

ICP-MS 测定木质家具表面涂层中重金属迁移量

ICPMS-160

摘要：参考国家标准《家具中有害物质限量》修订草案和《GB 6675.4-2014 玩具安全 第4部分：特定元素的迁移》，利用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030，快速测定了木质家具表面涂层可迁移元素铅、镉、铬、汞、砷、锑、硒和钡的迁移量。实验结果表明，方法检出限在 0.00015 mg/kg ~0.0033 mg/kg 之间，灵敏度高；加标回收率在 93.1~114% 之间，回收率良好。该方法灵敏度高、线性范围广、抗干扰能力强，适用于家具表面涂层中可迁移重金属检测。

关键词：ICP-MS 木质家具 表面涂层 重金属

家具表面涂层中的重金属看不见、摸不着，在与人体接触摩擦或适合的溶剂作用下，可能发生迁移转化、危害人体健康。铅会损害人体神经、造血和生殖系统，婴幼儿对铅的吸收率高达 53%，约为成人的 5 倍，影响儿童成长发育和智力发展。砷、汞、镉等元素均是对危害人体健康的有毒有害元素。为保障消费者的安全，国家出台《GB 18584-2001 室内装饰装修材料 木家具中有害物质限量》标准，规范了家具涂层中可溶性铅、镉、铬和汞的限量。最新公布的《家具中

有害物质限量》修订草案中删除了可溶性金属相关内容，新增了家具表面涂层中可迁移元素铅、镉、铬、汞、砷、锑、硒和钡 8 种元素的限量和试验方法。

本文参考国家标准《家具中有害物质限量》修订草案和《GB 6675.4-2014 玩具安全 第4部分：特定元素的迁移》，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 (ICPMS-2030)，快速测定了木质家具表面涂层可迁移元素铅、镉、铬、汞、砷、锑、硒和钡的迁移量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验用盐酸为优级纯；实验用水为去离子水。

多元标准溶液 (20 mg/L)，美国 AccuStandard；钕、镨、铈、钐、铽混合标准溶液 (100 mg/L)，美国 AccuStandard。

1.3 样品前处理

取 1.00 g 木质家具表面涂层样品于 100 mL 样品瓶中，加入 0.07 mol/L 的盐酸溶液至 100 mL，摇匀后用 2 mol/L 的盐酸调 pH 至 1.0~1.5；避光，在 37±2℃ 条件下连续振荡 1 h 后，37±2℃ 放置 1 h；用 0.45 μm 的滤膜过滤后待测。相同的方法制备空白样品和加标样品。

1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

炬管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

等离子体气流速：9.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度：5℃

高频频率：27.12 MHz

碰撞池参数:

碰撞气种类: He

池电压: -21 V

碰撞气流速: 6.0 mL/min

能量过滤器电压: 7.0 V

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

使用 1% 盐酸配制 As、Ba、Cd、Cr、Hg、Pb、Sb 和 Se 混合标准溶液，浓度见表 1，根据样品的实际浓度选择标准曲线的范围。

表 1 分析元素质量数及标准溶液浓度

分析元素	内标元素	标准曲线浓度 (μg/L)							
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8
⁷⁵ As	⁷² Ge	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20	100
¹³⁷ Ba	¹⁰³ Rh	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20	100
¹¹¹ Cd	¹⁰³ Rh	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20	100
⁵² Cr	⁷² Ge	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20	100
²⁰² Hg	²⁰⁹ Bi	0	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00	---	---
²⁰⁸ Pb	²⁰⁹ Bi	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20	100
¹²¹ Sb	¹⁰³ Rh	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20	100
⁷⁸ Se	⁷² Ge	0	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20	100

2.2 元素标准曲线如下:

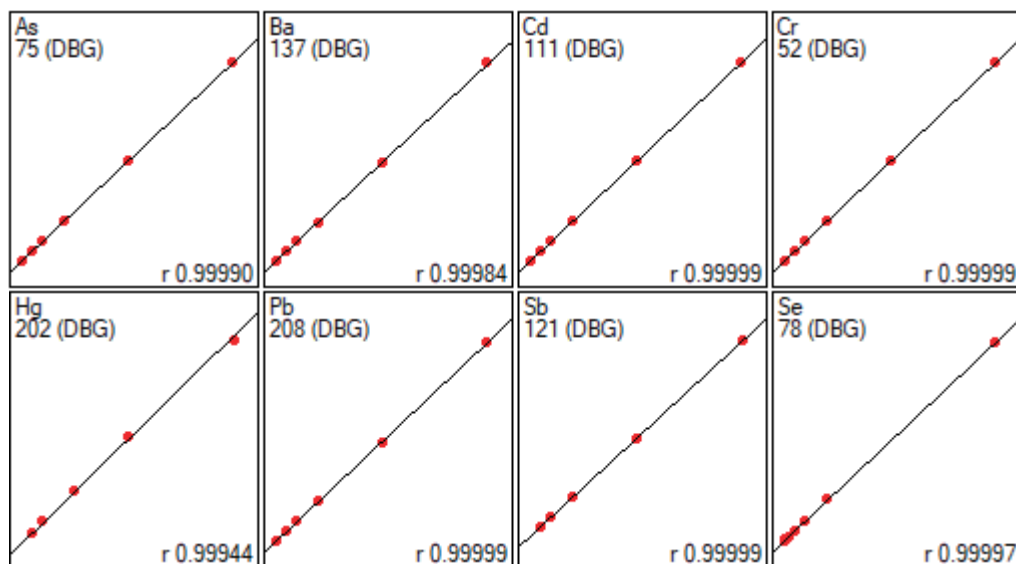


图 1 各元素的标准曲线图

2.3 方法检出限

对空白溶液进行 6 次测定，以测定结果的 3 倍标准偏差计算检出限，按照称量 1.00 g 定容至 100 mL 计算得到该方法的检出限和定量限，详细结果如表 2。

表 2 各元素的方法检出限和定量限

元素	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)
As	0.0013	0.0043
Ba	0.0033	0.011
Cd	0.00035	0.0012
Cr	0.0014	0.0047
Hg	0.00026	0.00087
Pb	0.00015	0.00050
Sb	0.00077	0.0026
Se	0.0028	0.0093

2.4 样品分析结果

按照“1.3 样品前处理”将样品处理后，使用 ICPMS-2030 依次测定标准溶液和样品，测定结果见表 3。加标回收率为在 93.1~114% 之间，回收率良好。

表 3 木质家具表面涂层迁移实验结果

元素	木质家具表面涂层				
	测定结果 (µg/L)	迁移量 (mg/kg)	加标量 (µg/L)	加标后结果 (µg/L)	回收率 (%)
As	N.D.	---	2.00	2.28	114
Ba	0.35	0.035	2.00	2.35	100
Cd	N.D.	---	2.00	2.02	101
Cr	0.14	0.014	2.00	2.08	97.2
Hg	N.D.	---	2.00	2.19	110
Pb	0.22	0.022	2.00	2.19	98.7
Sb	0.97	0.097	2.00	2.83	93.1
Se	N.D.	---	2.00	2.28	114

备注：N.D. 表示未检出

■ 结论

参考国家标准《家具中有害物质限量》修订草案和《GB 6675.4-2014 玩具安全 第 4 部分：特定元素的迁移》，快速测定了木质家具表面涂层可迁移元素铅、镉、铬、汞、砷、锑、硒和钡的迁移量。该方法灵敏度高、线性范围广、抗干扰能力强，适用家具表面涂层中可迁移重金属检测。

岛津应用云

