

# 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱 (ICP-AES)法测定 ABS 塑料中 Pb、Cd、Hg

孙国娟<sup>1</sup> 孙海霞<sup>2</sup>

(1 安徽国家铜铅锌及制品质量监督检验中心,安徽 铜陵 244000;

2 安徽三联学院 计算机工程学院,合肥 230601)

**摘要** 以 ABS 塑料为研究对象,采用微波消解法进行样品的前处理,使用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定 ABS 塑料中 Pb、Cd、Hg,结果表明,Pb、Cd、Hg 加标回收率均在 95.0%~105%,测定相对标准偏差(RSD)均小于 3%,方法在缩短样品前处理时间的同时得到较高的元素消解回收率和较为理想的精密度,适用于 ABS 塑料中重金属含量的快速测定。

**关键词** 微波消解; ICP-AES; ABS 塑料; Pb; Cd; Hg

**中图分类号:**O657.31;TH744.11 **文献标志码:**A **文章编号:**2095-1035(2019)01-0005-03

## Determinating Pb, Cd, Hg in ABS Plastics by ICP-AES with Microwave Digestion

SUN Guojuan<sup>1</sup>, SUN Haixia<sup>2</sup>

(1. Anhui National Copper, Lead and Zinc and Product Quality Supervision and Inspection Center, Tongling, Anhui 244000, China;

2. College of Computer Engineering, Anhui Sanlian University, Hefei, Anhui 230601, China)

**Abstract** In this paper, the determination method for ABS plastics was studied. The microwave digestion for the pre-treatment of samples was used and determination of Pb, Cd, Hg content in ABS plastics by inductively coupled plasma emission spectrometry was established. The result shows that the recovery rate of standard addition is within 95.0%—105%, with the test precision within 3%. In addition to reduce time of pre-treatment, this method can obtain higher element digestion recovery and better precision. It is applicable for the rapid determination of heavy metals in ABS plastics.

**Keywords** ICP-AES; microwave digestion; ABS plastics; Pb; Cd; Hg

收稿日期:2018-10-23 修回日期:2018-12-05

基金项目:安徽省大规模在线开放课程(MOOC)示范项目(2017mooc124)

作者简介:孙国娟,女,工程师,主要从事产品质量监督检验。E-mail: 284407152@qq.com

本文引用格式:孙国娟,孙海霞. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定 ABS 塑料中 Pb、Cd、Hg [J]. 中国无机分析化学,2019,9(1):5-7.

SUN Guojuan, SUN Haixia. Determinating Pb, Cd, Hg in ABS Plastics by ICP-AES with Microwave Digestion[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019,9(1):5-7.

## 引言

随着全球电子电器行业的发展,在给人类带来方便的同时,也给全球的生态环境带来了巨大影响。欧盟明确规定了电子电气产品中铅(Pb)、汞(Hg)、镉(Cd)、六价铬(Cr)、多溴联苯(PBB)、多溴二苯醚(PBDE)的限量要求。但国家标准<sup>[1]</sup>给出的测定方法与操作步骤不明确,不利于按标准实施,因此,寻找快速高效的测定方法有着重要的指导和实践意义。近年来,人们在利用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定电子电气聚合物中铅、镉、汞方面有了多种探索<sup>[2-8]</sup>。但是这些方法对 ABS 这类具有较高刚性及抗腐蚀性的塑料消解效果不好,出现消解速度慢、消解不完全和回收率低等问题。本文以 ABS 塑料为研究对象,优化消解体系、消解温度以实现对 ABS 的完全消解,获取好的实验效果。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器及工作条件

Thermo 公司 ICAP6300 等离子体发射光谱仪,采用蠕动泵进样,辅助气流量 0.5 L/min,雾化气流量 0.7 L/min,RF 功率 1 150 W,泵速 50 r/min。

