

# 婴幼儿纺织布料中砷含量检测

天美(中国)市场部 李晓丽

## 1. 仪器设备

日立 ZA3000 原子吸收光谱仪（带氢化物发生器）  
砷元素空心阴极灯：北京有色金属研究院国产灯  
Barnstead 超纯水装置（美国）

## 2. 试剂

砷标准溶液：1000 μg/mL（国家标准物质中心）  
硝酸（GR，西陇化工）  
盐酸（GR，北京化工厂）  
碘化钾（AR，西陇化工股份有限公司）  
硼氢化钠（国药集团化学试剂有限公司）  
氢氧化钠（GR，北京化工厂）  
L-组氨酸盐酸盐一水合物  
氯化钠（AR，北京化学试剂公司）  
磷酸二氢钠二水合物（AR，国药集团化学试剂有限公司）  
实验用水均为去离子水

## 3. 砷测试实验（氢化物法）

### 3.1 酸性试液的配制

参照 GB/T 3922-2013, 称取 L-组氨酸盐酸盐一水合物 0.5g, 氯化钠 5.0g, 磷酸二氢钠 2.2g, 用 0.1mol/L 的氢氧化钠溶液调整试液 pH 值至 5.5±0.2。

### 3.2 砷标准溶液的配制

砷标准储备液的制备：精密量取砷单元素标准溶液适量，用酸性汗液（3.1）稀释，制成每 1mL 含砷（As）100ng 的溶液。

标准曲线的制备：分别精密量取 100ng/mL 砷标准储备液 0mL、1mL、2mL、3mL、4mL、5mL，置 50mL 量瓶中，加 25% 碘化钾溶液（临用前配制）1mL，加 10% 抗坏血酸溶液（临用前配制）1mL，摇匀，用酸性汗液（3.1）稀释至刻度，摇匀，密塞，置 80℃ 水浴中加热 3 分钟，取出，放冷，备用。

### 3.3 供试品溶液的制备与测试

#### 3.3.1 萃取液制备

从剪碎至 5mm×5mm 以下的混匀品中称取 4g 试样两份（供平行试验），精确至 0.001g，置于三角烧瓶中，加入 80mL 酸性汗液（3.1），塞上瓶塞，用力振摇使纤维充分浸润。置于恒温水浴中振摇 60min。静置，冷却至室温，用玻璃砂芯漏斗过滤。



### 3.3.2 砷测试液制备

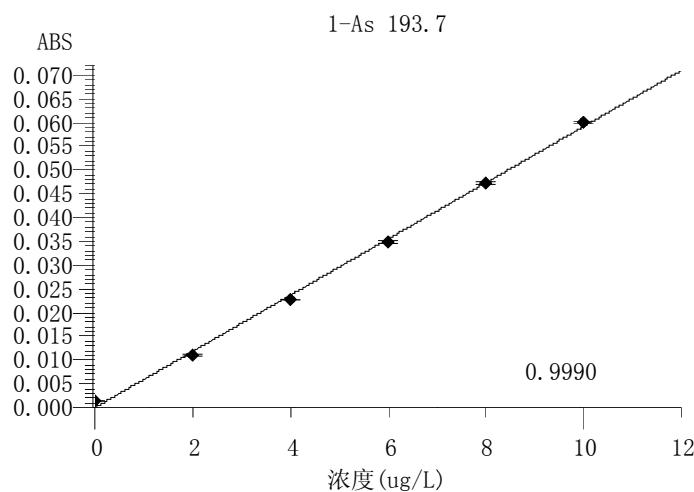
吸取 25mL 萃取液，置 50mL 量瓶中加 25% 碘化钾溶液（临用前配制）1mL，加 10% 抗坏血酸溶液（临用前配制）1mL，摇匀，用酸性汗液（3.1）稀释至刻度，摇匀，密塞，置 80℃ 水浴中加热 3 分钟，取出，放冷，备用，同时制备空白溶液。

### 3.4 仪器工作条件

仪器条件		测定参数
元素 As	原子化器：标准燃烧头	测定模式：工作曲线
仪器：ZA3000	火焰：空气-乙炔	信号模式：BKG 校正
原子化方式：氢化物	燃气流速：1.2L/min	曲线类型：线性
检测波长：193.7nm	助燃气：160KPa 15L/min	计算方式：积分
狭缝宽度：1.3nm	燃烧头高度：7.5mm	延迟时间：0s
灯电流：12mA	时间常数：1.0s	计算时间：3.0s

