

纺织品中锆元素总量测试方法研究

徐锦鸿, 方 方

(中纺协东莞检验技术服务有限公司, 广东 东莞 523900)

摘要:电感耦合等离子体发射光谱仪是根据处于激发态的待测元素原子回到基态时发射的特征谱线对待测元素进行分析的方法,其具有灵敏度高,选择性好,分析速度快,用样量小,能同时进行多元素的定性和定量分析等优点,可用于面料中锆元素的测定。通过微波消解法对纺织面料进行前处理,采用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)测定纺织面料中锆元素的总含量。通过对前处理程序、方法参数等方面的研究,试验结果表明锆元素在0.01~5.00 mg/L范围内线性关系良好($r^2 > 0.9999$),定性限为0.11 mg/kg,定量限为0.40 mg/kg,结果稳定。采用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)法能够快速、准确检测纺织品中锆元素的总量。

关键词:纺织品;电感耦合等离子体发射光谱仪;锆元素总量

中图分类号:TS 197

文献标志码:A

文章编号:1673-0356(2023)03-0038-03

随着国内消费水平的提高,内衣的消费档次从“适用”向“高端化、功能化、保健化”方向发展。大量的研究发现,锆对人体有着独特的保健及治疗功效,锆元素释放出的负离子可促使微血管扩张,增加人体血液流量、流速,促进血液循环,改善身体体质。随着各种新型纤维的开发和应用以及新工艺、新技术的发展,有机锆在纺织品中的应用逐步得以实现^[1-4]。我国目前对含锆纺织产品的检测方法的研究还较少,相应的检测标准目前还没有,但面料、服装企业在研发、生产含锆元素面料过程中都需要对产品中锆元素的含量情况进行检测,为生产工艺开发或产品质量研究提供数据支撑,目前有文献[1]研究了分光光度计法,文献[2-3]研究了电感耦合等离子体质谱法,电感耦合等离子体发射光谱法目前的研究还比较少,相对电感耦合等离子体质谱仪,电感耦合等离子体发射光谱仪检出限较高,实验室的普及率更高,其精密度、准确度、检出限优于分光光度计法。通过对多块经过锆元素整理的样品进行测试以及参考其他文献[1,3]的样品测试值,目前市场上纺织品锆元素的含量基本可达到0.5 mg/kg以上,电感耦合等离子体发射光谱法定性限为0.11 mg/kg,定量限为0.40 mg/kg,可以满足锆元素的测试要求,因此采用电感耦合等离子体发射光谱仪测试锆元素有着较高的经济价值。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

仪器:OPTIMA 8000 电感耦合等离子体发射光谱仪(PEYKIN ELMLEY,USA);WX-8000 灵动型微波消解仪(上海屹尧仪器科技发展有限公司);GL124-1SCN (120 g 0.1 mg) I级电子天平(赛多利斯科学仪器(北京)有限公司);水相过滤膜(孔径0.45 μm)。

试剂:锆标准储备溶液(1 000 mg/L,坛墨质检-标准物质中心);硝酸、过氧化氢、氢氟酸(所有试剂均为优级纯);试验用水符合 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》中规定的二级水要求;氩气(纯度≥99.996%)。

1.2 标准溶液配制

校准系列溶液由锆标准储备液逐级稀释,以2%硝酸溶液做溶剂,配制质量浓度分别为0.01、0.05、0.25、1.00、5.00 mg/L。

1.3 样品前处理

从纺织面料中剪取具有代表的试样10 g,将试样用碎样机剪成5 mm×5 mm大小,装入洁净的PVC密封袋。从剪碎的试样中称取0.5 g试样(精确至0.1 mg),置于微波消解罐中,往装有待测试样和空白的消解罐中分别加入5.0 mL硝酸,对于难以消解的样品可加入适量过氧化氢或氢氟酸,在120℃预消解1 h左右,待试样和酸反应完全,若反应不完全容易导致消解罐内压力过大而报警,将消解罐密封并放置到微波消

收稿日期:2022-09-29

第一作者:徐锦鸿(1984—),男,工程师,主要从事纺织品服装检测工作,E-mail:156381779@qq.com。

解仪中,升温至 120 ℃,保温 2 min,继续升温至 180 ℃,保温 5 min,最后升温至 210 ℃,保温 20 min。将温度至少降至 80 ℃,然后从微波消解仪中取出,取出消解罐冷却至室温,将溶液转移至 25 mL 容量瓶中,用二级水冲洗罐壁 3 次以上,合并洗液定容至 25 mL 混匀,用水相过滤膜过滤后上机测试。

1.4 测试步骤

1.4.1 仪器参数设置

等离子体流量 15 L/min,辅助气体流量 0.2 L/min,雾化器流量 0.55 L/min,功率 1 300 W,试样流量 1.5 mL/min。

电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)锆元素的分析波长使用 265.118 nm。

1.4.2 样品及标液测定

在优化好的仪器条件下建立锆元素在 265.118 nm 波长下的测试方法,依次测试校准空白、标准样品、样品空白、样品溶液,仪器根据校准方程自动计算样品中锆元素浓度。

