

ICP-OES 检测塑料中铅、镉

摘要：本文建立了利用 ICP-OES 检测塑料中铅、镉含量的方法：试样经微波消解，进 ICP-OES 进行定量检测。该方法在 0.25~2.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内线性关系良好，塑料铅回收率 94.4%、塑料中镉 96.9%，精密度良好，检出限完全满足检测分析要求。

1 实验部分

1.1 主要仪器

ICP-OES 电感耦合等离子体发射光谱仪（品牌：GBC）

分析天平（万分之一）

可控温电加热板

微波消解仪及配有加热赶酸设备

附带 4 毫米和 1 毫米不锈钢底筛的切割粉碎机 (Retsch SM2000 或相似型号)

附带 25 微米碳化钨镀层钢筛的离心粉碎机，6-折 镀碳化钨转子 (1 毫米的钢筛适用于均质塑料材料) (Retsch ZM100 或相似型号)。为避免制粉过程中引入杂质，应该使用 1 毫米的钛筛和钢/钛筛转子。

振动进料器 (Retsch DR100 或相似型号)

搅拌器 (Turbula T2F 或相似型号)

液氮(N₂)（高纯）

PTFE/PFA（聚四氟乙烯/有侧链的聚四氟乙烯）器材：烧杯、容量瓶和试剂瓶（50mL、100mL）

（所有器材在使用前都需用体积分数为 10% 的硝酸清洗。）

长颈瓶（250mL）

表面皿（直径 7cm）

烧杯（50mL、100mL）

玻璃容量瓶（25mL、50mL、100mL）

称量纸

药匙

移液枪（5-50、100-1000、1mL-5mL）

滤纸（直径 15cm 的快速滤纸）

1.2 试剂

水（去离子水）

硝酸（MOS 级或进口）

双氧水（MOS 级或进口）

单元素 Pb 国家标准溶液：浓度 1000 $\mu\text{g/mL}$ （国家钢铁材料测试中心-钢铁研究院）

单元素 Cd 国家标准溶液：浓度 1000 $\mu\text{g/mL}$ （国家钢铁材料测试中心-钢铁研究院）

1.3 ICP-OES 上机条件

El	nm	Type	Mono	Order	Power (W)	Neb (L/min)	Height (mm)	Plasma (L/min)	Aux (L/min)	Pump (RPM)	PMT (V)	Int. (s)	Reps	Bkgd Corr
Pb	220.353	An	1	2	1200	0.8	6.0	10.0	0.5	10	700	1.0	3	Dyn
Cd	228.802	An	1	2	1200	0.8	6.0	10.0	0.5	10	700	1.0	3	Dyn

1.3 样品处理

称取 0.1g 样品于聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL 硝酸，再加入 1mL H_2O_2 ，放入微波消解仪消解，消解完全后冷却至室温，取出转移至容量瓶中，用去离子水冲洗 3 次，定容至 100mL。同时做加标实验。

2. 结果与讨论

2.1 标准曲线配制

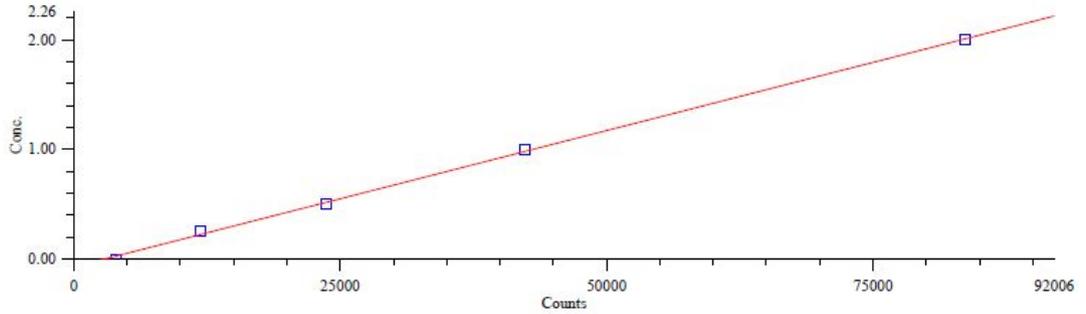
Pb: 吸取 1mL 单元素 Pb 国家标准溶液于 10mL 容量瓶中，用去离子水定容至刻度，即为 100 $\mu\text{g/mL}$ Pb 中间液；再从 Pb 中间液分别吸取 0.125mL、0.250mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL 放入 5 个 50mL 容量瓶中，用 1%硝酸定容至刻度，摇匀，备用。即配制成浓度为 0mg/L、0.25mg/L、0.50mg/L、1.00mg/L、2.00mg/L Pb 标准工作曲线。

Cd: 吸取 0.1mL 单元素 Cd 国家标准溶液于 10mL 容量瓶中，用去离子水定容至刻度，摇匀，即为 10 $\mu\text{g/mL}$ Cd 工作液；再从浓度 10 $\mu\text{g/mL}$ Cd 工作液中间液分别吸取 0.125mL、0.250mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL 放入 5 个 50mL 容量瓶中，用 1%硝酸定容至刻度，摇匀，备用。即配制成浓度为 0mg/L、0.025mg/L、0.050mg/L、0.100mg/L、0.200mg/L Cd 标准工作曲线。