### 3.5 砷含量测试

采用氢化物发生装置，以含 1% 硼氢化钠和 0.3% 氢氧化钠溶液（临用前配制）作为还原剂，盐酸溶液（1→100）为载液，氩气为载体，检测波长为 193.7nm，测定砷标准溶液的吸收值，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。同条件下测量砷测试液。



砷标准曲线

结果表	各元素列表	STD样品单位	ug/L		
元素	As	UNK样品单位	ug/L		
<hr/>					
样品ID	样品名	浓度	RSD (%)	ABS	REF
STD1		0.00	20.00	0.0005	0.0057
STD2		2.00	1.98	0.0101	0.0200
STD3		4.00	0.46	0.0218	0.0140
STD4		6.00	0.88	0.0339	0.0259
STD5		8.00	0.65	0.0463	0.0247
STD6		10.00	0.34	0.0591	0.0260
UNK-001	空白1	0.67	1.49	0.0010	0.0204
UNK-002	空白2	0.57	1.75	0.0008	0.0242
UNK-003	粉色1	0.87	5.75	0.0016	0.0262
UNK-004	粉色2	0.85	2.35	0.0016	0.0274
UNK-005	黄色1	0.87	2.30	0.0016	0.0279
UNK-006	黄色2	0.72	0.00	0.0012	0.0303

### 测试结果

#### 3.6 样品计算结果

	称样量 (g)	萃取液体积 (mL)	测试值 $\mu\text{ g/L}$	As 含量 mg/kg
粉色布料	4.0094	80	0.25	0.0050
粉色布料	4.0272	80	0.23	0.0046
黄色布料	4.0340	80	0.25	0.0050
黄色布料	4.0492	80	0.10	0.0020

注：空白值取平行测试平均值  $0.62 \mu\text{ g/L}$

#### 4. 结论

FZ/T 73025-2013 婴幼儿针织服饰规定，可萃取砷含量≤0.2mg/kg，本次测试粉色和黄色布料砷含量符合要求。

#### 5. 仪器说明

日立 ZA3000 原子吸收光谱仪采用偏振塞曼背景校正方式，结合双检测器，同时监测样品光束和背景光束，彻底消除时间差与空间差，是真正的实时双光束仪器。其他原子吸收光谱仪火焰部分全部都采用氘灯背景校正，与氘灯背景校正相比较，塞曼背景校正有如下绝对优势：

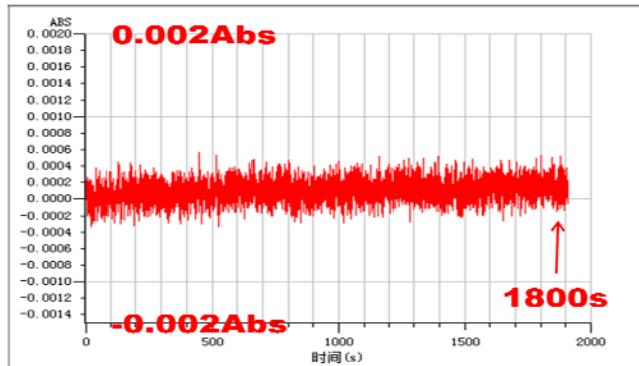
1) 塞曼背景校正可以获得稳定的基线，测试结果稳定、可靠。ZA3000 的动态基线稳定性为  $0.0004\text{Abs}/30\text{min}$  (如下图所示)，该指标优于其他任何一家原吸一个数量级，因此数据重现性好，结果稳定可靠。稳定的基线使得该仪器开机即测，无需预热。

2) 对于临近谱线的干扰，即结构背景氘灯无法进行校正，而塞曼背景校正可以进行校正

3) 190-900nm 全波长范围内背景校正，氘灯只有在 190-360nm 有能量，超过 360nm 的可见区是无法进行背景校正的。而像锂 (670.8nm)、钠 (589.0nm)、钾

(766.5nm)、钡(553.6nm) 钙(422.7nm)、锶(460.7nm)、铬(359.3nm) 等长波长的元素氘灯无法校正背景。

- 4) 采用氘灯背景校正的仪器由于空心阴极灯和氘灯的光束无法完全拟合，极易产生校正过度现象，而塞曼背景校正完全不存在此问题。
- 5) 后期没用氘灯耗材成本，节省费用。



动态基线稳定性 $\leq 0.0004\text{Abs}/30\text{mins}$

基线稳定性是光学系统、检测系统、机械系统等综合指标

测试方法：依照国家计量检定规程《JJG 694-2009 原子吸收分光光度计》5.3.4 基线稳定性测试方法测试。