

ICP-MS 测定塑料中 Cd、Hg、Pb 和总 Cr 含量

ICPMS-173

摘要：参考国家标准 GB/T 38290-2019《塑料材料中镉含量的测定》、GB/T《38291-2019 塑料材料中铅含量的测定》、GB/T 38292-2019《塑料材料中汞含量的测定》，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪（ICPMS-2030 系列）测定了塑料中 Cd、Cr、Hg 和 Pb 四种重金属的含量。实验结果表明，四种元素方法检出限为 0.83 μg/kg~4.59 μg/kg，塑料标准物质 RMX-A019 和 RMX-A028 测定结果与标准值一致，测定 RSD 小于 3%，平行测定的 RPD 小于 3%。该方法适用于塑料及其制品中 Cd、Cr、Hg 和 Pb 的检测。

关键词：ICP-MS 塑料 重金属

塑料具有原料来源广泛、品种繁多、易于加工、性能优异等特点，目前已成为各行各业不可缺少的一类重要材料。许多食品包装材料、儿童玩具、医疗器械等用品均为塑料材质，这些产品因直接和人类接触，其中所含有毒有害重金属元素有可能影响人体健康与安全，因此对其含量有着严格限制。

GB/T 38295-2019《塑料材料中铅、镉、六价铬、汞限量》将于 2020 年 11 月 1 日起正式实施，该标准对包括婴幼儿用品、食品接触材料、电子电气、汽车、家具用品、一般塑料用品等各类塑料材料、母粒及其

制品中重金属元素进行了明确的限量要求（见表 1）。

配套检测标准 GB/T 38290-2019《塑料材料中镉含量的测定》、GB/T 38291-2019《塑料材料中铅含量的测定》、GB/T 38292-2019《塑料材料中汞含量的测定》也将于 2020 年 11 月 1 日起正式实施，指定电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）检测塑料材料中镉、铅、汞等元素含量。

本文参考以上检测标准，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪（ICPMS-2030 系列），测定了塑料中 Cd、Hg、Pb 和总 Cr 四种重金属的含量。

表 1 塑料材料中铅、镉、汞、六价铬限量（GB/T 38295-2019）（单位：mg/Kg）

项目	婴幼儿用品塑料材料	食品及医用接触塑料材料	电子电气、汽车、家具用品 塑料材料及一般塑料用品
铅	100	100	1000
镉	50.0	100	100
汞	50.0	100	1000
六价铬	100	100	1000

■ 实验部分

1.1 仪器与夹具

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪，微波消解仪。

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；实验用水为去离子水。HNO₃（德国 Merck，分析级）；H₂O₂（比利时 Acros，分析纯）；四氟硼酸（百灵威，48%）。

多元素标准溶液（20 mg/L），汞元素标准溶液（1000 mg/L），锆、铈、钕、铈混合标准溶液（100 mg/L），美国 AccuStandard。

1.3 样品前处理

称取约 0.10 g 样品于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 5.00 mL HNO₃、1.50 mL H₂O₂ 和 1.50 mL 四氟硼酸，放入微波消解仪中消解，消解程序见表 2。消解结束后冷却至室温，转移至 50.0 mL 样品瓶中，加入 Au 溶液 2.00 mg/L 作为稳定剂，用去离子水定容至 50.0 mL，摇匀待测。相同的方法制取空白样品。

表 2 微波消解程序

消解程序	步骤	控制温度 (°C)	升温时间 (min)	恒温时间 (min)
	1	125	5.00	0
2	210	10.0	45.0	

1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.20 kW

辅助气流速：1.10 L/min

炬管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压：-21 V

等离子体气流速：9.0 L/min

载气流速：0.70 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度：5°C

高频频率：27.12 MHz

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 5.00 % 硝酸配制 Cd、Cr 和 Pb 的混合标准溶液；单独配制 Hg 的标准溶液，加入 2.00 mg/L 的 Au 作为稳定剂，内标元素为 Ge、Rh 和 Bi，浓度为 500 µg/L。标准溶液浓度见表 3。

表 3 分析元素质量数及标准溶液浓度

分析元素	质量数	标准曲线浓度 (µg/L)											
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8	STD9	STD10	STD11	STD12
Cd	111	0	2.00	5.00	10.0	20.0	50.0	100	200	---	---	---	---
Cr	52	0	2.00	5.00	10.0	20.0	50.0	100	200	---	---	---	---
Hg	202	0	---	---	---	---	---	---	---	0.50	1.00	2.00	5.00
Pb	208	0	2.00	5.00	10.0	20.0	50.0	100	200	---	---	---	---

