

ICP-MS 测定低合金钢中砷、铋、铅、锑、锡

ICPMS-220

摘要：参考 GB 32548-2016《钢铁 锡、锑、铋、铅和砷的测定 电感耦合等离子体质谱法》，采用盐酸硝酸混合酸分解试样后，利用电感耦合等离子体质谱仪直接测定，建立了一种简单快速测定低合金钢样品中砷、铋、铅、锑、锡五种元素含量的分析方法。实验结果表明：各元素的相关系数 $r > 0.99997$ ，标准物质测试结果与标准值吻合。该方法分析速度快，灵敏度高，定量准确，可以准确分析低合金钢中多元素的含量。

关键词：ICP-MS 低合金钢 元素

技术特点：

- ❖ 使用 Mini 炬管，低氦气消耗条件下获得准确、稳定的定量分析结果；
- ❖ 使用气体在线稀释系统，降低了接口的维护频率。

合金钢分为低合金钢、中合金钢和高合金钢，以含有合金元素的总量来加以区分，一般合金总量低于 5% 的合金钢称为低合金钢。低合金钢具有较高的强度、塑性和韧性，在工程机械、船舶、桥梁、高层建筑等领域被广泛应用。

低合金钢中砷、铋、铅、锑、锡五元素影响钢铁的性能，被称为“五害元素”，建立一种快速准确测试低合金钢中“五害元素”的测试方法至关重要。低合金钢中该五元素含量低，使用 ICP-OES 法测试时

成分之间又相互干扰，检测困难，常用的氢化物原子吸收法或者石墨炉法测试效率低，测试周期长。

ICP-MS 检出限低，多元素同时测试，分析速度快。本文使用 ICP-MS 建立了一种测试低合金钢中砷、铋、铅、锑、锡五元素的测试方法，对四个低合金钢标样进行测试，考察方法准确度和稳定性，连续 5 天测试，测试值和标准值吻合，RSD 值均在 3.2% 以内，该方法适合低合金钢中五种元素测试。

■ 实验部分

1.1 仪器配置

表 1 ICP-MS 仪器配置

仪器	:	ICPMS-2050 LF
雾化器	:	同心雾化器
雾化室	:	旋流雾化室
炬管	:	Mini 炬管
采样锥	:	镍锥
截取锥	:	镍锥
内标元素加入方法	:	内标组件

1.2 分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 2。

表 2 ICP-MS 分析条件

高频功率	:	1.20 kW	雾化室温度	:	5°C
等离子体气流速	:	9.0 L/min	池气体	:	He
辅助气流速	:	1.10 L/min	气体流速	:	7 mL/min
载气流速	:	0.50 L/min	池电压	:	-40 V
稀释气	:	0.30 L/min	能量过滤器电压	:	7.0 V
采样深度	:	7.0 mm	--	:	--

1.3 样品前处理

称取固体样品 0.1 g (精确至 0.0001 g) 于塑料消解内罐中, 加入 3 mL 盐酸和 1 mL 硝酸, 低温加热, 待样品完全溶解, 转移至 100 mL 容量瓶并使用纯水定容, 混匀备用, 同时做空白试验。

Fe 单标溶液 (20000 mg/L): 称取高纯铁 1 g, 加入少量水, 加入 3 mL HNO₃ 和 1 mL HCl 低温溶解, 定容至 50 mL。

■ 结果与讨论

2.1 溶液配制

标准溶液: 使用 3% HCl+1% HNO₃ 混合酸介质, 采用 Fe 单标溶液基体匹配法配制砷、铋、铅、锑、锡五种元素混合标准溶液系列, 各元素质量浓度见表 3。

内标溶液: 用 1% 硝酸溶液配制 Rh 和 Y (浓度均为 50 μg/L) 混合内标溶液, 使用内标组件在线加入。

表 3 标准溶液系列 (μg/L)

