

ICPMS-2030 系列测定紫外光固化胶中金属元素含量

ICPMS-213

摘要： 本文使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定紫外光固化胶中 11 种金属元素含量。实验结果表明，该方法灵敏度高，检出限低，精密度高，定量准确，可满足紫外光固化胶中金属元素含量的测定要求。

关键词： 紫外光固化胶 ICPMS-2030 系列 金属元素

技术特点：

- ❖ 前处理采用微波消解，有效降低样品干扰。
- ❖ 测试方法准确度高，精密度高，满足紫外光固化胶中 11 种金属元素含量的同时测定。

紫外光 (UV) 固化胶又称光敏胶、无影胶，是一种必须通过紫外线光照射才能固化的一类胶粘剂。它的固化原理是：UV 固化材料中的光引发剂（或光敏剂）在紫外线的照射下吸收紫外光后产生活性自由基或阳离子，引发单体聚合、交联化学反应，使黏合剂在数秒钟内由液态转化为固态。紫外光固化胶

广泛应用于玻璃制品与珠宝业、电子电器、光学仪器、PCB 制造等领域，比如电路组件固定、芯片保护涂层、电路板粘接。

本文采用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 系列测定了紫外光固化胶中 11 种金属元素含量。

■ 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

1.2 仪器分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 1。

表 1 ICP-MS 分析条件

参数	参数设定	参数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	8.0 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
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

1.3 实验器皿及试剂

实验所用的消解管及玻璃器皿均使用硝酸溶液 (1+4) 浸泡 24 小时后，用超纯水冲洗，干燥后备用；实验所用的 HNO₃ 和 H₂O₂ 均为优级纯或更高纯度试剂，实验用水为超纯水。

■ 样品的前处理

准确移取约 500 μL 待测样品于聚四氟乙烯消解管中，加入 2 mL 过氧化氢、6 mL 硝酸，盖上内盖，将消解罐置于 90°C 的电热板上加热 60 min 充分预消解后，180°C 微波消解 20 min。消解结束后，取出消解罐，将消解罐置于 110°C 的电热板上缓慢赶酸至近干。赶酸后将消解液用少量去离子水多次洗涤并转移至 50 mL 容量瓶中，定容，摇匀待测。同时做试剂空白和加标回收率试验。

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线溶液配制

用硝酸溶液 (2+98) 将 11 种单元素标准储备液配制成各元素标准溶液序列，标准溶液浓度见表 2。

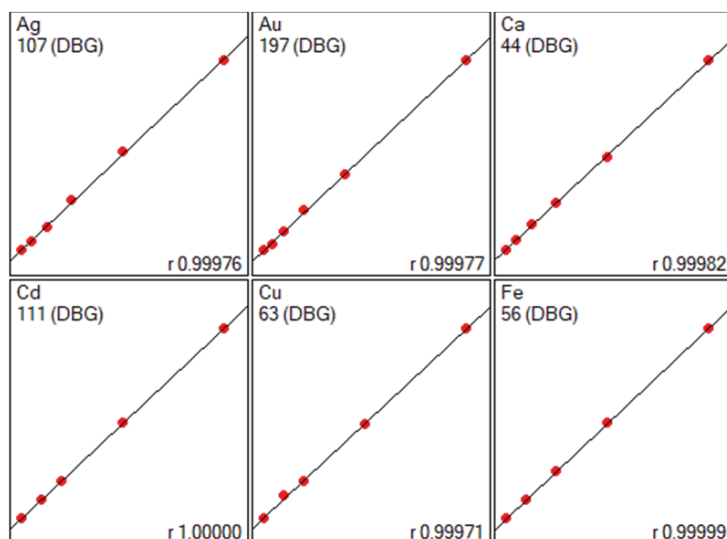
表 2 混合标准溶液各元素浓度

元素	内标元素	浓度 ($\mu\text{g/L}$)					
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
^{107}Ag	^{115}In	0	0.10	0.25	0.50	1.00	2.00
^{197}Au	^{209}Bi	0	0.10	0.25	0.50	1.00	2.50
^{44}Ca	^{45}Sc	0	10.0	25.0	50.0	100	200
^{111}Cd	^{115}In	0	0.50	1.00	2.50	5.00	--
^{63}Cu	^{72}Ge	0	0.50	1.00	2.50	5.00	--
^{56}Fe	^{72}Ge	0	0.50	1.00	2.50	5.00	--
^{202}Hg	^{209}Bi	0	0.10	0.25	0.50	1.00	2.00
^{208}Pb	^{209}Bi	0	0.50	1.00	2.50	5.00	--
^{195}Pt	^{209}Bi	0	0.50	1.00	2.50	5.00	--
^{118}Sn	^{115}In	0	0.50	1.00	2.50	5.00	10.0
^{66}Zn	^{72}Ge	0	1.00	2.50	5.00	10.0	--

