

ICPE-9820 测定电子电气材料中砷、铍、锑元素含量

ICP-171

摘要：本文参考《GB/T 33351.2-2021 电子电气产品中砷、铍、锑的测定 第2部分 电感耦合等离子体发射光谱法》，使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）建立了测定电子电气聚合物材料塑料中砷、铍、锑含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好（ $r > 0.9998$ ），测定结果准确，加标回收率在 97.0~101.8% 之间，重复性良好（ $RSD < 2.93\%$ ， $n=3$ ），适用于电子电气聚合物材料中砷、铍、锑元素含量的测定。

关键词：ICPE-9820 电子电气 塑料 元素分析

随着工业技术水平的不断发展，电子电气产品已经是人们日常生活中不可或缺的一部分，给我们的生活带来了极大的便利。

塑料作为一种广泛应用在电子电气产品生产中的原材料，其中的有毒有害元素砷、铍、锑进入人体内被吸收后，会对人体产生不同程度的损伤。如砷进入人体后会破坏细胞的氧化还原能力，影响细胞正常代谢，引起组织损害和机体障碍，可直接引起中毒死亡。锑与细胞中的巯基发生不可逆转的结合，进而干扰含巯基蛋白质和酶类的正常代谢，从而对生物体产生损

害作用。

电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）具有测定线性范围宽、精密度高等优点，是元素分析的有力工具。

本文参考《GB/T 33351.2-2021 电子电气产品中砷、铍、锑的测定 第2部分 电感耦合等离子体发射光谱法》，使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 对塑料中的砷、铍、锑进行测定，并进行方法学考察。

■ 实验部分

1.1 仪器设备

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪。

1.2 仪器条件

表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	10.0 L/min
辅助气流速	0.60 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同心雾化器
雾化室	旋流雾化室	高频频率	27.12 MHz

■ 样品前处理

称取 0.2 g（精确到 0.0001 g）样品放入微波消解罐中，加入 9 mL 硝酸，1 mL 过氧化氢，放入微波消解仪中，按设定的消解程序对样品进行微波消解。消解程序参见表 2。消解完全后，待溶液冷却至室温，将溶液转移至 50 mL 容量瓶中，加水至容量瓶刻度线，混匀待测。

表 2 微波消解温度控制程序

步骤	时间 /min	状态	温度 /°C
1	5	升温	100
2	1	保持	100
3	10	升温	150
4	2	保持	150
5	30	升温	210
6	70	保持	210

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线和检出限

使用体积比 15% 硝酸配制多元素混合标准溶液，标准溶液浓度见表 3。

表 3 混合标准曲线各元素浓度

元素	浓度 (mg/L)					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
As	0.00	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
Be	0.00	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
Sb	0.00	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00

元素标准曲线见图 1- 图 3。

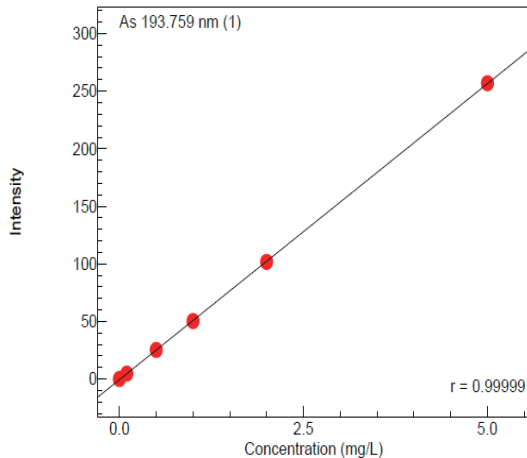


图 1 砷 (As) 标准曲线

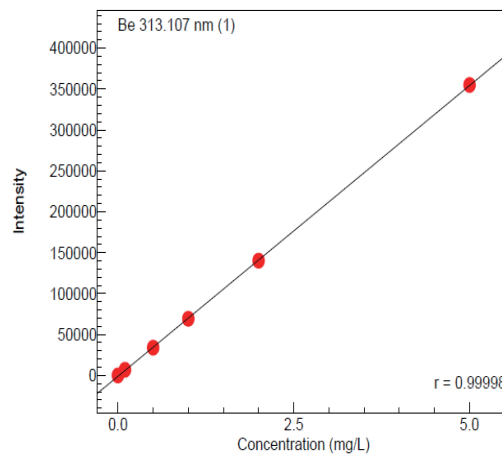


图 2 铍 (Be) 标准曲线

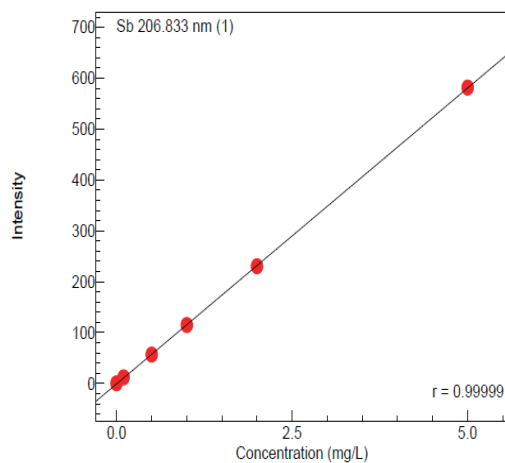


图 3 锑 (Sb) 标准曲线

使用样品空白溶液测定 7 次，分别以样品空白浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。按照样品称样量 0.2 g，定容体积 50 mL，计算得到该方法的检出限和定量限，结果见表 4。

表 4 方法检出限及定量限

元素	波长 (nm)	观测方向	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)	标准方法检出限 (mg/kg)
As	193.759	轴向	8	25	8
Be	313.107	轴向	0.02	0.05	8
Sb	206.833	轴向	5	13	10

3.2 样品结果

对消解后的塑料样品进行测定，测定结果见表 5。

表 5 电子电气 PE 塑料样品测定结果

元素	测定浓度 (mg/L)	测定结果 (mg/kg)	加标浓度 (mg/L)	加标回收率 (%)	RSD (%，n=3)
As	N.D.	N.D.	0.10	101.8	2.93
Be	N.D.	N.D.	0.10	99.4	0.07
Sb	N.D.	N.D.	0.10	97.0	1.97

注：N.D. 表示未检出。

■ 结论

使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪对电子电气塑料样品中砷、铍、锑含量进行测定，该方法线性良好，测试准确度高，精密度好，满足电子电气塑料中多元素含量测定要求。

岛津应用云