元素	内标	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8	STD9	STD10
⁷⁵ As	⁸⁹ Y	0.00	--	--	--	--	10.0	20.0	50.0	100	200	500
²⁰⁹ Bi	¹⁰³ Rh	0.00	0.50	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0	50.0	100	--	--
²⁰⁸ Pb	¹⁰³ Rh	0.00	--	--	--	5.00	10.0	20.0	50.0	100	200	--
¹²¹ Sb	¹⁰³ Rh	0.00	--	--	--	5.00	10.0	20.0	50.0	100	200	--
¹²⁰ Sn	¹⁰³ Rh	0.00	--	--	--	5.00	10.0	20.0	50.0	100	200	500

2.2 标准曲线

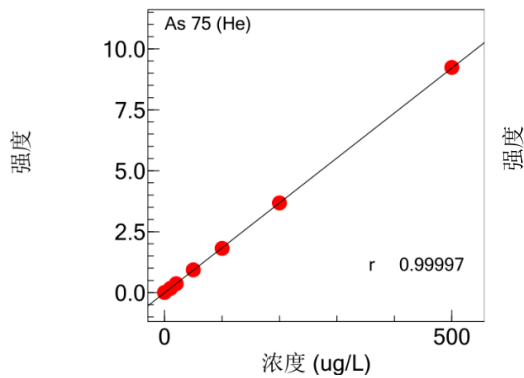


图 1 As 元素标准曲线图

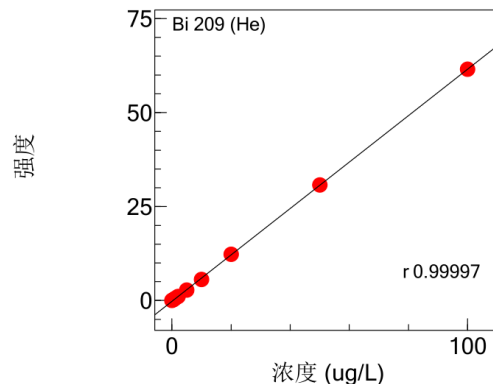


图 2 Bi 元素标准曲线图

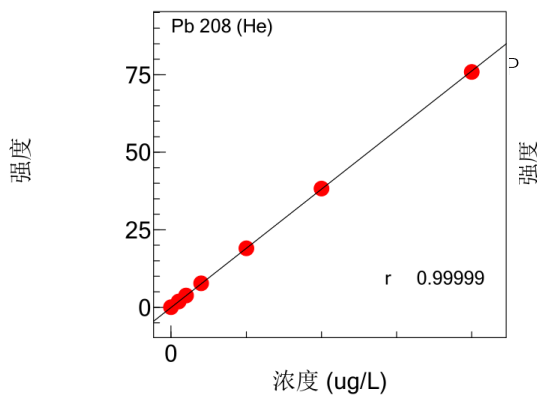


图 3 Pb 元素标准曲线图

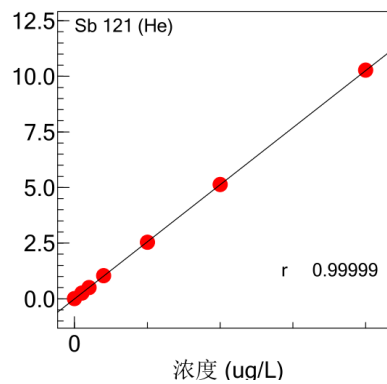


图 4 Sb 元素标准曲线图

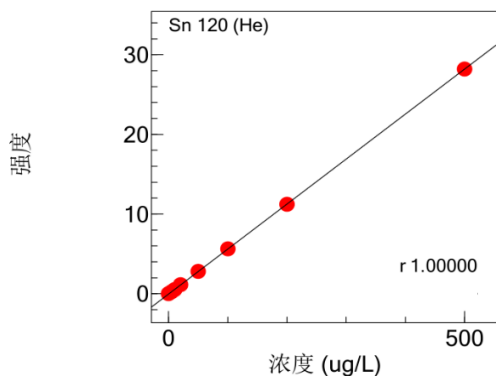


图 5 Sn 元素标准曲线图

2.3 检出限考察

使用样品空白溶液测定 11 次，分别以样品空白浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算仪器检出限和定量限。按照样品称样量 0.1 g，定容体积 100 mL，计算得到该方法的检出限和定量限，结果见表 4。