2.2 元素标准曲线如下：

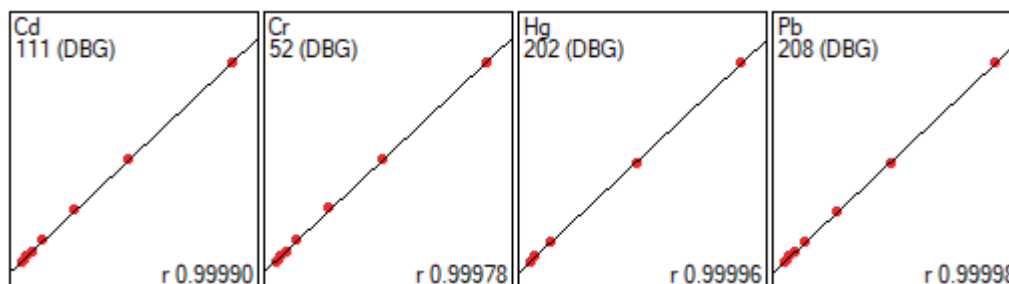


图 1 各元素的标准曲线图

2.3 方法检出限

按照实验方法对空白溶液进行 6 次测定，以测定结果的 3 倍标准偏差计算仪器检出限，根据样品前处理方法计算方法检出限。

表 4 线性相关系数、仪器检出限和方法检出限

元素	线性相关系数 r	仪器检出限 (μg/L)	方法检出限 (μg/kg)
Cd	0.99990	0.0017	0.83
Cr	0.99978	0.0057	2.83
Hg	0.99996	0.0092	4.59
Pb	0.99998	0.0038	1.89

2.4 样品分析结果

取丙烯腈 - 丁二烯 - 苯乙烯塑料标准物质 RMX-A019 和聚乙烯塑料标准物质 RMX-A028 样品，按照“1.3 样品前处理”处理后，用 5% 稀硝酸稀释 10 倍和 100 倍，使用 ICPMS-2030 系列测定，测定结果见表 5 和表 6。标准物质 RMX-A019 称样量 0.0965 g，RMX-A028 称样量 0.0929 g，标准物质测定结果与标准值一致，测定 RSD 小于 3%。

按照标准要求，每个样品平行测定 2 次，并计算两次测定结果的绝对差值与算术平均值的比值，结果见表 4 和表 5。平行测定的 RPD 小于 3%，符合标准要求的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

表 5 丙烯腈 - 丁二烯 - 苯乙烯塑料标准物质 RMX-A019 测定结果

元素	丙烯腈 - 丁二烯 - 苯乙烯塑料标准物质 RMX-A019								
	稀释倍数	平行测定 1(μg/L)	RSD(%) (n=3)	平行测定 2(μg/L)	平均值 (μg/L)	样品含量 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	RPD(%) (n=2)	标准要求 RPD(%)
Cd	10	9.99	1.48	10.2	10.1	52.3	55.4±5.54	2.08	≤ 20
Cr	10	21.3	0.43	21.3	21.3	110	112±11.2	0.00	≤ 20
Hg	100	2.03	2.45	2.06	2.05	106	105±10.5	1.47	≤ 20
Pb	10	25.7	1.56	25.7	25.7	133	126±12.6	0.00	≤ 20

备注：RPD 为平行样品相对偏差。

表 6 聚乙烯塑料标准物质 RMX-A028 测定结果

元素	聚乙烯塑料标准物质 RMX-A028								
	稀释倍数	平行测定 1(μg/L)	RSD(%) (n=3)	平行测定 2(μg/L)	平均值 (μg/L)	样品含量 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	RPD(%) (n=2)	标准要求 RPD(%)
Cd	10	28.4	1.61	28.6	28.5	153	151±15.1	0.70	≤ 20
Cr	10	40.1	0.72	39.8	40.0	215	213±21.3	0.75	≤ 20
Hg	100	3.66	0.92	3.76	3.71	200	200±20.0	2.70	≤ 20
Pb	10	36.8	2.20	36.7	36.8	198	194±19.4	0.27	≤ 20

备注：RPD 为平行样品相对偏差。

■ 结论

参考国家标准 GB/T 38290-2019《塑料材料中镉含量的测定》、GB/T 38291-2019《塑料材料中铅含量的测定》、GB/T 38292-2019《塑料材料中汞含量的测定》，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪（ICPMS-2030 系列），测定了塑料国家标准物质中 Cd、Hg、Pb 和总 Cr 四种重金属的含量。标准物质 RMX-A019 和 RMX-A028 测定结果与标准值吻合，测定 RSD 小于 3%，平行测定的 RPD 小于 3%。仪器稳定性良好，灵敏度高、线性范围广、抗干扰能力强，适用于塑料及其制品中 Cd、Hg、Pb 和总 Cr 的检测。

岛津应用云

