

ICP-MS 测定高纯铜中杂质元素的含量

ICPMS-255

摘要：参考标准 GB/T 5121.28-2021《铜及铜合金化学分析方法 第 28 部分：电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津 ICPMS-2050 LF 型电感耦合等离子体质谱仪测定了高纯铜中杂质元素的含量。分析结果显示，方法检出限在 0.002~0.1 mg/kg 之间，样品加标回收率在 86.9~110% 之间。该方法检出限低，定量准确，可满足高纯铜中杂质元素含量分析的限值要求。

关键词：ICP-MS 高纯铜 杂质元素

技术特点：

- ❖ 方法检出限低，满足高纯铜中杂质元素分析的限值要求。
- ❖ H₂ 反应模式，能有效去除多原子离子干扰，可实现痕量元素硒（Se）的准确分析。

高纯铜及铜合金中的痕量杂质元素主要包括金属和非金属元素，常见的有银（Ag）、铁（Fe）、镍（Ni）、锌（Zn）、铅（Pb）、砷（As）、硫（S）、氧（O）等，即使是 ppm（百万分之一）级别，也会像“木桶的短板”一样，严重破坏材料的整体优异性能。例如，铁和镍会降低铜的导电性，铁、砷、锡和铝等会大幅增加电阻率。因此，现代高端铜材的生产和选用，必须基于对杂质的精确认知和严格控制。

电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 具有方法简单、快捷、灵敏度高、检出限低，准确性好、线性范围宽、可实现多元素同时分析的特点。

本文参考标准 GB/T 5121.28-2021《铜及铜合金化学分析方法 第 28 部分：电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津 ICPMS-2050 LF 型电感耦合等离子体质谱仪测定了高纯铜中 15 种杂质元素的含量。

■ 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/H ₂
辅助气流速	: 1.1 L/min	气体流速	: He 6.0 mL/min H ₂ 7.0 mL/min
载气流速	: 0.55 L/min	池电压	: -21 V
稀释气	: 0.50 L/min	能量过滤器电压	: 7.0 V
采样深度	: 9.0 mm	泵速	: 10 rpm

1.3 样品前处理

参考 GB/T 5121.28-2021 前处理方法, 准确称取 0.1 g (精确至 0.0001 g) 样品置于烧杯中, 加入 5 mL (1:1) 硝酸, 低温消解至溶液澄清。冷却至室温, 用纯水定容至 100 mL。

■ 结果与讨论

2.1 溶液配制

标准溶液: 使用 2% HNO₃ 配制 Ag、As、Bi、Cd、Co、Cr、Fe、Mn、Ni、Pb、Sb、Se、Sn、Te 和 Zn 混合标准溶液, 标准溶液浓度为 0、2.00、10.0、20.0 和 50.0 µg/L。