注：内标元素 ^{45}Sc 、 ^{72}Ge 浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ ， ^{115}In 、 ^{209}Bi 浓度均为 25 $\mu\text{g/L}$ ，采用内标组件在线加入。

3.2 元素标准曲线

各元素标准曲线见图 1，相关系数 r 均大于 0.999。



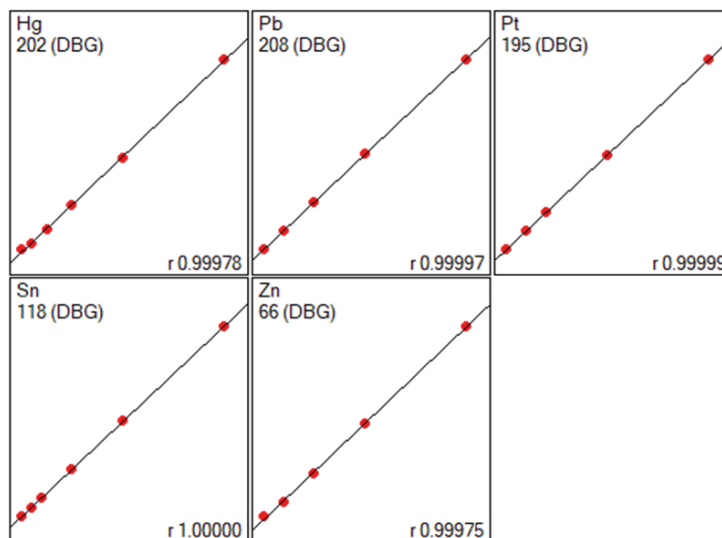


图 1 元素标准曲线图

3.3 方法检出限

对试剂空白进行 7 次测定，分别以样品空白强度标准偏差的 3 倍和 10 倍除以标准曲线斜率计算检出限和定量限，按照样品取样量 500 μL ，定容体积 50 mL 计算各元素的方法检出限。实验结果见表 3。

表 3 方法检出限和定量下限

元素	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	定量下限 ($\mu\text{g/L}$)
Ag	0.002	0.01	0.04
Au	0.005	0.2	0.5
Ca	2	52	175
Cd	0.0008	0.01	0.05
Cu	0.005	0.1	0.3
Fe	0.04	0.5	2
Hg	0.002	0.02	0.06
Pb	0.002	0.02	0.07
Pt	0.0002	0.01	0.02
Sn	0.005	0.05	0.2
Zn	0.002	0.7	2

3.4 样品测定结果

使用 ICPMS-2030 系列测定紫外光固化胶中 11 种金属元素含量。样品结果及加标回收率见表 4。

表 4 样品结果及加标回收率

元素	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (%, n=3)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)	RSD (%, n=3)
Ag	0.043	4.26	2.57	0.25	90.8	1.90
Au	0.916	91.6	3.77	0.50	98.8	2.32
Ca	40.7	4070	0.19	25.0	94.8	2.72
Cd	N.D.	N.D.	--	0.50	97.1	1.13
Cu	0.312	31.2	1.48	0.50	96.2	0.32
Fe	5.16	516	0.18	0.50	94.0	0.18
Hg	0.040	4.03	2.34	0.25	106	1.81
Pb	0.050	4.99	0.53	0.50	96.5	0.29
Pt	0.001	0.080	0.01	0.50	91.6	0.58
Sn	4.37	437	0.13	0.50	98.0	0.31
Zn	2.13	213	0.47	0.50	104	0.53

■ 结论

使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定紫外光固化胶中 11 种金属元素含量。实验结果表明，该方法灵敏度高，检出限低，精密度高，定量准确，可满足紫外光固化胶中金属元素含量的测定要求。

岛津应用云