### 1.2 试剂及标准溶液

铅、镉、汞标准储备溶液(1 000 μg/mL,国家有色金属及电子材料分析测试中心)。

硝酸、氢氟酸、双氧水、高氯酸为分析纯或优级纯。

分析用水为去离子水。

### 1.3 样品制备

用电锯、研磨机、低温破碎机等设备将样品研磨成粒径不超过 0.5 mm 的粉末样。

### 1.4 样品处理

称取样品 0.2 g(精确至 0.000 1 g),分别置于聚四氟乙烯微波消解罐中,加入 7 mL HNO<sub>3</sub>、0.2 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>、0.5 mL HF、1 mL HClO<sub>4</sub>,待反应平静后,将容器封闭,并按照表 1 升温程序进行微波消解。容器冷却至室温后,打开容器,如果溶液不清亮或有沉淀产生,用 0.45 μm 的过滤膜过滤,残留的固态物质用 15 mL HNO<sub>3</sub>(5%)冲洗 4 次,所得溶液全部合并转移至 100 mL 容量瓶中。

### 1.5 标准曲线的绘制

以 Pb、Cd、Hg 标准储备溶液配制成 0、0.05、0.10、0.20、0.50、1.00 μg/mL 的系列标准溶液,介

质为 HNO<sub>3</sub>(5%)。

表 1 微波消解升温程序

Table 1 Microwave digestion procedure

步骤	时间/min	温度/℃
升温 1	10	160
恒温 2	5	160
升温 3	10	200
恒温 4	40	200

## 2 结果与讨论

### 2.1 溶样酸体系及用量的选择

微波消解常用的酸体系 HNO<sub>3</sub>+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 对很多塑料(PP、PE)都有很好的消解作用,但由于很多工程塑料会加入玻璃纤维或 TiO<sub>2</sub> 等填料,以达到改善性能或降低成本的目的,导致 HNO<sub>3</sub>+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 消解 ABS 塑料较困难。实验发现 HClO<sub>4</sub> 的引入有助于塑料的消解,而 HF 的引入,则更好地解决了填料的消解问题。表 2 给出了不同酸体系下,微波消解对 ABS 的消解效果。

表 2 不同酸体系下 ABS 的微波消解效果

Table 2 Microwave digestion effect on ABS in different acid systems

酸体系	消解效果
7 mL HNO <sub>3</sub> +1.5 mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> <sup>[7]</sup>	浊
5 mL HNO <sub>3</sub> +1 mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> +1 mL HF <sup>[8]</sup>	浊
7 mL HNO <sub>3</sub> +0.2 mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> +0.5 mL HF+1 mL HClO <sub>4</sub>	清

在同等条件下,分别加入 0.5、1.0、1.5 mL HClO<sub>4</sub> 消解 ABS 样品,经过实验发现,随着 HClO<sub>4</sub> 用量的增加,消解后残渣越来越少,直至消解完全,然而,过高的 HClO<sub>4</sub> 用量容易导致消解罐内压力过高,基于安全考虑,HClO<sub>4</sub> 用量不宜超过整个酸消解体系的 20%,因此选择加入 1.0 mL HClO<sub>4</sub>。

由于 ABS 塑料中经常添加玻璃纤维作为填料,故溶解过程中常加入 HF。在同等条件下,分别加入 0.2、0.5、1.0 mL HF 消解样品,0.5 mL HF 既能满足完全消解的要求,又对仪器损害最小。

在同等条件下,分别加入 0.2、0.5、1.0 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 消解 ABS 样品,经过实验发现,随着 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 的加入对消解有帮助,但效果区别不大,过高的 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 用量容易导致消解罐内压力过高,因此选择加入 0.2 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>。

整个体系中酸的用量一般在 6~10 mL 较适宜,因 HNO<sub>3</sub> 的沸点比水的沸点高,较高的沸点有利于塑料样品的消解,因此,实验选用 7 mL HNO<sub>3</sub>+0.2 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>+0.5 mL HF+1 mL HClO<sub>4</sub> 来消解

ABS 塑料样品。

## 2.2 消解温度和恒温时间的选择

在同等条件下,分别将消解温度设在 190、200、205、210 °C,对 ABS 进行消解。实验发现,更高的温度有利于样品的消解,205 °C 时溶液清亮,消解较完全。故实验选择消解温度为 205 °C。

在同等条件下,将恒温时间分别设为 20、30、40、50 min 来消解 ABS 样品,实验发现,消解 40 min 以上溶液清亮,消解完全。故实验选择恒温时间为 40 min。