表 4 检出限和定量限

分析元素	仪器检出限 (μg/L)	仪器定量限 (μg/L)	方法检出限 (%)	方法定量限 (%)
⁷⁵ As	0.09	0.32	0.000009	0.00003
²⁰⁹ Bi	0.005	0.02	0.0000005	0.000002
²⁰⁸ Pb	0.05	0.16	0.000005	0.00002
¹²¹ Sb	0.03	0.10	0.000003	0.00001
¹²⁰ Sn	0.05	0.16	0.000005	0.00002

2.4 样品分析结果及准确度考察

按照方法对低合金刚标准物质 GSB H40 072-94-1~4 共 4 个标样中砷、铋、铅、锑、锡五种元素含量进行测试，实验结果见表 5。

表 5 低合金刚 GSB H40 072-94-1~4 分析结果

样品名称		As	Bi	Pb	Sb	Sn
GSB H40 072-94-1	测试值 (μg/L)	56.7	0.25	98.0	12.6	50.8
	样品含量 (%)	0.0057	0.00003	0.0098	0.0013	0.0051
	RSD(n=6, %)	0.98	0.62	0.92	0.41	0.39
	参考值 (%)	0.0064	0.00003	0.0098	0.0015	0.0054
GSB H40 072-94-2	测试值 (μg/L)	183	17.0	48.7	60.0	298
	样品含量 (%)	0.018	0.0017	0.0049	0.0060	0.030
	RSD(n=6, %)	0.96	0.47	0.47	0.57	0.62
	参考值 (%)	0.022	0.0017	0.0046	0.0061	0.029
GSB H40 072-94-3	测试值 (μg/L)	156	58.9	78.1	110	196
	样品含量 (%)	0.016	0.0059	0.0078	0.011	0.020
	RSD(n=6, %)	0.65	0.38	0.27	0.47	0.26
	参考值 (%)	0.017	0.0057	0.0077	0.011	0.019

GSB H40 072-94-4	测试值 (µg/L)	314	7.79	14.2	28.7	393
	样品含量 (%)	0.031	0.00078	0.0014	0.0029	0.039
	RSD(n=6, %)	0.18	0.22	0.40	0.57	0.42
	参考值 (%)	0.031	0.00082	0.0012	0.0029	0.039

2.5 稳定性考察

按照方法对低合金钢标准物质 GSB H40 072-94-3~4 共 2 个标样中砷、铋、铅、锑、锡五种元素含量进行连续 5 天测试, 各元素 RSD 均小于 3.2%, 实验结果见表 6。

表 6 低合金钢 GSB H40 072-94-3~4 稳定性结果 (%)

样品名称	测试天数	As	Bi	Pb	Sb	Sn
GSB H40 072-94-3	1	0.015	0.0060	0.0079	0.011	0.020
	2	0.015	0.0059	0.0078	0.011	0.020
	3	0.016	0.0059	0.0078	0.011	0.019
	4	0.016	0.0059	0.0078	0.011	0.020
	5	0.016	0.0060	0.0080	0.011	0.020
	RSD (%)	3.14	0.82	1.02	0.01	2.02
GSB H40 072-94-4	1	0.031	0.00077	0.0014	0.0029	0.040
	2	0.032	0.00076	0.0014	0.0029	0.040
	3	0.031	0.00076	0.0014	0.0030	0.039
	4	0.031	0.00076	0.0014	0.0029	0.039
	5	0.031	0.00078	0.0014	0.0029	0.039
	RSD (%)	1.28	1.04	0.01	1.37	1.24

■ 结论

本文使用 ICPMS-2050LF 电感耦合等离子体质谱仪建立了快速准确测试低合金钢中砷、铋、铅、锑、锡的分析方法。该方法准确度高, 检出限低, 稳定性好, 适用于低合金钢中五种元素测试。

岛津应用云

