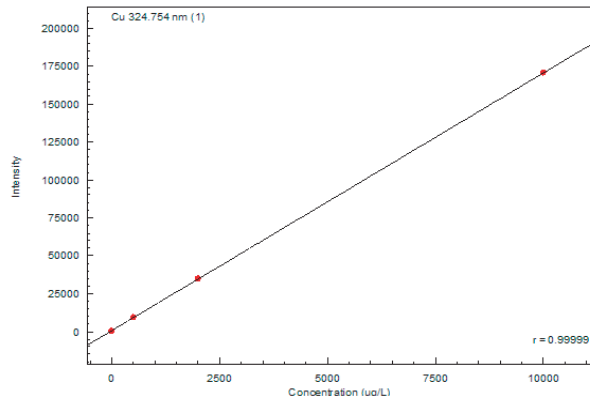
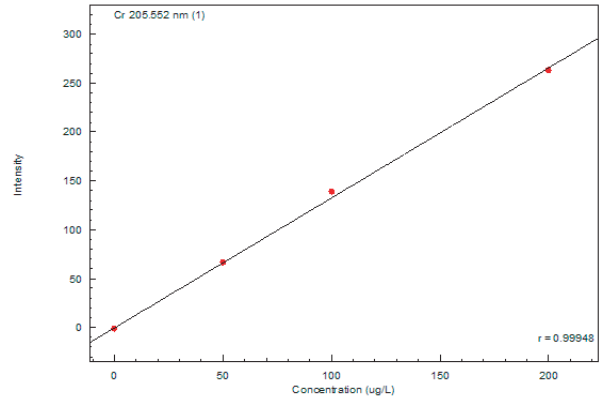
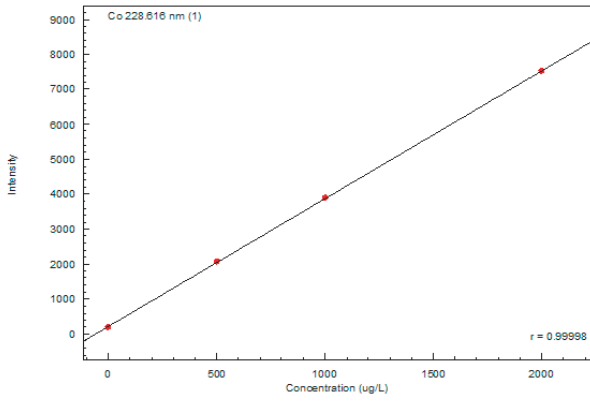


图 2 八种元素的工作曲线图

2.3 样品测试结果及精密度

表 2 样品测试结果及精密度 (n=6)

元素	分析波长 (nm)	样品含量 (mg/kg)	RSD%
As	189.042	0.83	1.02
Cd	214.438	N.D	3.26
Co	228.616	2.27	0.66
Cr	205.552	1.27	2.13
Cu	324.754	28.60	0.35
Ni	221.647	1.33	0.7
Pb	220.353	N.D	6.88
Sb	206.833	21.9	0.23

2.4 仪器检测限及回收率

对空白样品的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 3。配制 1 mg/L 镉，10 mg/L 砷、铬、镍、铅，100 mg/L 钴、铜、锑混合标样，准确称量 0.4 g 样品，取 0.4 mL 上述混标加至样品中晾干后按同样步骤做前处理，加标回收率结果见表 4

表 3 各元素检出限 (μg/L)

元素	As	Cd	Co	Cr	Cu	Ni	Pb	Sb
检出限	5.37	0.24	0.5	0.55	0.59	0.30	3.04	5.6

表4 加标回收率结果

元素	测定值(mg/kg)	加标量(mg/kg)	加标后测定值(mg/kg)	回收率(%)
As	0.83	1	1.79	96
Cd	N.D	0.1	0.102	102.0
Co	2.27	10	12.09	98.2
Cr	1.27	1	2.29	102
Cu	28.60	10	38.79	101.9
Ni	1.33	1	2.36	103
Pb	N.D	1	0.97	97.0
Sb	21.9	10	32.25	103.5

3. 结论

采用岛津公司 ICPE-9000 电感耦合等离子体发射光谱仪，对纺织品样品中的八种重金属进行了分析，结果表明，仪器线性关系及重复性良好，定量准确，回收率在 96% ~103.5% 之间且测定速度快，完全满足企业日常定量分析的要求。