

ICP-MS 在纺织品 和皮革领域有害物质检测中的应用

李艳玲

(国家纺织及皮革产品质量监督检验中心,北京 100024)

摘要:阐述了电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)的工作原理,介绍了其在纺织品和皮革领域重金属元素和有机锡化合物检测中的应用。

关键词:ICP-MS;重金属元素;有机锡化合物;纺织品;皮革

中图分类号:TS107

文献标识码:A

文章编号:1673-0356(2019)01-0031-02

电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)是等离子体技术与质谱技术相结合的分析手段。其工作原理是利用电感耦合等离子体技术作为离子源,以质谱技术作为检测器,使用高能激发电子,并使电子脱离原子的电子层,产生自由电子和带正电荷的离子,离子被提取后通过质量过滤器,并被检测出来,直接测定通过质量过滤器的离子数量即可测定待测元素浓度。该分析方法具有灵敏度高、分辨率强、检出限低、分析范围宽、分析速度快、检测结果准确等特点,已被应用于纺织品及皮革有害物质检测领域。本文针对 ICP-MS 在纺织品和皮革领域重金属和有机锡化合物检测中的应用展开综述。

1 ICP-MS 在纺织品和皮革重金属检测中的应用

纺织品和皮革在加工过程中使用的染料和助剂如金属络合染料、阻燃剂、鞣剂等,如用量过多或处理不当,可导致铅、镍、镉、铜、砷、汞、钴和铬等重金属元素含量超出限定值。

过量的重金属元素会危害人体健康,如钴对皮肤有放射性损伤,铅一旦进入人体,会直接伤害人的脑细胞,特别是胎儿的神经系统,可造成先天智力低下,镍能够导致肺癌或者皮肤过敏,镉进入机体可导致血压升高,引起心脑血管疾病,并对骨骼、肝、肾等有破坏作用。除此之外,重金属也会造成环境污染。

目前,纺织品和皮革中重金属的标准检测方法主要有原子吸收分光光度法(FAAS、GFAAS)、原子荧光分光光度法(AFS)、电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES/OES)、紫外-可见分光光度法(UV-VIS)

等。但是这些方法分析速度较慢,线性范围较窄,有的检出限较高、灵敏度较差,有的无法对多种重金属同时测定。而 ICP-MS 法作为重金属元素测定的非标准分析方法,能够弥补标准方法的不足。ICP-MS 在纺织品和皮革重金属检测领域中的应用见表 1^[1-13]。

2 ICP-MS 在纺织品和皮革有机锡化合物检测中的应用

有机锡化合物在纺织领域应用广泛,如三丁基锡(TBT)可防止汗水导致的纺织品降解,同时可去除鞋袜和运动服的汗臭;二丁基锡(DBT)和单丁基锡(MBT)主要用于高分子材料的稳定剂。高浓度的有机锡化合物对人体的神经系统、胆管、肝脏、皮肤和内分泌系统有不同程度的损坏,还能引起雌性软体动物变性,哺乳细胞生殖毒性等伤害^[14]。GB 18885-2009^[15]对二丁基氯化锡(DBT)、三丁基氯化锡(TBT)和三苯基氯化锡(TPhT)3种有机锡化合物明确提出了限量要求。

目前,针对纺织品中有机锡化合物检测,采用的标准方法是 GB/T 20385-2006^[16]《纺织品 有机锡化合物的测定》,使用配有火焰光度检测器的气相色谱仪(GC-FPD)或气相色谱质谱联用仪(GC-MS)测定,该方法能够分析多种形态的有机锡,但是衍生化过程操作比较繁琐,耗费时间较长,不稳定因素较多,导致定量结果的重现性较差。ICP-MS 与 HPLC 的联用技术能够克服标准方法的缺点,样品前处理较简单,无需衍生化过程,既减少了工作量又缩短了试验时间,同时方法的灵敏度较高,可实现对大量样品的快速筛选和测定。ICP-MS 在纺织品和皮革有机锡化合物检测中的应用如表 2 所示^[17-19]。

