

Application News

No. J106A

ICP 发射光谱分析
Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

使用 ICPE-9800 系列分析玩具和饰品中的重金属

Analysis of Heavy Metals in Toys and Accessories by ICPE-9800 Series

■ 前言

Introduction

近年来廉价玩具和金属饰品的安全性成为一大社会问题。如果婴幼儿经常吮吸、啃咬含铅 (Pb) 或镉 (Cd) 等重金属的玩具, 将会危害身体健康。因此, 对于这些玩具和饰品需要按照规定的检测方法进行安全性评估。在国际标准 ISO8124¹⁾ (玩具安全性) 和欧洲标准 EN71-Part3²⁾ (玩具安全性-特定元素的迁移) 中, 将婴幼儿摄取并吸收到体内的重金属进行洗脱的试验方法作为标准方法。另外, 在实际分析中, 除了要求高灵敏度测定有害微量元素, 还要求以低成本迅速测定多个样品。

本次使用岛津全谱直读型 ICP 发射光谱仪 ICPE-9800 系列对市售玩具和金属饰品进行了分析。ICPE-9800 系列可通过微型炬管等离子体与能同时分析全元素全波长的分光器, 以高通量低成本进行高灵敏度高精度分析。

■ 样品

Sample

市售玩具 (积木、骑行玩具等)

市售金属饰品 (钥匙圈)

(包括跳蚤市场上流通的二手商品)

■ 样品的预处理

Sample Preparation

采用 EN71-Part3 中规定的方法进行了处理。

(1) 玩具的涂层

适当刮取玩具涂层。向 0.1 g 涂层样品中加入 5 mL 的 0.07 mol/L 盐酸, 在避光且温度为 37 °C 的环境下摇晃 1 个小时后再放置 1 个小时, 过滤洗脱溶液。

(2) 饰品

将样品称量后放入直径为 40 mm 的烧杯中, 并添加 37 °C 的 0.07 mol/L 盐酸, 直至浸泡样品。在避光且温度为 37 °C 的环境下放置 2 个小时, 然后过滤洗脱溶液。

用 0.07 mol/L 盐酸将 (1) 和 (2) 的过滤溶液分别定容成 20 mL 作为测定溶液。

■ 仪器与测定条件

Sample Preparation

使用岛津全谱直读型 ICP 发射光谱仪 ICPE-9800 系列进行测定。表 1 为测定条件。ICPE-9800 系列采用中阶梯光栅分光器和 CCD 检测器, 可同时分析全元素和全波长。即使目标元素或样品较多, 也能以高通量进行测定。还采用降低等离子体气体流量的微型炬管、降低待机气体和电力消耗的 Eco 模式以及无需吹扫的真空分光器, 与 ICP 旧机型相比, 大幅度减少了运行成本。

表 1 测定条件
Analytical Conditions

仪器	: ICPE-9800 系列
高频输出	: 1.2 kW
等离子体气流量	: 10 L/min
辅助气流量	: 0.6 L/min
载气流量	: 0.7 L/min
进样	: 雾化器 10
雾化室	: 旋流雾化室
等离子体炬管	: 微型炬管
观测方向	: 轴向 (AX)
测定时间	: 2 分 30 秒 / 样品 (含冲洗时间)

■ 分析

Analysis

根据标准曲线法进行了定量分析。

[参考资料]

- 1) ISO 8124-1:2009(Safety of toys—Part 1)
- 2) BS EN 71-3:2013、Safety of toys. Migration of certain elements

■ 分析结果

Analytical Results

表 2 为分析结果。图 1 为光谱谱图。由此可知，各元素的检测限为标准值的 1/10 以下，说明灵敏度高。

■ 总结

Conclusion

综上所述，使用 ICPE-9800 系列可以低成本高灵敏度地准确测定玩具和饰品中的重金属。

表 2 玩具和金属饰品的分析结果 (单位: mg/kg)
Analytical Results for Toys and Metallic Accessories

元素名称	玩具标准		检测限	样品名称							
	EN	ISO		玩具 1	玩具 2	玩具 3	玩具 4	玩具 5	饰品 1	饰品 2	
Al	70000		0.2	493	209	1080	188	1860	41	14	
Sb	560	60	1	<	2.3	<	<	<	<	<	
As	47	25	1	<	<	4	<	<	<	<	
Ba	56000	1000	0.003	404	353	12	11	21	0.7	0.1	
B	15000		0.03	0.6	1.0	0.6	27.7	33.3	0.6	0.7	
Cd	17	75	0.02	<	0.3	0.8		1.5	0.1	0.1	
Cr	460*	60	0.05	22	34	1.0	103	174	0.1	<	
Co	130		0.04	<	<	<	<	<	0.2	2.2	
Cu	7700		0.1	3	9	4	72	35	93	377	
Pb	160	90	0.5	161	290	1.4	477	24	0.3	289	
Mn	15000		0.006	7.4	14.1	1.0	2.4	10.4	0.1	0.2	
Hg	94	60	0.3	<	<	<	<	<	<	<	
Ni	930		0.06	1.8	1.4	2.7	20	9	179	361	
Se	460	500	1	<	<	<	<	<	<	<	
Sr	56000		0.002	20	9	29	2.3	1.2	0.19	0.13	
Sn	180000		0.2	<	<	<	13.8	7.4	<	17.9	
Zn	46000		0.04	1140	576	16900	407	18600	343	649	

表中浓度 = 测定溶液浓度 × 稀释倍数 (20 mL/样品量 (g))

EN: EN71-Part3 Category II

ISO: ISO8124-3:2010

* : Cr³⁺ (三价铬) 的标准值

< : 小于检测限

检测限: 反复测定 10 次标准曲线空白值得到的标准偏差的 3 倍浓度 × 稀释倍数 (200)

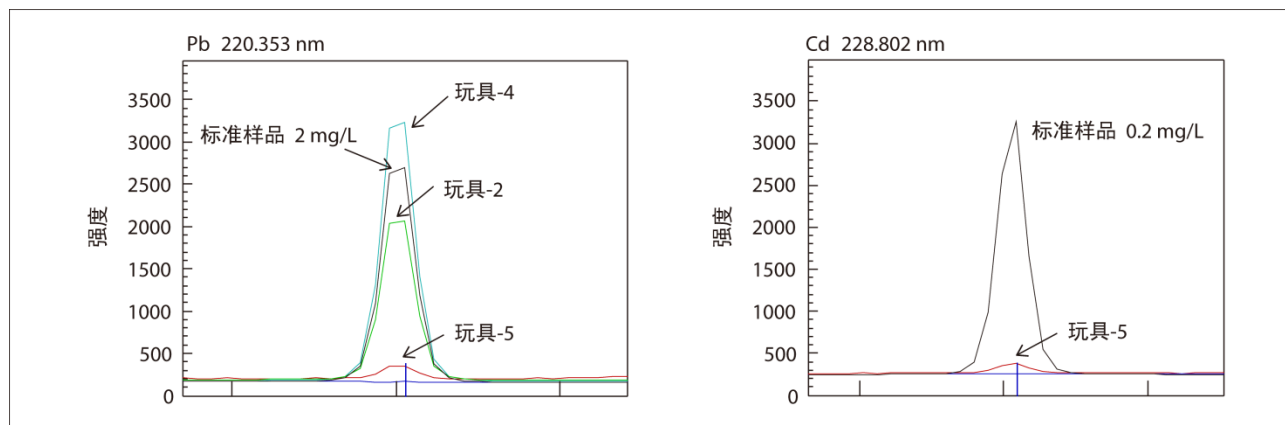


图 1 玩具的光谱谱图
Spectral Profiles of Toys