2.2 标准曲线

Pb 标准曲线

Pb II 220.353 nm (mg/L)

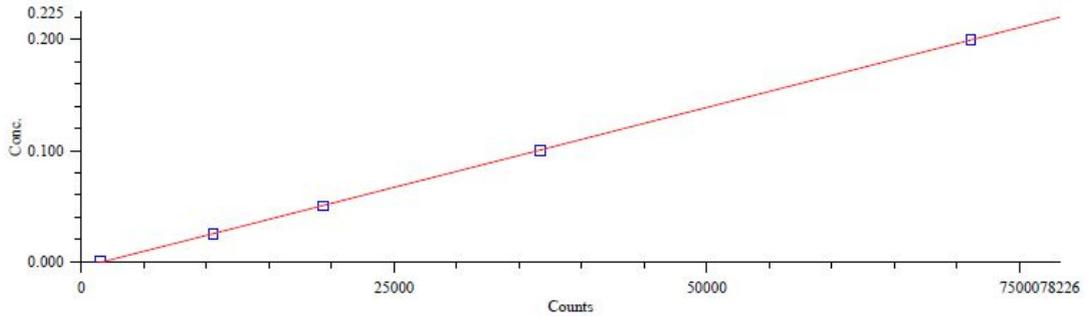


Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 1	83641.9	2.000	2.009	0.439
Standard 2	42328.5	1.000	0.9796	-2.04
Standard 3	23708.5	0.5000	0.5157	3.14
Standard 4	11895.2	0.2500	0.2214	-11.4
Blank	3989.43	0	0.02449	***

Calibration Coefficients	C0	C1	R
	-0.07490	2.491e-5	0.9991

Cd 标准曲线

Cd I 228.802 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 1	71114.8	0.2000	0.1996	-0.188
Standard 2	36656.3	0.1000	0.1004	0.416
Standard 3	19339.3	0.05000	0.05056	1.12
Standard 4	10523.8	0.02500	0.02518	0.713
Blank	1508.93	0	-0.0007763	***

Calibration Coefficients	C0	C1	R
	-0.00512	2.879e-6	0.9999

2.3 回收率实验

在样品中分别加入Cd加标量:加入1000ppm的Cd标液12 μ L;Pb加标量:加入1000ppm的Pb标液135 μ L,按上述方法进行样品处理,得到回收率分别为94.4%、96.9%。

3. 结论

用GBC-ICP分析塑料中铅和镉的含量,峰形良好,重复性良好,线性可到达0.999以上,RSD%在1.2-3.0之间,镉回收率为94.4%、铅回收率为96.9%,满足分析要求。

塑料中铅、镉检测实验系统配置

GBC ICP-OES 电感耦合等离子体发射光谱仪 一台

分析天平（万分之一） 一台

可控温电加热板 一台

微波消解仪及配有加热赶酸设备 一台

实验室超纯水机 一台

附带 4 毫米和 1 毫米不锈钢底筛的切割粉碎机 (Retsch SM2000 或相似型号) 一台

附带 25 微米碳化钨镀层钢筛的离心粉碎机, 6-折 镀碳化钨转子 (1 毫米的钢筛适用于均质塑料材料) (Retsch ZM100 或相似型号)。为避免制粉过程中引入杂质, 应该使用 1 毫米的钛筛和钢/钛筛转子。 一台

振动进料器 (Retsch DR100 或相似型号) 一台

搅拌器 (Turbula T2F 或相似型号) 一台

液氮(N₂) (高纯)

注:1. 扎带、绝缘套管、陶瓷、玻璃及电子元件等前处理需要加入氢氟酸, 因此需要配有

GBC ICP-OES 耐氢氟酸进样系统

2. 检测汞元素时, 汞易挥发, 因此选择湿法进行前处理时, 要有冷却回流的装置

分类	名称	规格	数量
试剂	硝酸	MOS 或进口	1 瓶
	双氧水	MOS 或进口	1 瓶
基本器具	聚四氟乙烯烧杯	50mL	若干
	聚四氟乙烯烧杯	100mL	若干
	聚四氟乙烯容量瓶	100mL	若干
	聚四氟乙烯容量瓶	50mL	若干
	聚四氟乙烯容量瓶	25mL	若干
	聚四氟乙烯试剂瓶	50mL	若干
	滤纸	直径 15cm 的快速滤纸	2 盒
	长颈瓶	250mL	若干
	表面皿	直径 7cm	若干
	烧杯	50mL	若干
	烧杯	100mL	若干

	玻璃容量瓶	10mL	若干
	玻璃容量瓶	25mL	若干
	玻璃容量瓶	50mL	若干
	称量纸		1 袋
	药匙		1 支
	移液枪	5 μ L-50 μ L	2 支
	移液枪	100 μ L-1000 μ L	2 支
	移液枪	1mL-5mL	1 支
标品	单元素 Pb 国家标准溶液	1000 μ g/mL (国家钢铁材料测试中心-钢铁研究院)	1 瓶
	单元素 Cd 国家标准溶液	1000 μ g/mL (国家钢铁材料测试中心-钢铁研究院)	1 瓶