

ICPMS-2050LF 测定快递包装材料中重金属元素含量

ICPMS-229

摘要：使用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）测试了微波消解后快递包装材料中重金属元素含量。该方法操作简单，分析速度快，灵敏度高，可以对多元素含量进行同时测定。各元素在 0.4 倍和 1.0 倍法规限值浓度水平加标回收率在 81.1~107.2% 之间，回收率良好。加标样品的 $RSD \leq 2.64\%$ ，测试结果稳定。

关键词：ICPMS-2050LF 快递包装材料 微波消解 重金属

技术特点：

- ❖ 方法使用氦气碰撞和氢气反应模式应对不同来源的质谱干扰，提升结果准确性；
- ❖ 方法使用含有 Au 的介质配制多元素混标，确保 Hg 元素稳定有效，提升分析效率。

近年来随着电子商务的蓬勃发展，物流已成为一个不可忽视的巨大产业，而货品的包装是其中重要的一环。《GB43352-2023 快递包装重金属与特定物质限量》是首部关于快递包装的强制性国家标准（2024 年 6 月 1 日起生效），该标准针对纸类、塑料类、纺织纤维类及复合材料类快递包装产品，提出铅、汞、镉、铬等重金属，以及溶剂残留、双酚 A、邻苯二甲酸酯等特定物质限量要求，明确禁止

使用有毒有害快递包装，设定了快递包装的安全底线和红线要求。

本文通过微波消解对快递包装样品进行前处理，使用岛津 ICPMS-2050 LF 电感耦合等离子体质谱仪，标准曲线法测定了快递包装材料中重金属元素的含量，验证了岛津 ICP-MS 产品在快递包装材料中重金属元素测定中的适用性。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2050 LF 电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 仪器参数

ICP-MS 仪器分析条件见表 1。

表 1 ICP-MS 分析条件

参数	参数设定	参数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	9.0 L/min
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.85 L/min
采样深度	5.0 mm	泵速	20 r/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流	雾化室温度	5°C
碰撞气体	He	碰撞气流速	7 mL/min
碰撞池电压	-40 V	碰撞能量过滤器电压	7.0 V
反应气体	H ₂	反应气流速	7 mL/min
反应池电压	-30 V	反应能量过滤器电压	7.0 V

1.3 样品前处理

称取固体样品 0.3 g (精确至 0.001 g) 于微波消解内罐中, 加入 5 mL 硝酸, 2 mL 双氧水加盖预消解过夜, 旋紧罐盖, 按照微波消解仪标准操作步骤进行消解 (消解参考条件见表 2)。冷却后取出, 缓慢打开罐盖排气, 用少量水冲洗内盖, 将消解罐放在控温电热板 150°C 加热赶酸剩约 1 mL, 转移至 50 mL 容量瓶后用水定容至刻度, 混匀备用, 同时做空白试验。

表 2 微波消解温度控制程序

步骤	时间 /min	状态	温度 /°C
1	5	升温	120
2	5	保持	120
3	5	升温	160
4	5	保持	160
5	10	升温	180
6	40	保持	180

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

表 3 为根据《GB43352-2023 快递包装重金属与特定物质限量》要求, 快递包装需要进行测试的元素种类及限度信息, 其中样品中元素杂质允许浓度称样量 0.3 g 定容至 50 mL 计算得到。

配制介质为含 100 µg/L Au 元素的 1% (V/V) HNO₃ 的混合系列标准溶液于 50 mL 容量瓶中, 按照样品中元素杂质允许浓度 J 的 0、0.25、0.5、1 和 2 倍设置校准溶液浓度, 各元素浓度如表 4 所示。

内标元素为 ⁴⁵Sc、⁶⁹Ga、⁸⁹Y、¹⁰³Rh、¹⁶⁵Ho 和 ²⁰⁹Bi, 采用内标组件在线添加。

表 3 元素限度信息

元素	限量值 (mg/kg)				样品中元素允许浓度 J (µg/L)
	纸类	非生物降解塑料	生物降解塑料	纺织纤维	
Pb	≤50	≤50	≤50	≤50	300
Hg	≤0.5	≤0.5	≤0.5	≤0.5	3
Cd	≤0.5	≤0.5	≤0.5	≤0.5	3
Cr	≤50	≤50	≤50	≤50	300
Zn			≤150		900
Cu			≤50		300
Ni			≤25		150
Mo		—	≤1	—	6
Se			≤0.75		4.5
As			≤5		30

