

## 电感耦合等离子体质谱法测定锡合金中 10 种元素

张 华<sup>1</sup>, 施燕支<sup>1</sup>, 王英锋<sup>1</sup>, 陈玉红<sup>2,\*</sup>, 李平<sup>2</sup>, John LAU<sup>2</sup>

(1. 首都师范大学分析测试中心, 北京 100037; 2. 安捷伦科技有限公司(中国), 北京 100022)

### Determination of Multi-elements in Tin Alloys by Using ICP-MS

ZHANG Hua<sup>1</sup>, SHI Yan-zhi<sup>1</sup>, WANG Ying-feng<sup>1</sup>, CHEN Yu-hong<sup>2,\*</sup>, LI Ping<sup>2</sup>, John LAU<sup>2</sup>

(1. *The Analysis Test Center, Capital Normal University, Beijing 100037, China;*

*2. Agilent Technologies Co. Ltd, Beijing 100022, China)*

**Abstract:** A method was studied for the determination of multi-elements including Al, Fe, Ni, Cu, Zn, As, Se, Cd, Sb, Pb in tin alloys by using ICP-MS. The method detection limits for all elements were between 0.002-0.21  $\mu\text{g/g}$ . Two certified reference materials were analyzed and the relative standard deviations (%RSD) were between 1.4%-6.5%.

**Key words:** microwave digestion; ICP-MS; tin alloy; multi-elements

中图分类号: O657.63; P641.51 文献标识码: A 文章编号: 1004-2997(2006)增刊-39-02

锡和锡合金具有优良的抗蚀性、可焊性和装饰性, 被广泛应用于电子工业中一般与锡形成合金的元素有: Cu、Ag、Au、Zn、Cd、In、Ti、Pb、Sb、Bi、Fe、Co、Ni、Rh、Ru、Pd、Os、Ir 等, 某些元素的含量高低会严重影响到合金的性能<sup>[1]</sup>。

锡合金中各元素的测定方法通常有分光光度法、滴定法、极谱法、原子吸收光谱法、发射光谱法等。实验建立了一种电感耦合等离子体质谱法同时测定锡合金中 10 种元素的方法, 无需基体匹配, 方法简便、快速、准确。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与装置

Agilent 7500c 电感耦合等离子体质谱仪。

雾化器: Babington 高盐雾化器; 雾化室: 石英双通道, Piltier 半导体控温于  $(2 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ ; 炬管: 石英一体化, 2.5 mm 中心通道; 样品锥: Ni 材质。

Milli-Q 超纯水系统 (Millipore, Bedford MA)。

### 1.2 主要材料与试剂

标准贮备液:  $10 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$  Al、Fe、Ni、Cu、Zn、As、Se、Cd、Sb、Pb 混合标准溶液, Agilent 公司提供; 内标溶液:  $10.0 \mu\text{g/mL}$  <sup>6</sup>Li、Sc、Ge、Y、Tb、Bi 混合标准溶液, Agilent 公司提供; 硝酸: 优级纯, 德国 Merck 公司生产; 盐酸: BV-III 级, 北京化学试剂研究所生产; ICP-MS 调谐溶液:  $10 \text{ ng/mL}$  <sup>7</sup>Li、Co、Y、Ce、Tl 混合标准溶液, Ag-

作者简介: 张 华(1982~), 女(汉族), 湖北孝感人, 在读硕士, 分析化学专业。E-mail: zhanghua@mail.cnu.edu.cn

\* 通讯作者: 陈玉红(1972~), 女(汉族), 江西泰和人, 在读博士, 冶金分析专业。E-mail: yu-hong\_chen@agilent.com

ilent 公司提供;超纯水:18.2 M $\Omega$ ,由 Milli-Q 超纯水系统制得,用于配置所有标准溶液与样品溶液。

### 1.3 实验条件

RF 功率:1 300 W;冷却气流速:15 L/min;辅助气流速:1.0 L/min;载气流速:1.12 L/min;采样深度:7.0 mm;分析模式:全定量;氧化物: $CeO^+/Ce^+ < 1\%$ ;双电荷: $Ce^{2+}/Ce^+ < 3\%$ ;在线内标加入。

### 1.4 样品前处理

精确称取 0.050 0 g 样品置于酸煮洗净的烧杯中,加入 5 mL 浓王水,盖上表皿,加热溶解。冷却后,将样品消解液转移至干净的 50 mL PET 塑料瓶,用少量超纯水洗涤烧杯 3~4 次,洗涤液合并于 PET 瓶中,定重至 50 g,混匀。随同样品进行空白试验。

