

ICPMS-2030 测定铜箔中的杂质元素

ICPMS-196

摘要：本文参考国标《铜及铜合金化学分析方法 第 28 部分：铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铅和铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（GB/T 5121.28-2021），使用岛津 ICPMS-2030 系列建立测定铜箔中的杂质元素的方法。结果表明，方法线性良好，检出限低，准确度和精确度高，满足铜箔中杂质元素的测定要求。

关键词：ICP-MS 铜箔 杂质元素

铜箔是重要的金属铜制品，被广泛应用于电子电器产品制造，如印刷电路板（PCB）和锂电池负极集流器等。铜箔的物理化学性能对产品质量具有重要影响，其中杂质元素含量是关键指标，铜箔中杂质元素影响其导电性、延展性和导热性等，因此需要准确掌控铜箔中的杂质元素含量。

电感耦合等离子体质谱仪是测定铜箔中杂质元素含量的有力工具，具有线性范围宽，灵敏度高，测试速度快等优点。本文参考标准 GB/T 5121.28-2021 对铜箔样品进行消解后，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定铜箔中杂质元素含量，方法准确可靠，可为铜箔质量评价提供帮助。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪



图 1 岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪

1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1 所示。

表 1 ICPMS-2030 系列分析条件

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	9.0 L/min
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz

1.3 样品前处理

参照标准 GB/T 5121.28-2021 配制试剂并对铜箔样品进行前处理，过程见下图 2 所示。

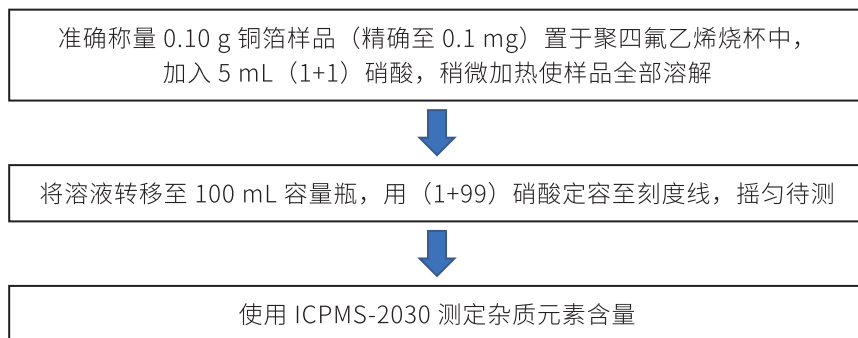


图 2 样品前处理过程

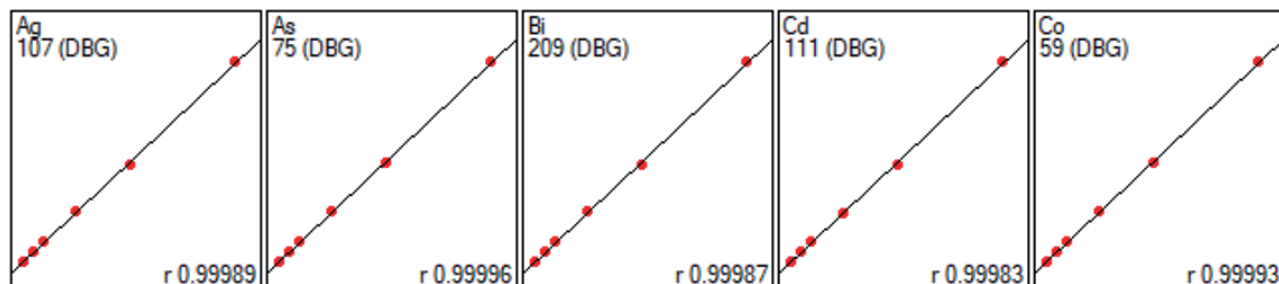
■ 结果与讨论

2.1 标准曲线

参考标准 GB/T 5121.28-2021 配制各元素标准溶液，其系列浓度见下表 2 所示。另外，配制浓度为 50 ng/mL 的 In 作为内标，使用内标组件自动添加内标溶液。各元素标准曲线见下图 3 所示。

表 2 元素标准曲线浓度

元素	浓度 (ng/mL)					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Ag	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0
As	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0
Bi	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0
Cd	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0
Co	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0
Cr	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0
Fe	0	5.0	10.0	20.0	50.0	100.0
Mn	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0
Ni	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0
Pb	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0
Sb	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0
Se	0	2.0	5.0	10.0	20.0	50.0
Sn	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0
Te	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0
Zn	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0



