

ICPMS-2030 测定“假水”玩具材料中的硼酸和硼酸盐含量

ICPMS-165

摘要：本文参考国家标准《玩具材料中硼酸和硼酸盐含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（征求意见稿），使用岛津 ICPMS-2030 系列，对儿童“假水”玩具中的可迁移的硼酸及硼酸盐进行测定，实验结果表明，该方法操作简便，仪器在 0~1000 $\mu\text{g/L}$ 范围内线性良好，检出限低，加标回收率在 97.0%~100.6% 之间，可满足玩具材料中可迁移的硼酸及硼酸盐测定。

关键词：ICPMS-2030 系列 “假水”玩具 硼

“假水”玩具，是近期一种风靡于学生群体中的网红玩具，外包装各式各样，内装液态胶体物质，颜色五彩缤纷气味香甜。状态黏稠可流动，可以随意变换形态。液体颜色与市场销售的知名饮品极度相似，有的假水玩具散发香味，容易导致儿童误食。而很多生产商为了改变水样物质的流动性，让“假水”更具弹性，延展性更强，实现手感更佳的效果，在其中加入过量硼砂。

儿童在玩耍“假水”的过程中，通过破损的皮肤以及口部不慎直接或间接接触，都会使过量的硼砂进入人体，久而久之会不断累积，埋下健康隐患。

研究表明，硼砂不仅可以通过食道进入人体内部发生中毒现象，还可以通过皮肤接触让人中毒。尽管每次摄入量不多，但排出的速度很慢，从而积少成多，最终会在体内蓄积而中毒。硼砂对人体多种器官都有毒害，危害消化道酶的作用，使食欲减退，抑制吸收各种营养素，从而加快分解脂肪，体重减轻，急性还

会出现呕吐、腹泻、头晕、头痛等症状，甚至出现红斑、循环系统障碍、休克、昏迷等硼酸症。成人中毒的剂量为 1~3 g，15~20 g 为致死量；儿童误食 5 g 即可致死，婴儿误食 2~3 g 可致死。100 mg/d 为慢性硼中毒的最小剂量。

加拿大早在 2011 年就禁止在玩具中使用硼酸，欧盟玩具安全指令 2009/48/EC 和标准《EN71-3: 2013 700-2014 玩具安全第三部分：特定元素的迁移》对玩具材料可迁移元素的含量有严格限定，而国内尚无玩具中硼砂的限制使用要求，我国对硼砂管控的法规有《GB/T 39498-2020 消费品中重点化学物质使用控制指南》，其中作为第二类消费品的玩具，其硼元素的迁移量不超过 300 mg/kg。玩具中硼砂（硼酸）测定意义重大，本文参考国家标准《玩具材料中硼酸和硼酸盐含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（征求意见稿），使用岛津 ICPMS-2030 系列，对儿童“假水”玩具中的可迁移的硼酸及硼酸盐进行了测定。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿为塑料材质，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；实验所用盐酸为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品前处理

准确称取 0.1 g（精确到 0.001 g）“假水”样品于 50 mL 塑料离心管中，加入 0.07 mol/L 的盐酸提取液 5 mL，涡旋 1 min，使样品充分分散。测量混合物的 pH 值，一边摇动混合物，一边滴加 2 mol/L 盐酸直至 pH 达到 1.0 至 1.5 之间，使混合物避光。旋紧盖子，置于 37°C \pm 2°C 恒温水浴中，振摇提取 1 h，再置于 37°C \pm 2°C 的温度下静置 1 h，取上层清液用 0.45 μm 滤膜过滤后，待测。同法制备样品空白溶液和样品加标溶液。

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: 8.0 L/min

载气流速: 0.7 L/min

雾化器类型: 同心

雾室温度: 5 °C

高频频率: 27.12 MHz

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

以 0.07 mol/L 盐酸溶液为介质配制浓度为 0、2.0、10.0、50.0、100.0、500.0、1000.0 $\mu\text{g/L}$ 的硼 B 标准序列, 标准曲线见图 1, 线性相关系数 $r=0.99999$ 。内标元素 Be (^9Be) 浓度为 500 $\mu\text{g/L}$, 采用内标组件在线添加。