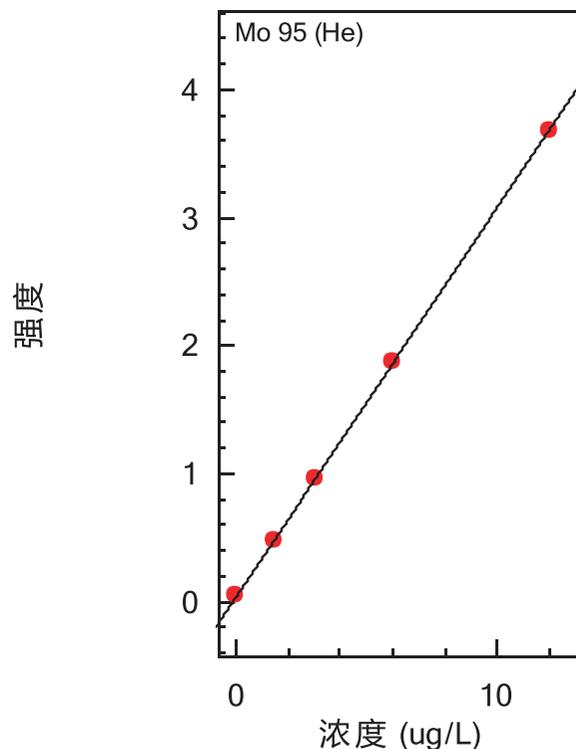
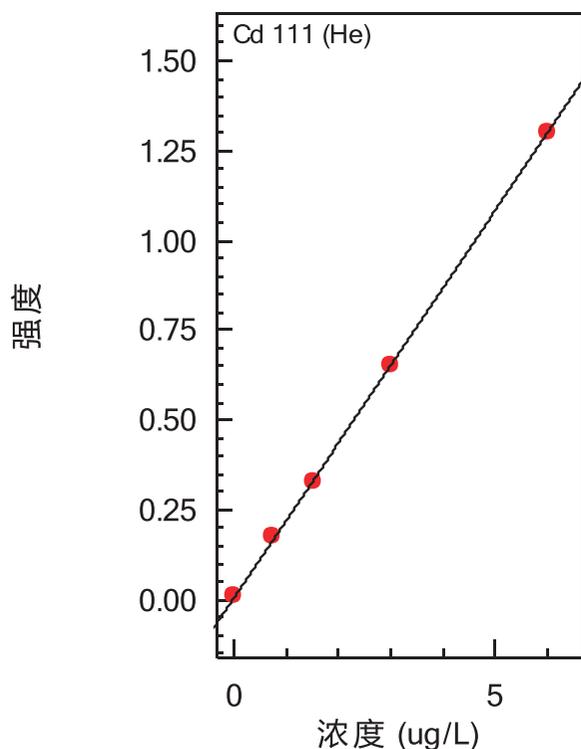
表 4 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	校正内标	质量数 (amu)	标准曲线浓度 (μg/L)				
				STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
As	75	⁸⁹ Y	75	0	7.5	15.0	30.0	60.0
Cd	111	¹⁰³ Rh	111	0	0.75	1.50	3.00	6.00
Cr	52	⁴⁵ Sc	52	0	75.0	150	300	600
Cu	65	⁴⁵ Sc	65	0	75.0	150	300	600
Hg	202	⁰⁹ Bi	202	0	0.75	1.50	3.00	6.00
Mo	95	¹⁰³ Rh	95	0	1.50	3.00	6.00	12.0
Ni	60	⁴⁵ Sc	60	0	37.5	75.0	150	300
Pb	208	⁰⁹ Bi	208	0	75.0	150	300	600
Se*	78	⁸⁹ Y*	78	0	1.13	2.25	4.50	9.00
Zn	66	⁴⁵ Sc	66	0	225	450	900	1800

注：* 表示使用 H₂ 反应模式分析，其余元素使用 He 碰撞模式分析。

2.2 元素标准曲线

选择所需的预设方法后，根据样品特性适当调整测定参数后即可开始测试校准样品和待测样品。部分元素校准曲线图如下，各元素线性相关系数 r 均大于 0.9994，线性良好。



