

纺织品中重金属检测预处理方法研究进展

董佳萍*

浙江中纺标检验有限公司, 浙江 312000

摘要: 研究了纺织品中重金属含量的测定方法。样品中重金属含量的测定采用了干灰法和微波处理法这两种预处理方法。通过对这两种方法测定的重金属含量进行分析和比较, 改进了以硝酸镁为灰剂的干灰方法, 加快了样品的氧化速度, 并减少了待测元素的挥发损失。测试结果表明, 改进后的干灰法测试结果与微波处理方法相似, 具有成本低、操作方便等特点, 可用于检测日常纺织品中重金属含量。

关键词: 纺织品; 重金属; 预处理; 方法分析

一、前言

纺织品是满足人们日常物质和文化需要的日用产品。然而, 大多数消费者无法直观有效地了解纺织品的产品质量和其染整过程中使用化学品的安全信息, 因此, 他们在使用纺织品时可能存在严重的安全风险。随着物质生活水平的不断提高, 对纺织品的要求也越来越高, 不仅在时尚和外观方面, 而且在确保产品质量和安全方面都需要符合相关国家产品安全标准。目前, 对纺织品中重金属含量的计量通常是通过微波处理进行的。本试验重点是采用高温高压消解罐法预处理纺织品样品, 以确保减少运行和维护成本。

二、纺织品重金属检测预处理方法

目前, 往往需要对样品进行预处理, 然后再检测纺织品中的重金属含量^[1]。干灰法在高温灰化样品, 成灰后再进行试验。这种方法可以用于大量样品的检测; 但纺织品的成分复杂, 灰化条件难以协调。同时, 由于消化温度和酸度等条件, 样品容易消化不良。

微波处置方法是在高压封闭环境中处置样品, 直接加热样品, 迅速销毁样品。封闭环境可以减少样品损失和交叉污染以及废气对环境的污染。高效、数据准确性和可靠性, 但样品处理量小, 否则容易损坏仪器和配件, 成本高^[2]。解决办法是在封闭条件下使用强酸和氧化剂分解样品, 然后检测重金属。这种方法可以减少样品的损失, 但耗散时间较长。

三、样品的预处理方法分析

(一) 干燥灰分

将已称重的样品放入坩埚中, 在电炉中微火碳化, 然后放入马弗炉进行灰化, 用酸性溶剂溶解灰, 并用仪器测量样品中重金属含量。干法灰化的优点是简单快捷, 但由于铅、镉和铜等不同金属元素在灰化过程中的行为不同, 会造成大量的元素损失。纺织品成分复杂, 灰分时间因纤维成分而异。因此, 灰分温度、灰分助剂、灰分时间和溶解灰分溶剂的选择对灰分的测量结果至关重要^[3]。

(二) 湿法消解

将已称重样品放入四氟乙烯坩埚中, 加入盐酸、硝酸或氟化氢, 用强酸氧化剂分解样品。但是, 湿式消化的缺点是有些纺织品很难用酸消化。如果消化过程中温度控制不当可能会影响检测结果。由于消化剂的使用, 消化液具有一定的浊度和小颗粒, 微量碳和有机物质的存在可能影响检测结果。

四、检测仪器的差异

(一) 原子吸收光谱仪

分为火焰原子吸收光谱仪和石墨炉原子吸收光谱仪。仪器在检测重金属含量时经常受到物理、光谱和化学干扰。化学干扰是指在原子化过程中被测元素与原子或集体分子的化学相互作用, 从而影响到融合、蒸发、分离、原子化

*通讯作者: 董佳萍, 1989年9月, 女, 汉, 浙江绍兴人, 现任浙江中纺标检验有限公司报告审核, 助理工程师, 本科。研究方向: 新材料, 纺织品检测。

等。这种影响可以是积极的、消极的，也可以是选择性的。就纺织品测试而言，样品的复杂性和提取物的特殊性是最重要的干扰来源和数据失真的主要原因。

（二）原子荧光测定仪

雾化光度计会受介质、环境因素、试验容器、仪器流动途径的影响，其中，纺织品测试数据受到的最大干扰主要来自还原剂的作用。原子荧光减速器通常使用硼钾氢钠溶液或硼氢化钠—氢氧化钠溶液。减速器中氢钾硼溶液浓度越大，引起液相干扰的可能性越大，减速器贮存时间越长，荧光强度波动性越大^[4]。

五、试验

（一）试剂

硝酸和过氧化氢、铅1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准液和镉1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准液。除非另有说明，否则试验中只使用GB/T 6682-2008分析实验室用水试验规范和方法中规定的纯度或以上的分析试剂和二级或以上的的水。

（二）仪器和设备

PE公司Optima 8000电感耦合等离子体发射光谱仪；烘箱；准确度为0.01毫克的分析天平；50毫升容量瓶；孔径为0.45 μm 的水相过滤膜；100毫升高压消化罐；微波消解仪。