## 2.3 仪器分析谱线的选择

塑料类样品光谱干扰小,采用 ICP-AES 法测定

时一般可选择元素的最灵敏线,但有些样品因加入了某些填料,导致 Pb 220.3 nm 处可能会有一些光谱干扰,但次灵敏线 Pb 182.2 nm 处无干扰。因此,实验中 Cd、Hg 选择其灵敏线 Cd 214.4 nm、Hg 194.2 nm,Pb 选择次灵敏线 Pb 182.2 nm 作为分析谱线。

## 2.4 精密度实验

对一个 ABS 样品进行 11 次测定,测定结果和相对标准偏差如表 3 所示。

Pb、Cd、Hg 测定的相对标准偏差均小于 3%,满足测定方法的要求。

表 3 精密度实验

Table 3 The testing of precision( $n=11$ )

元素	测定值										平均值	/( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	
Pb	233	228	231	227	230	226	235	228	232	234	228	230	1.1
Cd	103	99	101	105	98	100	97	102	103	100	102	101	1.9
Hg	56.2	55.4	52.4	53.7	57.1	51.8	52.9	53.7	54.6	54.2	53.3	54	2.3

注:1)单位为%,下同。

## 2.5 加标回收实验

称取上述 ABS 样品 3 份,加入 0.2 mL Pb、Cd、Hg 标准溶液(100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ),按分析步骤进行测定,计算方法的加标回收率,如表 4 所示。

表 4 回收率实验

Table 4 The testing of recovery ( $n=3$ )

/( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )

元素	标示值	加入量	测量值			回收率 <sup>1)</sup>
Pb	230	100	327	331	326	96.0~101
Cd	101	100	202	200	198	97.0~101
Hg	54	100	153	152	151	97.0~99.0

实验表明,Pb、Cd、Hg 加标回收率均在 95.0%~105%。

## 3 结论

实验采用微波消解法对样品进行前处理,运用 ICP-AES 法测定 ABS 中 Pb、Cd、Hg,在缩短样品前处理时间的同时得到较高的元素消解回收率和较为理想的精密度,适用于 ABS 塑料中重金属含量的快速测定。

## 参考文献

[1]全国电工电子产品与系统的环境标准化技术委员会. 电子电气产品六种限用物质(铅、汞、镉、六价铬、多溴联苯

和多溴二苯醚)的测定 GB/T26125—2011 [S]. 北京:中国标准出版社,2011.

[2]金献忠,陈建国,杭纬,等. 低压微波消解-ICP-AES 法测定聚氯乙烯塑料及其制品中的 Pb、Cd、Cr 和 Hg[J]. 分析试验室 (Chinese Journal of Analysis Laboratory), 2007, 26(8):80-83.

[3]薛海燕. 微波消解 ICP-AES 法测定聚丙烯材料中铅、镉、铬和汞[J]. 现代仪器与医疗 (Modern Instruments & Medical Treatment), 2011, 7(6):83-84.

[4]杨永舒. 检测电子电器产品中 Pb、Cd、Hg、Cr 微波消解 ICP-AES 测定方法的运用探讨 [J]. 广东科技 (Guangdong Science & Technology), 2014 (12): 228-230.

[5]邓传东,孙琳,安身平,等. ICP-AES 测定南红玛瑙中剧毒元素 As、Cd、Cr、Pb、Sb 含量的研究[J]. 中国无机分析化学 (Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry), 2018, 8(6):9-13.

[6]臧真娟. 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定 RoHS 指令聚合物中的铅和镉[J]. 中国无机分析化学 (Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry), 2018, 8(2):14-16.

[7]李险峰,张锦军,刘国聪. 微波消解-ICP-AES 法测定 ABS 塑料中的铅[J]. 湖北大学学报(自然科学版)(Journal of Hubei University (Natural Science)), 2015(1):17-20.

[8]杨新春,周礼元,闫伟. ICP-OES 测定电子电气产品(ABS 基材)中重金属含量的测量不确定度评定[J]. 工程技术 (Engineering Technology), 2017(10):228-231.