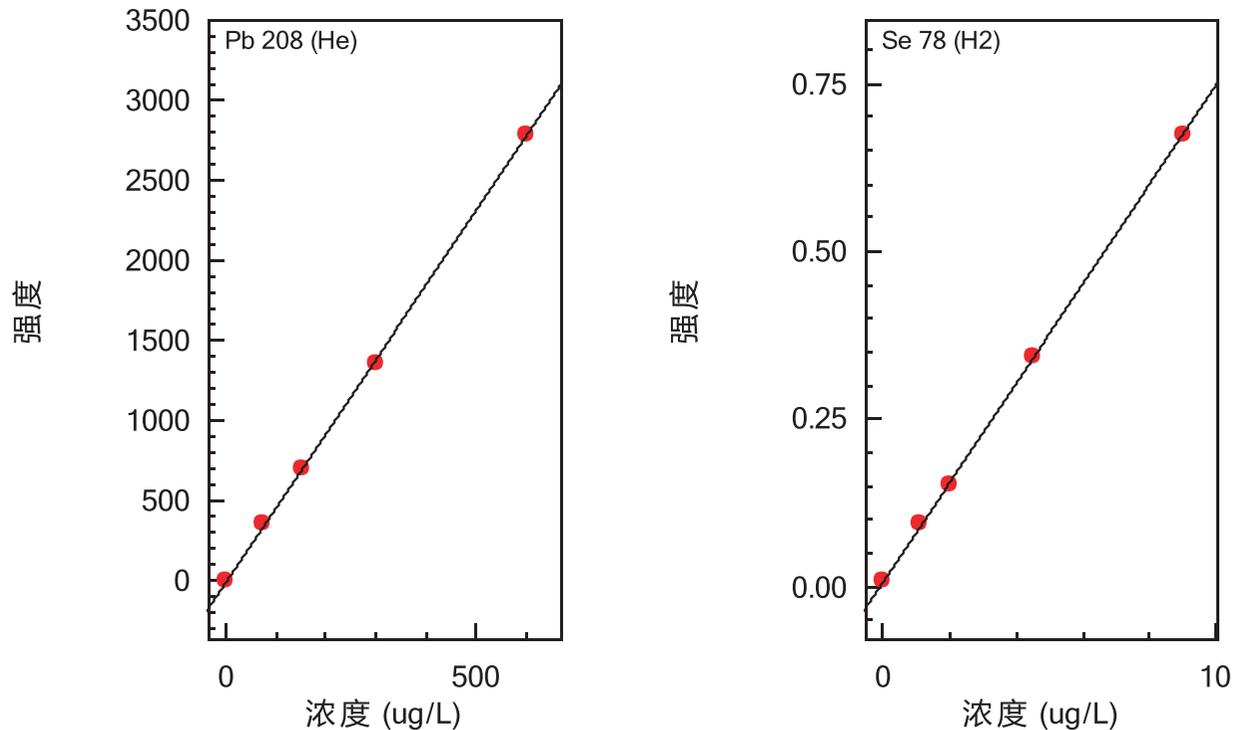


图 1 部分元素校准曲线图

2.3 样品测定结果及加标回收率

上机测定样品中各元素含量，并进行 0.4J、1.0J 浓度的加标回收试验，结果见表 5- 表 6。加标回收率在 81.1~107.2% 之间，回收率良好。加标样品的 $RSD \leq 2.64\%$ ，测试结果稳定。

表 5 纸箱样品测定结果及加标回收率

元素	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 (mg/kg)	加标 0.4J		加标 1.0J	
			回收率 (%)	RSD (%, n=3)	回收率 (%)	RSD (%, n=3)
As	7.09	1.18	95.9	0.18	91.4	0.94
Cd	1.06	0.18	92.5	1.24	87.7	0.27
Cr	96.4	16.1	107.2	0.98	102.2	0.55
Cu	167	27.9	92.5	0.94	90	0.06
Hg	0.59	0.10	89.2	1.43	86.3	0.85
Mo	4.85	0.81	102.1	1.12	99.2	1.49
Ni	23.6	3.94	102.2	0.36	98.3	0.75
Pb	64.6	10.8	98.7	0.56	94.8	1.40
Se*	0.215	0.04	94.2	2.30	82.1	1.58
Zn	330	55.1	83.3	1.40	81.1	1.32

注：* 表示使用 H_2 反应模式分析，其余元素使用 He 碰撞模式分析。

表 6 可降解塑料样品测定结果及加标回收率

元素	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 (mg/kg)	加标 0.4)		加标 1.0)	
			回收率 (%)	RSD (%, n=3)	回收率 (%)	RSD (%, n=3)
As	5.84	0.97	106.3	1.72	101.5	1.02
Cd	0.244	0.04	104.7	1.36	97.9	2.64
Cr	8.90	1.48	105.9	0.45	100.7	0.80
Cu	7.19	1.20	96.5	0.78	90.9	0.46
Hg	N.D.	N.D.	92.5	1.11	85.3	0.85
Mo	N.D.	N.D.	99.6	1.36	94	2.13
Ni	2.03	0.34	100	1.08	93.3	1.42
Pb	11.0	1.83	105	2.38	92.3	2.28
Se*	N.D.	N.D.	96.1	2.16	93.3	2.64
Zn	1020	170	102.8	0.61	85.6	0.95

注：N.D. 表示未检出；* 表示使用 H_2 反应模式分析，其余元素使用 He 碰撞模式分析。

■ 结论

本文使用岛津 ICPMS-2050 LF 电感耦合等离子体质谱仪，微波消解后测定了快递包装材料中重金属元素含量。该方法操作简单，分析速度快，灵敏度高，可以对多元素含量进行同时测定。各元素 0.4、1.0 倍限值浓度加标回收率在 81.1~107.2% 之间，回收率良好。加标样品的 $\text{RSD} \leq 2.64\%$ ，测试结果稳定。验证了岛津 ICP-MS 产品在快递包装材料中重金属元素测定中的适用性。

岛津应用云