（三）试验步骤

1. 准备样品

一个代表性样品被选出来测试，切成5毫米×5毫米的碎片，取0.2 g样品，精度0.0001 g。

微波处理方法。在空处置容器中加入待测样品，然后添加8.0 ml硝酸，使待测样品和浓硝酸对周围温度反应正确，然后拧紧处置容器使其密封，将其移至微波处置装置，以提高温度。在样品冷却后，将其从微波处置器中取出。传输50毫升瓶中消化的溶液，用少量水三次冲洗消化容器内壁，将容量瓶中的所有洗涤剂混合，将容积调节到所需的比例；均匀搅拌，通过水相滤膜进行ICP-AES分析^[5]。将7.0 ml浓硝酸和2 ml过氧化氢分别添加到内部高温高压热解管中，用于试验样品和空白样品。在环境温度下，样品和浓度硝酸充分反应后，将内处置管放入高温高压处置槽中，拧紧后放入加热至（175±5）℃的烘箱内，然后取出柜内的样品并将其放入该柜内。将处置液移入容量50毫升的瓶中内管，将所有处置液放入容量瓶内，调节水垢，均匀搅拌^[6]。

2. 实验分析

感应等离子体原子发射光谱分析元件的波长。ICP-AES分析铅元素和镉元素的波长分别为220.3 nm和214.4 nm。

构造曲线。根据试验要求和仪器条件，用水逐渐将标准工作液稀释到一系列适当质量浓度的工作液，0、0.1、0.2、0.5、1.0、2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。建立仪器分析条件，点燃等离子体火焰距离，测量火焰距离稳定后，按质量浓度低到高的顺序在一系列工作方案中相应波长下测量元素光谱强度。根据上述仪器条件，测量真空溶液的光谱强度和样品溶液中要试验的每个元素的质量浓度，并根据工作曲线计算每个要试验的元素的质量浓度^[7]。

维护仪器。弹簧板和垫片容易开裂，需要及时更换，特别是主控制箱上的弹簧板和垫片容易断裂；主控制罩上的陶瓷管、温度传感器容易折断，因此要小心操作；使用时必须保持内外罐壳干燥，以免微波加热时局部过热，而造成内外罐壳损坏^[8]。高压消化罐使用时应注意内外罐保持干燥，如对消化罐内壁和外壁有酸性粘附，应及时用软布擦拭。

（三）结果与分析

将标准溶液加入空白试样（棉、麻、尼龙、聚酯、氨纶、混纺）中，使空白试样中铅和镉的质量浓度为1.0微克/毫升。在使用上述两种方法进行预处理之后，用感应等离子体原子发射光谱法测量重金属的质量浓度^[9]。结果表明，改进方法预处理后测量的重金属的质量浓度达到了标准，即精度的平均回收率为93%至98%。对两种预处理方法的比较表明，标准方法中使用的微波消解方法可在正常情况下用于10个样品的批次；在改进的方法中，可以根据干燥器的大小确定每批样品的数量。这一结论表明，蒸馏器方法可以有效地处理更多样品，同时确保试验的准确性。

六、结束语

总之，预处理方法和重金属检测仪器各有利弊。在实践中，必须根据实际的探测需要选择适当的预处理条件和仪器，充分了解和控制影响仪器检测精度的因素，选择适当的技术指标，避免检测过程中出现重大错误。

参考文献:

- [1] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会.水和废水监测分析方法(第四版)[M].北京:中国环境科学出版社, 2002.
- [2] 林素君,刘白茹,史丽芳,张玉凤,龚龔.EDXRF / TYLABIOO联用技术在纺织品重金属检测中的应用[J].实验技术与管理, 2012,29(4):39-41.
- [3] 朱石麟,冯茜丹,党志.大气颗粒物中重金属的污染特性及生物有效性研究进展阴.地球与环境, 2008,36(1):26-32.
- [4] 陈志华.纺织品中重金属含量检测方法的改进[J].棉纺织技术, 2008,36(9):36-38.
- [5] 曾嘉欣,徐敏.在纺织品重金属测定中对微波消解前处理条件的探讨[J].科技传播, 2010(9):109.
- [6] 陈海相.微波消解—原子吸收法测定天然纺织品中重金属[J].现代纺织技术, 2006,14(2):42-44.
- [7] 郭维,于涛,闫婧,等.伞谱直读ICP—AES法测定纺织品中重金属总量[J].理化检验:化学分册, 2006,42(7):38-40.
- [8] 庄健业.纺织品中重金属含量检测预处理方法改进[J].纺织检测与标准, 2019,23(02):5-18.
- [9] 易碧华,李昊菁,李达光,苏淑坛.石墨炉原子吸收光谱法直接测定纺织品萃取汗液中砷阴.福建分析测试, 2013,22(005):55 · 58.