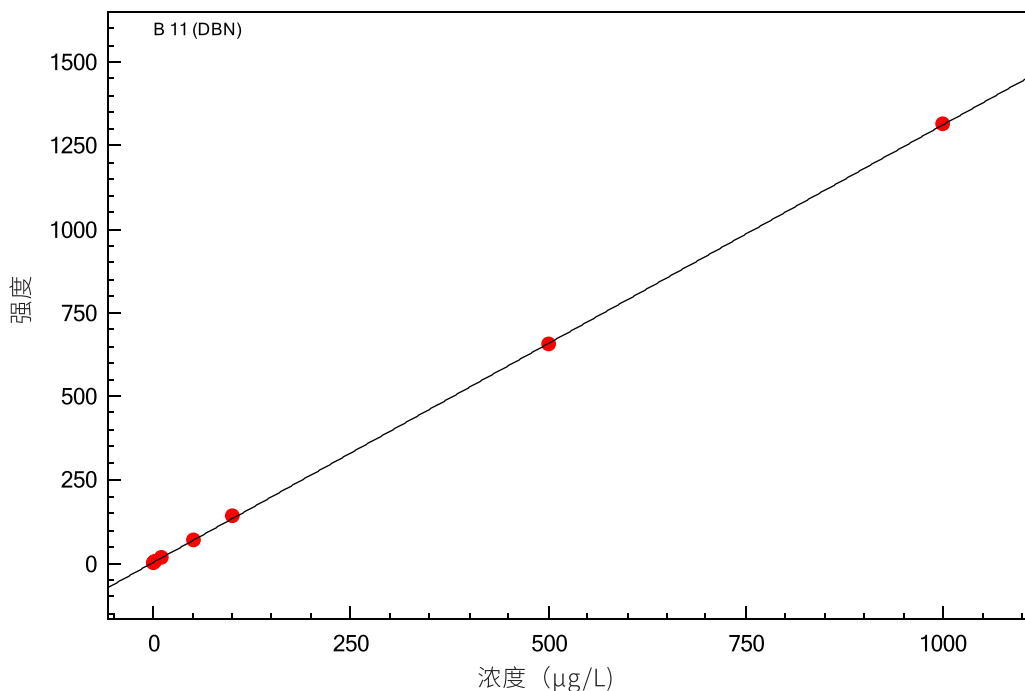


图 1 B 元素的标准曲线 $r=0.99999$

2.2 检出限

按照实验方法对样品空白进行 11 次测定, 计算硼元素的仪器检出限, 按照称样量 0.1 g, 提取剂 5 mL 计算, 得到方法检出限, 及定量下限, 结果见表 1。定量下限小于标准要求 0.100 mg/kg。

表 1 检出限结果

元素	内标	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 (mg/kg)	定量下限 (mg/kg)
^{11}B	^9Be	0.220	0.011	0.037

2.3 样品分析及加标回收率

使用 ICPMS-2030 系列测定了“假水”玩具样品中的硼含量, 为考察方法的准确性, 对样品进行加标回收, 实验结果见表 2。

表 2 “假水”玩具样品分析及加标回收率

元素	内标	分析结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标后测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(n=3) (%)	加标回收率 (%)
^{11}B	^9Be	370	1850	100	470	2.31	100.0
				300	661	0.48	97.0
				500	873	1.89	100.6

样品中 B 元素含量 1850 mg/kg；样品含量以硼酸 (H_3BO_3) 计，为 10581 mg/kg；样品含量以硼砂 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 计，则为 42776 mg/kg。

■ 结论

参考国家标准《玩具材料中硼酸和硼酸盐含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（征求意见稿），使用岛津 ICPMS-2030 系列，对儿童“假水”玩具中的可迁移的硼酸及硼酸盐进行了测定。在 0~1000 $\mu\text{g/L}$ 的宽范围内，硼元素的相关系数 $r=0.99999$ ，定量下限为 0.037 mg/kg，优于法规要求，精密度为 $\text{RSD}<3\%$ ，不同浓度的加标回收率在 97.0%~100.6% 之间，该方法操作简便、快速，测试结果准确，可适用于玩具材料中可迁移的硼酸及硼酸盐测定。

岛津应用云

