

赛默飞 iCAP 7200 ICP-OES 分析玩具样品中可迁移元素

Patrícia Coelho, 应用化学家, 赛默飞世尔科技, 英国剑桥

关键词

EN 71-3, 玩具安全性, ASTM F963-11, ISO 8124:2010

目标

本文描述了按照当前国际有关法规, 采用赛默飞™ iCAP™ 7200 ICP-OES 对玩具样品中可迁移元素进行检测的分析方法。内置模板为玩具安全验证的常规分析提供了一种简捷而有效的工具。

简介

尽管玩具样品中有毒痕量元素的分析已经开展了许多年, 然而, 最近发生的一些玩具重金属污染的事件引起了全球媒体的关注。这促使越来越多的玩具产家进行自我内部检测, 以确保符合当前国际法规的要求。与外包检测相比较, 内部检测被证明能带来更好的效益。世界各国玩具材料检测法规中检测痕量元素含量的试验方法, 大部分都是建立在利用酸性溶液提取玩具材料可迁移元素的基础上。这种样品处理方法模拟了孩子吞食玩具部件后有毒元素的释放。

最常用的三种试验方法为 EN 71-3:1994/AC:2002 与 ISO 8124:2010 “玩具安全性 – 第 3 部分: 某些元素的迁移” 及 ASTM F963-11 “玩具安全性的标准消费者安全性规范”。如表 1 所示, 这些标准法规对可迁移元素的最大允许浓度要求相同。这些限定值是以这些元素的生物利用度和一天内一位儿童对玩具部件的疏忽性平均损耗量 (大约每日 8 mg) 为基础的。



表 1: 玩具材料中可迁移元素的限量参考的是 EN 71-3:1994/AC:2002、ASTM F963-11 和 ISO 8124:2010 等国际标准。溶液中所有元素的含量单位是 mg/Kg

| | As | Ba | Cd | Cr | Hg | Pb | Sb | Se |
|--------------|----|------|----|----|----|----|----|-----|
| 除橡皮泥外的任何玩具材料 | 25 | 1000 | 75 | 60 | 60 | 90 | 60 | 500 |
| 橡皮泥 | 25 | 250 | 50 | 25 | 25 | 90 | 60 | 500 |

仪器

赛默飞 iCAP 7200 ICP-OES 被用于此分析。这是一台紧凑的双向观察型等离子体发射光谱仪，具有强大的分析检测能力，可为要求满足标准通量的常规液体分析实验室提供高效益的解决方案。仪器软件为赛默飞™ Qtegra™ 智能科学数据解决方案™，内置预先设定好的方法模板（参见图 1）简化了方法开发，允许装机即用，很少或者不需要进行方法的开发。

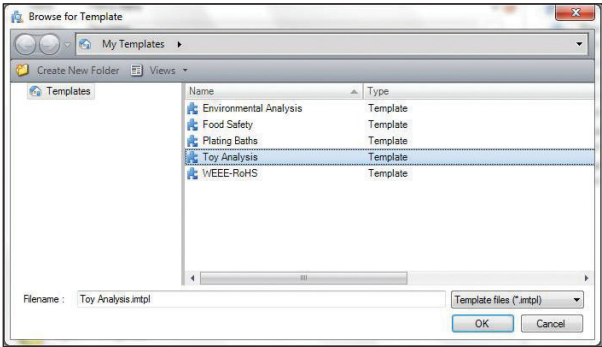


图 1：玩具分析模板选择

方法

三种来自小型玩具车和婴儿拨浪鼓的材料被进行了分析。样品如下所述：

- 玩具车上未上漆的橙色橡胶体（样品 1）
- 玩具车的未上漆蓝色车轮（样品 2）
- 婴儿拨浪鼓的黄色塑料部分（样品 3）

所有样品均按照 EN71-3、ASTM F963-11 和 ISO 8124:2010 进行制备（如下所述）。将一部分样品（至少 100 mg）浸没于 0.07 mol/L 的盐酸中（样品质量的 50 倍），37 °C 下避光搅拌 1 小时，然后继续浸没静置 1 小时而不搅拌。使用膜过滤器过滤，将所有固体材料从样品溶液中去除。立即对剩余滤液进行分析。加标的样品溶液被用来核查在基体溶液中目标元素的回收率，样品溶液在搅拌前就需要把标准溶液加入。