收稿日期:2018-10-10

作者简介:李艳玲(1989-),女,工程师,硕士研究生,主要从事纺织品和皮革化学检测工作,E-mail:liyanling867303715@163.com。

表 1 ICP-MS 法测定纺织品和皮革中重金属含量

测定样品	测定元素	样品前处理方法	测定仪器或方法	RSD/%	加标回收率/%
纺织品	砷, 镉, 钴, 铬, 铜, 汞, 镍, 铅, 铈	人工汗液	ICP-MS	1.46~5.96	88.6~94.5
纺织品	砷, 镉, 钴, 铬, 铜, 汞, 镍, 铅, 铈	人工汗液	ICP-MS	<6.1	90.0~109.6
纺织品	砷, 镉, 钴, 铬, 铜, 汞, 镍, 铅, 铈	人工汗液	ICP-MS	<3.7	85~108
纺织品	砷, 镉, 钴, 铬, 铜, 汞, 镍, 铅, 铈	人工汗液	ICP-MS	2.6~11.0	—
纺织品	铅, 砷, 镉, 铬, 镍	微波消解	ICP-MS	<3.42	93.17~109.12
纺织品	锆	微波消解	ICP-MS	3.0~9.3	82.6~107.8
纺织品	Cr(VI)	人工汗液	IC-ICP-MS	<5%	78.08~96.21
皮革	铅, 铬	微波消解	ICP-MS	3.75~6.71	88.3~96.1
皮革	钴, 镍, 铜, 镉, 铈, 汞, 铅	微波消解	ICP-MS	0.6~2.2	95.5~106.3
纺织品和皮革	砷, 镉, 钴, 铬, 铜, 汞, 镍, 铅, 铈, 铈	微波消解	ICP-MS	1.73~5.27	88.0~107
皮革	Cr(VI)	磷酸氢二钾缓冲溶液浸泡	IC-ICP-MS	2.8~4.6	96.2~103.6
皮革	Cr(VI)	磷酸氢二钾缓冲溶液浸泡	HPLC-ICP-MS	<4.1	93.5~102.3
纺织助剂	铈, 镉, 铅, 铬, 钴, 铜, 镍, 铁, 砷	微波消解	ICP-MS	<10%	88.2~102.9

表 2 ICP-MS 法测定纺织品和皮革中有机锡化合物含量

测定样品	测定元素	样品前处理方法	测定仪器或方法	RSD/%	加标回收率/%
纺织品和皮革	DBT, TBT, TPhT	人工汗液	ICP-MS	<4.1	90.22~101.80
纺织品	DBT, TBT, TPhT	人工汗液	HPLC-ICP-MS	3.1~6.7	80.4~96.5
纺织品	DBT, TBT, TPhT, DOT	人工汗液提取-CH ₂ Cl ₂ 萃取	HPLC-ICP-MS	<7.63	72.9~87.8
纺织品	DBT, TBT, TPhT, DOT	人工汗液	HPLC-ICP-MS	<7.63	72.9~87.8

3 结语

电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)法作为一种非标准方法,在纺织品和皮革领域重金属和有机锡化合物的检测中发挥重要作用,能够弥补现有标准方法在技术层面的不足。电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)虽技术先进,但成本较高,在纺织品和皮革检测领域尚未普及,但其优势明显,随着经济发展以及对其研究报道逐渐增多,必将得到广泛应用。

参考文献:

[1] 白子竹, 韩军, 杨阳, 等. 电感耦合等离子体质谱测定纺织品中部分重金属含量[J]. 纺织科技进展, 2011, (6): 53-55.

[2] 王欣, 幸苑娜, 陈泽勇. ICP-MS 法测定纺织品中 9 种可迁移重金属元素[J]. 质谱学报, 2011, 32(4): 246-251.

[3] 刘鑫, 张玲帆, 王艳萍, 等. iCAP Qc-ICPMS 测定纺织品汗液萃取液中 9 种可迁移重金属元素实验的探讨[J]. 实验室研究与探索, 2015, 34(8): 4-7.

[4] 马书民, 刘佳, 芦春梅, 等. ICP-MS 法测定纺织品中可萃取重金属[J]. 印染, 2015, (16): 45-47.

[5] 谢华林, 李立波, 贺惠, 等. ICP-MS 法测定纺织品中痕量重金属的研究[J]. 印染助剂, 2004, 21(3): 48-50.

[6] 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.

[7] 朱倩林, 单宝田, 崔鹤, 等. 纺织品中六价铬的 IC-ICP-MS 测定[J]. 印染, 2016, 42(7): 43-47.