## 2 结果与讨论

### 2.1 元素同位素的选择

待测元素及内标元素的同位素选择如下:<sup>27</sup>Al, <sup>57</sup>Fe, <sup>60</sup>Ni, <sup>63</sup>Cu, <sup>66</sup>Zn, <sup>75</sup>As, <sup>82</sup>Se, <sup>111</sup>Cd, <sup>121</sup>Sb, <sup>208</sup>Pb。其中,<sup>27</sup>Al、<sup>57</sup>Fe、<sup>60</sup>Ni、<sup>63</sup>Cu、<sup>66</sup>Zn、<sup>75</sup>As、<sup>82</sup>Se 以 <sup>72</sup>Ge 作为内标,<sup>111</sup>Cd、<sup>121</sup>Sb 以 <sup>115</sup>In 作为内标,<sup>208</sup>Pb 以 <sup>209</sup>Bi 作为内标<sup>[2]</sup>。

### 2.2 方法的检出限

在优化的实验条件下,对试剂空白连续测定 11 次,计算得到该方法对样品中各元素的检出限分别为:Al 0.032  $\mu$ g/g; Fe 0.19  $\mu$ g/g; Ni 0.012  $\mu$ g/g; Cu 0.023  $\mu$ g/g; Zn 0.064  $\mu$ g/g; As 0.16  $\mu$ g/g; Se 0.21  $\mu$ g/g; Cd 0.007  $\mu$ g/g; Sb 0.032  $\mu$ g/g; Pb 0.002  $\mu$ g/g。

### 2.3 标准样品分析

为了验证方法的准确性,按上述步骤测定了两种欧洲锡合金标准样品,结果见表 1。

表 1 标准样品分析结果( $n=6$ )

Table 1 Analytical results of CRM<sub>s</sub> ( $n=6$ )

标样编号	元素	参考值/%	测定值/%	平均值/%	RSD/%
74×E	Fe	0.015±0.003	0.017 0.015 0.017 0.016 0.017 0.016	0.016	5.1
	Cu	3.01±0.04	3.11 3.07 3.08 3.19 3.18 2.99	3.10	2.7
	Zn	0.001 1±0.000 2	0.001 2 0.001 1 0.000 98 0.000 99 0.000 98 0.001 0	0.001 0	5.0
	As	0.068±0.002	0.070 0.069 0.069 0.070 0.070 0.067	0.069	1.8
	Se	0.003 4±0.000 2	0.003 4 0.003 2 0.003 2 0.003 6 0.003 5 0.003 2	0.003 3	5.8
	Cd	0.001 6±0.000 1	0.001 7 0.001 6 0.001 7 0.001 6 0.001 7 0.001 7	0.001 7	3.3
	Sb	0.014±0.002	0.015 0.014 0.015 0.015 0.015 0.015	0.015	3.0
Pb	0.045 7±0.001 1	0.045 0 0.046 5 0.046 5 0.046 7 0.046 1 0.045 1	0.046	1.4	
74×HB	Al	0.005	0.004 6 0.005 0 0.004 6 0.004 7 0.005 2 0.005 0	0.004 9	5.0
	Fe	0.11	0.11 0.12 0.11 0.11 0.11 0.11	0.11	4.0
	Ni	1.10	1.14 1.13 1.09 1.14 1.09 1.10	1.11	2.1
	Zn	0.010	0.012 0.012 0.011 0.012 0.012 0.012	0.011	3.8
	As	0.030	0.030 0.030 0.030 0.030 0.028 0.029	0.029	3.0
	Cd	0.008	0.008 0.008 0.009 0.008 0.009 0.008	0.008	6.5
	Pb	0.050	0.052 0.051 0.052 0.053 0.051 0.053	0.052	1.9

## 3 结论

研究表明,采用 ICP-MS 法可同时测定锡合金中的 Al、Fe、Ni、Cu、Zn、As、Se、Cd、Sb、Pb 等 10 种元素。方法简便、快速,无需基体匹配,准确度和精密度佳,为同类样品的分析提供了依据。

### 参考文献:

- [1] 蔡积庆. 电镀锡合金[J]. 电镀与环保, 2001, 21(5): 5-7.
- [2] 王丽丽. 锡和锡合金镀层材料[J]. 电镀与精饰, 2003, 25(3): 39-42.