标准溶液制备

将 1000 mg/L 单元素标准溶液稀释至表 2 中所列浓度来制备标准溶液。标准溶液的浓度反映在调用的 Qtegra 软件的 ISDS 模板中。所有制备成的标准溶液中都含有 0.07 mol/L 的盐酸。

表 2：按方法模板中标准溶液浓度的推荐值配制标准溶液。所有溶液浓度的单位均为 mg/kg

| 元素 | 空白 | 标准溶液 1 | 标准溶液 2 | 标准溶液 3 |
|----|----|--------|--------|--------|
| As | 0 | 10 | 20 | 30 |
| Ba | 0 | 100 | 500 | 1000 |
| Cd | 0 | 25 | 50 | 75 |
| Cr | 0 | 10 | 30 | 60 |
| Hg | 0 | 10 | 30 | 60 |
| Pb | 0 | 25 | 30 | 90 |
| Sb | 0 | 5 | 10 | 25 |
| Se | 0 | 50 | 100 | 500 |

方法开发

玩具分析模板被打开在 Qtegra ISDS 里。按方法中的提示，选用标样系列进行分析，建立仪器的校准工作曲线，然后再进行样品分析（分析结果为 A）。次日模仿典型的样品分析程序，重复分析相同的样品（分析结果为 B）。模板所用工作参数显示在下表 3 中。

表 3：方法参数

| 参数 | 设置 |
|--------|--|
| 泵管 | Tygon 牌号的进样管 橙色/白色 Tygon® 材料牌号的排液泵管 白色/白色 |
| 泵速 | 45 rpm |
| 雾化器 | 玻璃同心 |
| 雾化器气流量 | 0.18 MPa |
| 雾化室 | 玻璃旋流 |
| 中心管 | 2 mm 石英 |
| RF 功率 | 1150 W |
| 冷却气流量 | 12 L/min |
| 辅助气流量 | 0.5 L/min |
| 曝光时间 | 轴向 5 秒 径向 5 秒 |

分析结果如表 4 所示。表格包括了每种元素的检测谱线。方法检测限（MDL）是采用酸匹配的空白溶液，通过 10 份重复分析来获得。空白溶液 10 次重复检测的标准偏差的 3 倍，被用来确定方法检出限。在所有分析的样品中，所有有毒元素均低于检测限（Ba 除外）。通过文献搜索发现该结果较为常见。这表明了高水平的（GMP）规范，在这些玩具生产厂家里得到了遵守。加标回收率均在可接受限值内（< 制备值的 10%）。相同样品第二日重复分析的结果（分析结果 B）显示出良好的重现性，所有样品的结果均低于检出限，而且加标回收率获得可比较的结果（如表 5 所示）。

表 4：样品分析（分析结果 A）、方法检测限和加标回收率的结果。所有值均为溶液测定值，单位 mg/kg，但回收率为 %。

| 元素和 波长 nm | 等离子 体视图 | MDL | 加标值 | 样品 1 | 样品 1 加标测 定值 | 样品 1 加标回 收率 | 样品 2 | 样品 2 加标测 定值 | 样品 2 加标回 收率 | 样品 3 | 样品 3 加标测 定值 | 样品 3 加标回 收率 |
|--------------|------------|-------|------|-------|-------------------|-------------------|------|-------------------|-------------------|------|-------------------|-------------------|
| As 193.759 | 轴向 | 0.024 | 1.5 | <DL | 1.57 | 104.7 | <DL | 1.65 | 110.0 | <DL | 1.61 | 107.3 |
| Ba 233.527 | 径向 | 0.009 | 25.0 | 0.015 | 23.09 | 92.4 | <DL | 23.22 | 92.9 | <DL | 26.91 | 107.6 |
| Cd 214.438 | 轴向 | 0.001 | 2.5 | <DL | 2.67 | 106.8 | <DL | 2.54 | 101.6 | <DL | 2.63 | 105.2 |
| Cr 267.716 | 轴向 | 0.022 | 1.5 | <DL | 1.56 | 104.0 | <DL | 1.60 | 106.6 | <DL | 1.48 | 98.7 |
| Hg 194.227 | 轴向 | 0.228 | 1.0 | <DL | 1.01 | 101.0 | <DL | 1.09 | 109.0 | <DL | 0.99 | 99.2 |
| Pb 220.353 | 轴向 | 0.019 | 2.5 | <DL | 2.48 | 99.2 | <DL | 2.66 | 106.4 | <DL | 2.65 | 106.0 |
| Sb 206.833 | 轴向 | 0.029 | 0.5 | <DL | 0.50 | 99.2 | <DL | 0.53 | 106.0 | <DL | 0.51 | 102.2 |
| Se 196.090 | 径向 | 0.024 | 2.5 | <DL | 2.56 | 102.4 | <DL | 2.57 | 102.8 | <DL | 0.53 | 106.0 |