1.4.3 结果计算

纺织面料中锆元素的含量以 x_i 表示,按式(1)计算。

$$x_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \quad (1)$$

式中: x_i ——纺织面料中锆元素的含量,mg/kg; c_i ——试样溶液中锆元素质量浓度,mg/L; c_0 ——空白溶液中锆元素质量浓度,mg/L; V ——试样溶液定容体积,mL; m ——试样质量,g。

2 结果和分析

在优化好的方法条件下分别研究方法的曲线线性、检出限、精密度、准确度。

2.1 方法线性

将空白与质量浓度分别为 0.01、0.05、0.25、1.00、5.00 mg/L 的系列标准工作溶液通过电感耦合等离子体发射光谱仪测试,曲线范围从 0.01~5.00 mg/L 覆盖三个数量级,每个校准点重复测量 2 次。曲线如图 1 所示,线性回归相关系数 r^2 为 0.999 99,表明锆元素在质量浓度为 0.01~5.00 mg/L 范围内具有良好的线性关系。

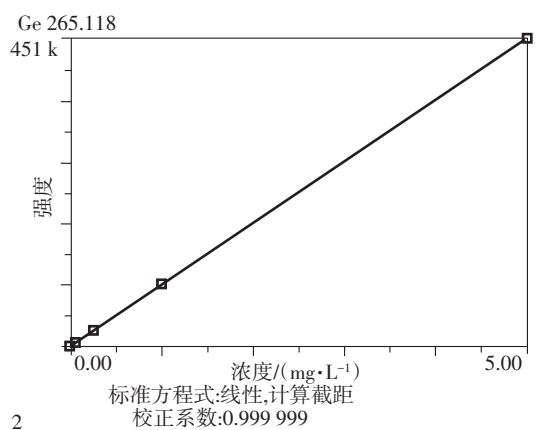


图 1 锆元素方法曲线

2.2 检出限

在空白样品中做加标,加标浓度为 0.50 mg/kg,按 1.3 要求进行处理后上机测试,独立测试 10 次计算标准偏差,以 3 倍标准偏差对应浓度值做为定性限,以 3 倍定性限对应浓度值做为定量限,结果见表 1。

从表 1 试验数据可知,对加标样品进行 10 次重复测试后,计算得出纺织品中锆测试方法定量限为 0.40 mg/kg。

2.3 精密度

在空白样品中做加标回收,加标质量浓度分别为 0.50、2.50、5.00 mg/kg,对加标结果重复测试 7 次,得到相对标准偏差,结果见表 2。

从表 2 加标试验数据可知,在不同浓度下方法的相对标准偏差为:0.50 mg/kg 时 $RSD = 8.67\%$,2.50 mg/kg 时 $RSD = 2.33\%$,5.00 mg/kg 时 $RSD = 1.23\%$,符合 GB/T 27417—2017 附录 B 要求,表明测试方法可靠。

2.4 准确度

通过样品空白加标的方式验证方法的准确度,加标质量浓度分别为 0.050、0.100、0.500 mg/L,得到锆元素的加标回收率,结果见表 3。

从表 3 测试数据可知,加标回收率分别为 106%、93%、95%,回收率落在 85%~110%,符合 GB/T 27417—2017 附录 A 要求,可见本方法是可靠的。

2.5 样品测定

按 1.3 前处理步骤处理 5 块含锆元素的功能性面料,得到的样液经电感耦合等离子体发射光谱仪测试,用 2.1 曲线进行定量,结果见表 4。

表 1 锆定性限和定量限测试数据

测试次数	实测数据 $W/(mg \cdot kg^{-1})$									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
测试结果	0.45	0.45	0.45	0.40	0.40	0.40	0.50	0.45	0.45	0.50
平均值	0.45									
标准偏差	0.04									
定性限	0.11									
定量限	0.40									

表 2 锆精密度测试数据

试验	加标量 $/(mg \cdot kg^{-1})$	A	B	C	D	E	F	G	相对标准 偏差/%
1	0.50	0.45	0.45	0.45	0.40	0.40	0.50	0.40	8.67
2	2.50	2.55	2.55	2.65	2.60	2.65	2.70	2.55	2.33
3	5.00	4.60	4.55	4.65	4.65	4.55	4.70	4.65	1.23

表 3 锆准确度测试数据

加标量 $/(mg \cdot L^{-1})$	1	2	3	4	5	平均值	平均加标 回收率/%
0.050	0.051	0.053	0.052	0.053	0.054	0.053	106
0.100	0.092	0.093	0.093	0.091	0.094	0.093	93
0.500	0.476	0.471	0.482	0.482	0.475	0.477	95