[8] 白子竹, 韩军, 杨阳, 等. 电感耦合等离子体质谱测定皮革中铅和铬含量[J]. 西部皮革, 2011, 33(22): 26-29.

[9] 贾会来, 尹蓝, 王茜, 等. 微波消解-ICP-MS 测定皮革中 7 种重金属元素[J]. 分析试验室, 2016, (6): 709-712.

[10] 史福霞, 包红娟, 邵秋凤, 等. ICP-MS 法测定皮革和纺织品中可萃取重金属含量[J]. 西部皮革, 2017, 39(9): 28-31.

[11] 邓小文, 卫佳欢, 蒋小良, 等. IC-ICP-MS 法测定皮革及皮革制品中 Cr(VI)[J]. 皮革科学与工程, 2017, 27(3): 51-54.

[12] 王欣, 陈丽琼, 钟新林, 等. 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用技术测定皮革中 Cr(VI)[J]. 分析科学学报, 2015, 31(2): 245-248.

[13] 周牡艳, 鲍国芳, 吴坚, 等. ICP-MS 法测定纺织助剂中的重金属含量[J]. 印染, 2009, 35(21): 35-36.

[14] 顾娟红, 陈军, 徐振东, 等. 电感耦合等离子体质谱法快速筛选纺织品及皮革中的有机锡化合物[J]. 能源环境保护, 2012, 26(4): 59-60.

[15] 全国纺织品标准化技术委员会基础标准分会. 生态纺织品技术要求: GB/T 18885-2009[S]. 北京: 中国标准出版社, 2007: 2.

向结构通过表面的4条沟槽产生毛细效应,有可能起到凉爽的功效,而凉爽纤维的横向结构显示该纤维为异形结构。

(2)热重分析法测试结果显示了凉爽纤维和普通涤纶纤维最大失重温度均在420℃附近,因此无法利用TG进行区分。

(3)差示扫描量热法测试结果显示了样品的玻璃化温度均在75℃附近,熔融温度均在255℃附近,因此无明显差别。

(4)红外光谱分析法测试结果显示了凉爽纤维与

聚酯标样的红外图谱出峰位置基本一致,无法根据特征峰区分凉爽纤维与聚酯纤维。

参考文献:

- [1] 任晓刚,齐 鲁.凉爽纤维的研究现状及应用[J].合成纤维工业,2010,33(1):39-41.
- [2] 赵恒迎,王 其,俞建勇. Coolbst 纤维针织物导湿透汽功能的研究[J].纺织科学研究,2003,(3):14-18.
- [3] 陆慧娟,王正伟. 关于织物芯吸速率测试的研究[J].上海纺织科技,2005,33(2):62-63.

Characterization of Cool Fiber

DAI Qing, ZHOU Li-ming, SHEN Jia-hong

(Shanghai Institute of Quality Inspection and Technical Research, Shanghai 200040, China)

Abstract: Cool fibers were characterized by SEM, TG, DSC and FT-IR methods. The performance of cool fibers was analyzed from fiber shapes, heat resistance, melting and glass transition temperature and chemical structure.

Key words: cool performance; fiber characterization; chemical structure

(上接第32页)

- [16] 全国纺织品标准化技术委员会基础分会. 纺织品 有机锡化合物的测定:GB/T 20385-2006[S].北京:中国标准出版社,2006:1-6.
- [17] 林 黎. 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用测定纺织品中多种有机锡化合物[J].中国纤检,2014,(24):74-77.

- [18] 王 栋,方浩然,叶佳楣,等. HPLC-ICP-MS法测定纺织品中4种有机锡化合物的含量[J].上海纺织科技,2015,43(11):77-78.
- [19] 王 栋,董文洪,吴 坚,等. ICP-MS快速筛查生态纺织品中4种有机锡化合物[J].上海纺织科技,2015,43(8):91-93.

Application of ICP-MS in Detection of Harmful Substances in Textiles and Leather Industry

LI Yan-ling

(National Textile and Leather Product Quality Supervision Testing Center, Beijing 100024, China)

Abstract: The working principle of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) was detailed. The applications of ICP-MS in the detection of harmful matters such as heavy metal elements and organotin compounds in textiles and leather were introduced.

Key words: ICP-MS; heavy metal elements; organotin compounds; textiles; leather