内标溶液: 用 2% 硝酸溶液配制 In 内标溶液, 浓度为 500 µg/L, 用内标组件在线加入。

2.2 标准曲线

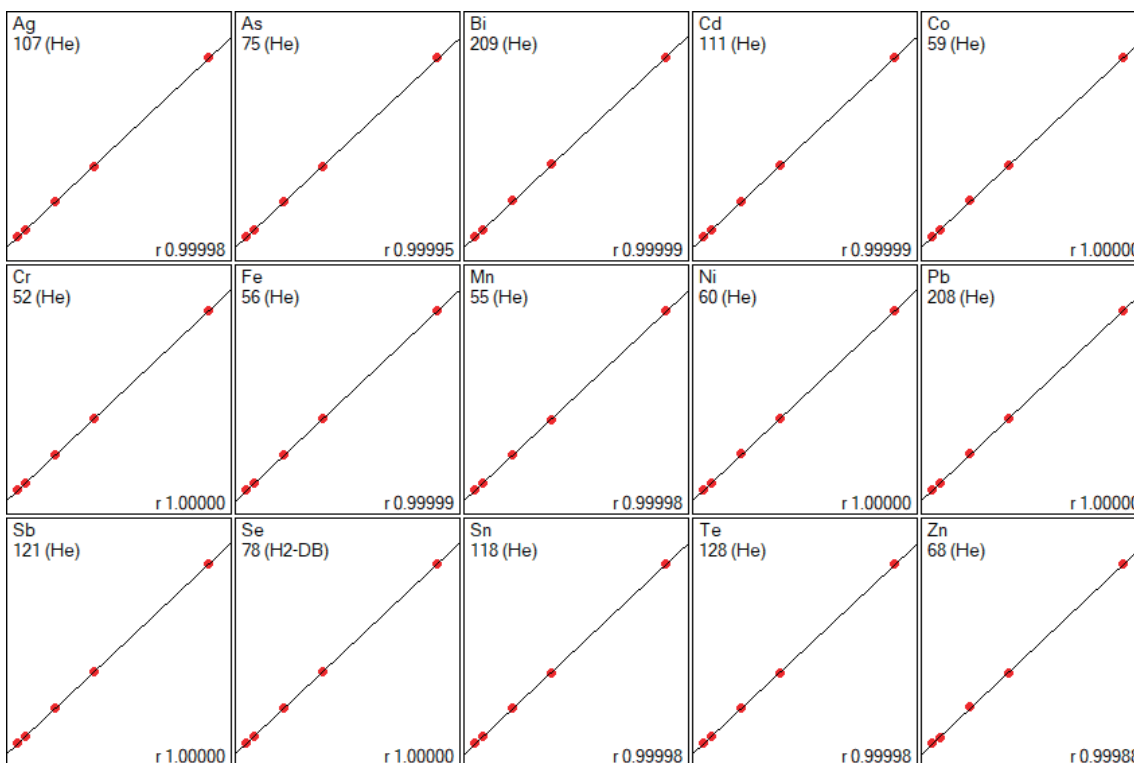


图 1 元素标准曲线

2.3 检出限考察

对空白进行 11 次测定，以 3 倍样品强度标准偏差 (SD) 除以斜率 (k)，按照样品称样量 0.1 g，定容体积 100 mL，计算各元素的方法检出限。实验结果见表 3。

表 3 方法检出限和方法定量限

分析元素	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)	GB/T 5121.28-2021 限值 (%)	分析元素	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)	GB/T 5121.28-2021 限值 (%)
Ag	0.007	0.03	0.0025	Ni	0.03	0.07	--
As	0.02	0.05	0.0005	Pb	0.007	0.03	0.0005
Bi	0.002	0.006	0.0002	Sb	0.02	0.04	0.0004
Cd	0.009	0.03	--	*Se	0.03	0.1	0.0002
Co	0.003	0.01	--	Sn	0.02	0.04	--
Cr	0.02	0.05	--	Te	0.03	0.07	0.0002
Fe	0.1	0.3	0.0010	Zn	0.07	0.3	--
Mn	0.009	0.03	--	--	--	--	--

注：* 代表 H₂ 反应模式。

2.4 样品分析结果及准确度考察

按照方法对高纯铜样品进行分析，同时进行低、中、高浓度的样品加标回收实验，各元素加标回收率在 86.9~110% 之间，分析结果见表 4。

表 4 分析结果及回收率

分析元素	分析元素	加标量 (μg/L)	回收率 (%)	分析元素	分析元素	加标量 (μg/L)	回收率 (%)
Ag	10.0	1	110	Ni	0.875	1	94.5
		5	94.0			5	91.9
		10	100			10	95.3
As	1.26	1	106	Pb	0.193	1	107
		5	103			5	103
		10	106			10	106
Bi	0.156	1	103	Sb	0.288	1	96.2
		5	101			5	102
		10	103			10	105
Cd	0.066	1	100	*Se	N.D.	1	102
		5	95.1			5	99.8
		10	100			10	101
Co	N.D.	1	96.6	Sn	0.301	1	105
		5	94.9			5	99.8
		10	97.3			10	103

Cr	N.D.	1	100	Te	0.065	1	99.5
		5	97.6			5	100
		10	99.2			10	100
Fe	2.94	1	95.0	Zn	N.D.	1	--
		5	93.0			5	89.4
		10	92.0			10	86.9
Mn	0.54	1	98.0	--	--	--	--
		5	94.6	--	--	--	--
		10	94.5	--	--	--	--