表 4 面料测试结果

样品序号	总锆含量/ $(mg \cdot kg^{-1})$
1	1.33
2	3.25
3	2.56
4	7.89
5	4.52

3 结束语

锆元素总量的测定采用微波消解法对纺织面料进行前处理,采用电感耦合等离子体发射光谱仪进行测试,对锆元素的曲线线性、检出限、精密度、准确度分别进行研究,结果表明锆元素在 0.01~5.0 mg/L 范围内线性关系良好($r^2 > 0.9999$),方法的定量限为 0.4 mg/kg,精密度符合 GB/T 27417—2017 附录 B 要求,加标回收率落在 85%~110%,符合 GB/T 27417—2017 附录 A 要求,结果准确度可靠。

通过实验室所收集样品测试数据及参考其他文献,目前市场上纺织品锆元素的含量基本可达 0.5 mg/kg 以上,电感耦合等离子体发射光谱法定性限为 0.11 mg/kg,定量限为 0.40 mg/kg,可以满足锆元素的测试要求,因此试验方法具有较高的经济性、实用性。

参考文献:

[1] 黄旭. 织物有机锆整理及布面锆质量分数测定[J]. 印染助剂,2007(8):43-45.
 [2] 俞春华,乔鹏娟,董文洪,等. 纺织面料中锆元素含量的测定[J]. 上海纺织科技,2017(8):19-20.
 [3] 董文洪,俞春华,乔鹏娟,等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定面料中的锆含量[J]. 丝绸,2017,54(6):13-16.
 [4] 张英,邹奉元,夏建明. 有机锆功能整理及其对舒适性能的影响[J]. 针织工业,2009(5):48-51.

(下转第 44 页)

折叠包在存放袋内取出或存放时,能够将存放袋的一侧与衣身之间进行粘接,能够防止折叠包丢失。折叠包的表面固定安装提手,以便于将折叠包从存放袋内取出时,方便人们通过提手将折叠包提起。

4 结束语

针对消费者对于服装行业愈发个性化的要求,对服装产品功能的期待性越来越高,设计并打造了一款符合户外运动的多功能性服装。该服装采用了太阳能发电系统技术,考虑到服装的舒适性、功能性和时尚性,利用柔性太阳能板,使服装在满足户外运动功能性要求的基础上,又能合理开发和应用太阳能这类清洁能源。可拆卸、可收纳、一衣多用的户外功能性服装具有极高实用性和可操作性,加入环保主题的科技性元

素,拓宽了功能性服装的应用领域,符合服装设计发展潮流,体现出功能性服装的发展趋势,为服装设计师提供可借鉴的设计思路。

参考文献:

- [1] 杨璇. 电致发光服装的现状分析及未来展望[J]. 大众文艺, 2014(6):79.
- [2] 周建鑫. 电致发光产品在未来风格服饰设计中的应用研究[J]. 服装设计师, 2021(7):113-120.
- [3] 张贵东. 数字科技提升时尚话语权[N]. 中国纺织报, 2021-08-11(004).
- [4] 佚名. 安踏废弃塑料瓶制作高品质服装[J]. 橡塑技术与装备, 2019, 45(22):58.
- [5] 王林虎, 黄天成, 陈泽群, 等. 节能太阳能充电鞋设计[J]. 机电工程技术, 2021, 50(6):26-28.

Design and Application of Luminous Materials in Multifunctional Outdoor Clothing

HOU Jiabo, WANG Qiuhan *

(College of Clothing, Wuhan Textile University, Wuhan 430200, China)

Abstract: Combing multiple functional structural pockets, flexible solar panels and waterproof fabrics, a multi-functional outdoor garment with both electroluminescence and photoluminescence was designed. It can provide power when the outdoor sports equipment is out of power, which reduces the need for people to carry a large number of auxiliary supplies when traveling, and can make the clothes shine independently without the light. Compared with the traditional multi-functional outdoor clothing, while solving certain outdoor sports needs, the rational application of solar energy can not only meet the requirements of environmental protection, but also play the role of security.

Key words: flexible solar panel; EL luminescent material; outdoor function; application innovation; clothing design

(上接第 40 页)

Research on the Test Method for the Total Amount of Germanium in Textiles

XU Jinhong, FANG Fang

(United Testing Services (Dongguan) Co., Ltd., Dongguan 523900, China)

Abstract: Inductively coupled plasma emission spectrometer is a method for analyzing the element to be measured according to the characteristic spectral line emitted when the atoms of the elements to be measured in the excited state return to the ground state. It has high sensitivity, good selectivity, fast analysis speed and small sample volume. The qualitative and quantitative analysis of multiple elements can be carried out at the same time. It can be used for the determination of germanium in fabrics. The textile fabrics were pretreated by microwave digestion, and the total content of germanium in the textile fabrics was determined by inductively coupled plasma optical emission spectrometer (ICP-OES). Through the research on pretreatment procedures and method parameters, the experimental results showed that the linear correlation coefficient of germanium was good in the range of 0.01~5.0 mg/L ($r^2 > 0.9999$), the limit of characterization was 0.11 mg/kg, the limit of quantification was 0.40 mg/kg, and the results were stable. The inductively coupled plasma optical emission spectrometer (ICP-OES) method can quickly and accurately detect the total amount of germanium in textiles.

Key words: textile; inductively coupled plasma emission spectrometer; total germanium element