表 5：两次不同分析（A 和 B）的样品加标结果。所有值均为溶液测定值

| 元素和 波长 nm | 样品 1 加标 | | 样品 2 加标 | | 样品 3 加标 | |
|--------------|---------|-------|---------|-------|---------|-------|
| | A | B | A | B | A | B |
| As 193.759 | 1.57 | 1.52 | 1.65 | 1.53 | 1.61 | 1.59 |
| Ba 233.527 | 23.09 | 23.20 | 23.22 | 24.34 | 26.91 | 25.02 |
| Cd 214.438 | 2.67 | 2.59 | 2.54 | 2.46 | 2.63 | 2.53 |
| Cr 267.716 | 1.56 | 1.54 | 1.60 | 1.47 | 1.48 | 1.52 |
| Hg 194.227 | 1.01 | 1.03 | 1.09 | 0.99 | 0.99 | 1.02 |
| Pb 220.353 | 2.48 | 2.45 | 2.66 | 2.59 | 2.65 | 2.49 |
| Sb 206.833 | 0.49 | 0.51 | 0.53 | 0.51 | 0.51 | 0.51 |
| Se 196.090 | 2.56 | 2.49 | 2.57 | 2.51 | 0.53 | 0.51 |

结论

使用赛默飞 iCAP 7200 ICP-OES 对玩具材料中的可迁移元素的盐酸提取液进行分析时，利用设计直观的 Qtegra ISDS 集成的方法模板分析步骤得到简化。iCAP 7200 ICP-OES 内置方法模板的使用以及优化的进样系统为迎合玩具样品分析的国际法规要求提供了总体解决方案。无论是新手还是有经验分析师，利用这些工具满足方法开发的最低要求，就能获得优异的分析结果，并为执行此类分析的实验室提供了高效益的解决方案。

www.thermoscientific.com

©2011 赛默飞世尔科技有限公司保留所有权利。ISO 是国际标准化组织的商标。Tygon 是 Saint-Gobain 的注册商标。所有其他商标均为赛默飞世尔科技有限公司及其子公司的财产。此信息的提供目的是举例证实赛默飞世尔科技有限公司所属产品的功能。它并非鼓励用户以任何可能侵犯其他公司或个人知识产权的方式使用这些产品。规格、条款和定价如有变化，恕不另行通知。并非所有产品在所有国家/地区都有提供。有关详细信息，请向当地销售代表咨询。



Thermo Electron Manufacturing Ltd
(Cambridge) 已通过 ISO 认证。

非洲或其他 +27 11 570 1840
澳大利亚 +61 3 9757 4300
奥地利 +43 1 333 50 34 0
比利时 +32 53 73 42 41
加拿大 +1 800 530 8447
中国 +86 10 8419 3588
丹麦 +45 70 23 62 60

欧洲或其他 +43 1 333 50 34 0
芬兰/挪威/瑞典
+46 8 556 468 00
法国 +33 1 60 92 48 00
德国 +49 6103 408 1014
印度 +91 22 6742 9434
意大利 +39 02 950 591

日本 +81 45 453 9100
拉丁美洲 +1 561 688 8700
中东 +43 1 333 50 34 0
荷兰 +31 76 579 55 55
新西兰 +64 9 980 6700
俄罗斯/独联体 +43 1 333 50 34 0
南非 +27 11 570 1840

西班牙 +34 914 845 965
瑞士 +41 61 716 77 00
英国 +44 1442 233555
美国 +1 800 532 4752

Thermo
SCIENTIFIC
Part of Thermo Fisher Scientific

AN43144_E 01/13C