2.5 长期稳定性考察

按照实验方法对加入 2 μg/L 标液的样品进行连续 9 小时测试，内标强度回收率在 60%~100% 之间，如图 2 所示；样品 +2 μg/L 标液 9 小时连续测定值回收率在 85%~115% 之间，如图 3 所示。

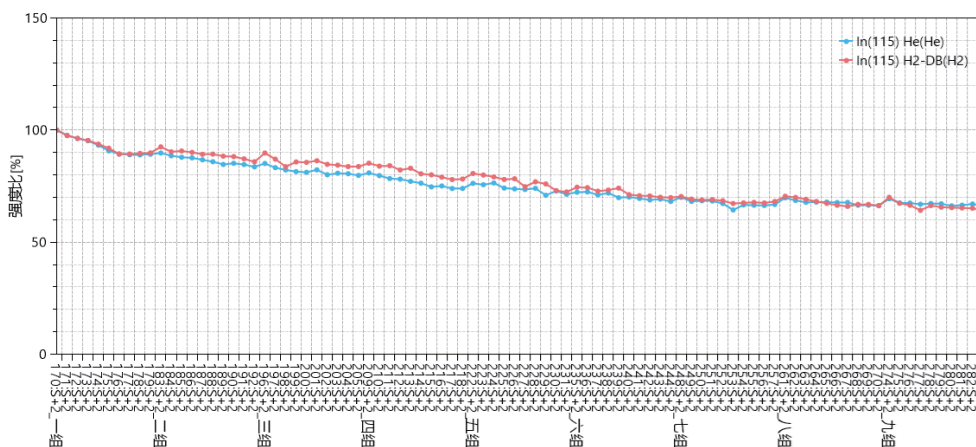


图 2 内标强度变化 (9h)

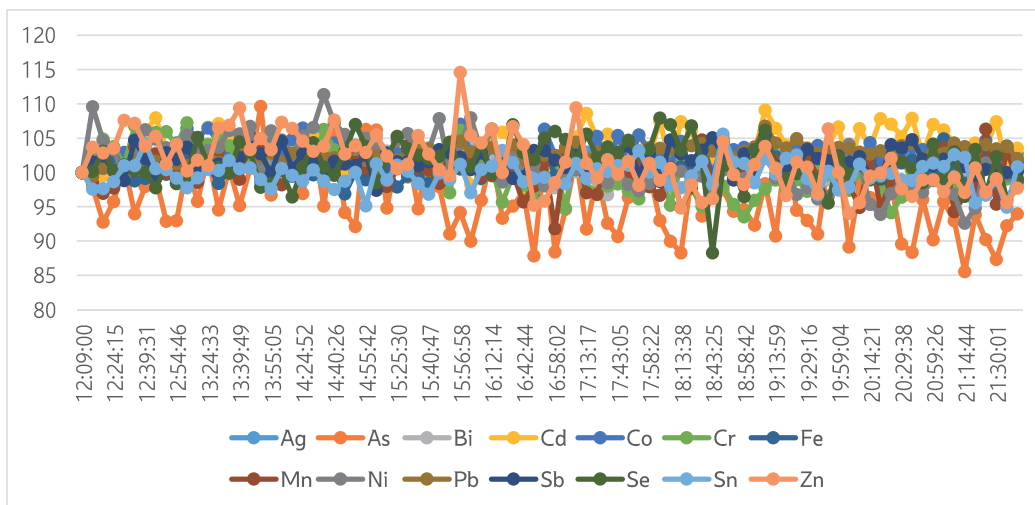


图 3 样品 +2ppb 标液 9 小时测定值回收率

■ 结论

本文参考标准 GB/T 5121.28-2021 《铜及铜合金化学分析方法 第 28 部分：电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津 ICPMS-2050 LF 型电感耦合等离子体质谱仪测定了高纯铜中 15 种杂质元素的含量。该方法准确度高，检出限低，稳定性好，适用于高纯铜及合金中的杂质元素含量分析。

岛津应用云