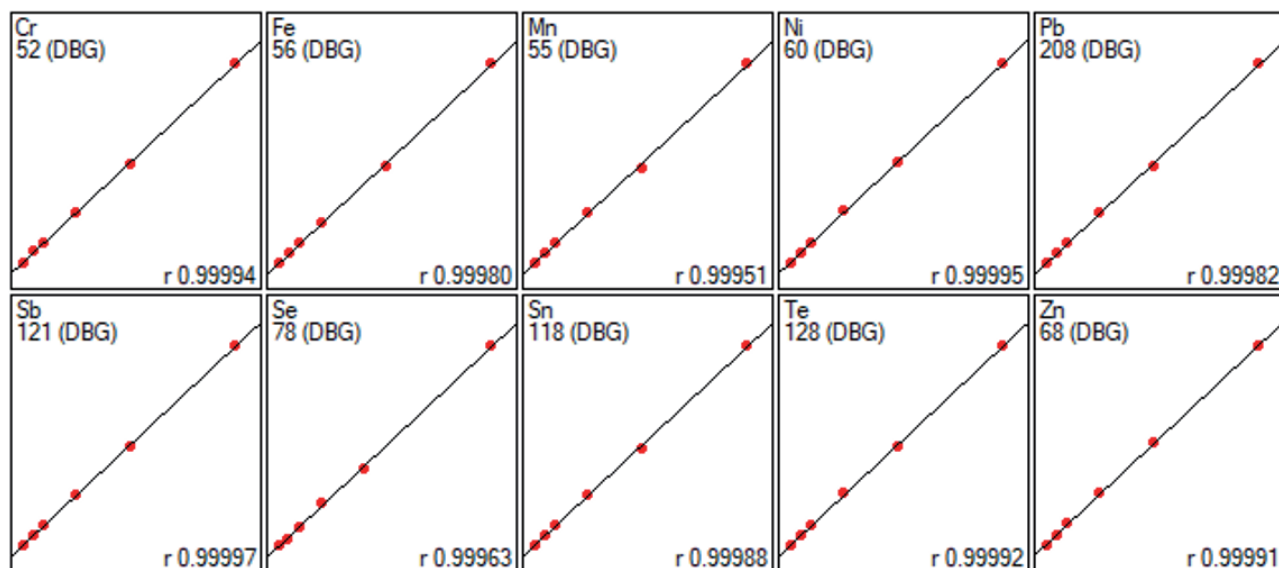


图3 元素标准曲线

2.2 检出限

使用样品空白溶液测定 11 次，分别以浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。按铜箔样品称量 0.10 g，定容体积为 100 mL 计算方法检出限和定量限，结果见下表 3 所示。

表 3 方法检出限

元素	质量数	仪器检出限 (ng/mL)	仪器定量限 (ng/mL)	方法检出限 ($10^{-5}\%$)	方法定量限 ($10^{-5}\%$)
Ag	107	0.002	0.005	0.02	0.05
As	75	0.010	0.032	0.10	0.31
Bi	209	0.004	0.013	0.04	0.13
Cd	111	0.004	0.012	0.04	0.12
Co	59	0.005	0.017	0.05	0.17
Cr	52	0.016	0.052	0.16	0.52
Fe	56	0.072	0.241	0.72	2.41
Mn	55	0.026	0.085	0.26	0.85
Ni	60	0.073	0.245	0.73	2.45
Pb	208	0.003	0.010	0.03	0.10
Sb	121	0.067	0.221	0.67	2.21
Se	78	0.163	0.543	1.63	5.43
Sn	118	0.008	0.027	0.08	0.27
Te	128	0.041	0.134	0.41	1.34
Zn	68	0.071	0.237	0.71	2.37

注：所有元素均采用碰撞模式。

2.3 样品分析结果

对某市售铜箔样品中的杂质元素含量进行测定，分析结果和加标回收率见下表 4 所示。

表 4 铜箔中杂质元素含量

测定元素	测定浓度 (ng/mL)	含量 (%)	RSD (n=3, %)	加标浓度 (ng/mL)	加标测定值 (ng/mL)	回收率 (%)	RSD (n=3, %)
Ag	5.32	0.0005	3.34	5.0	9.98	91.4	2.34
As	N.D.	N.D.	--	5.0	4.61	92.2	4.23
Bi	0.122	0.00001	0.75	5.0	4.72	92.0	1.96
Cd	0.069	0.00001	2.21	5.0	4.77	94.0	1.28
Co	N.D.	N.D.	--	5.0	4.81	96.2	3.19
Cr	0.101	0.00001	3.64	5.0	5.23	102	2.40
Fe	43.0	0.0043	1.06	20.0	64.6	108	1.60
Mn	0.215	0.00002	3.14	5.0	5.33	102	4.13
Ni	N.D.	N.D.	--	5.0	4.62	92.4	4.22
Pb	1.23	0.00012	3.67	5.0	5.93	94.0	0.63
Sb	1.39	0.00014	1.83	5.0	6.20	96.2	1.59
Se	1.16	0.00012	4.23	5.0	5.84	93.6	4.50
Sn	N.D.	N.D.	--	5.0	5.33	107	3.85
Te	N.D.	N.D.	--	5.0	4.70	94.0	3.24
Zn	0.946	0.00009	4.36	5.0	5.91	99.3	1.89

注：N.D. 表示未检出。

■ 结论

本文参考国标《铜及铜合金化学分析方法 第 28 部分：铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铅和铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（GB/T 5121.28-2021），利用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪建立了测定铜箔杂质元素含量的方法。结果显示：方法线性良好（ $r > 0.9995$ ），检出限低，加标回收率好（91.4%~108% 之间），测定精密度好，满足铜箔中杂质元素含量的测定要求。

岛津应用云

