

超级微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定 三聚磷酸铝中 15 种微量元素

曹俊飞, 吕芳霞, 李 鹰, 李 剑

(杭州谱育科技发展有限公司, 杭州 311300)

摘要: 随着行业要求和环保法规的完善,对化工产品三聚磷酸铝(ATP)中有毒有害重金属元素含量的要求越来越严格,而相关检测标准未见报道,因此提出了用于测定ATP中铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锑、钡、汞、铊、铅和铋共15种元素含量的题示方法。样品于105℃预干燥3h后,分取0.1000g,加入3mL硝酸和3mL磷酸,将混合物置于超级微波消解仪中,程序升温至240℃消解30min。冷却至室温,用水将消解液稀释至50mL,采用电感耦合等离子体质谱法测定,并通过在线引入锆、铟、铪内标混合液、碰撞反应池技术以及动能歧视(KED)技术消除质谱干扰和非质谱干扰。结果显示:各元素的质量浓度在一定范围内和对应的信号响应值与内标信号响应值的比值呈线性关系,检出限(3s)为0.000300~0.421mg·kg⁻¹;按照标准加入法进行回收试验,回收率为82.1%~110%,测定值的相对标准偏差(n=6)均小于6.0%。

关键词: 三聚磷酸铝; 超级微波消解; 电感耦合等离子体质谱法; 内标法

中图分类号: O657.63

文献标志码: A

文章编号: 1001-4020(2025)02-0195-07

三聚磷酸铝(ATP)具有耐酸碱、耐磨和阻燃等特性,是一种用途广泛的无机精细化工材料。和传统颜料相比,ATP系列白色防锈颜料具有无公害、防锈力强、附着力高和适应性广等特点,是传统铅铬系颜料的理想替代品^[1]。随着涂料行业要求的提高、国家环保法规的完善以及人们环保意识的增强,对颜料中有害物质含量的要求也在不断提高,一些涂料行业发达的国家规定ATP防锈颜料中铅(Pb)、镉(Cd)、铬(Cr)等有毒有害元素的质量分数小于10mg·kg⁻¹。因此,开发ATP中微量金属元素的检测方法,对ATP产品的品质把控和环保需求具有重要意义。

目前暂无ATP中微量金属元素检测的国家及行业标准,相关文献也较少。文献[2]曾采用吡咯烷酮二硫代氨基甲酸铵-甲基异丁酮混合溶液和三氯甲烷萃取,火焰原子吸收光谱法测定ATP中Pb的含量,但由于该方法存在前处理复杂、基体干扰严重、分析速率慢等缺点,后又调整了试验方法,采用硝酸-过氧化氢-氢氟酸体系微波消解样品,电感耦

合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定Pb含量,所得测定结果准确,且分析速率也得到大大提升。化工产品常见的前处理方法有电热板法、微波消解法和超级微波消解法,微波消解法较电热板法具有更高的温度和压力,可在高温高压状态下消解样品,对难溶解样品的消解效果较好;而超级微波消解法较常规微波消解法具有试剂用量少以及工作温度和消解效率高等优势,可有效拓宽样品前处理范围,已广泛应用于土壤、矿石、食品、水质和冶金等领域^[3-6]。化工产品中痕量杂质元素的常用测定方法有ICP-AES和电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS),均能够实现多元素的同时快速测定,但ICP-MS较ICP-AES具有更优异的低检出能力和抗干扰能力,是目前公认的检出限最低的多元素分析技术。

基于前人的研究^[2],本方法采用硝酸-磷酸体系通过超级微波消解仪对ATP进行全消解,随后利用ICP-MS在动能歧视(KED)模式下对消解液中锰(Mn)、铁(Fe)、钴(Co)、镍(Ni)、铜(Cu)、锌(Zn)、锑(Sb)、钡(Ba)、铊(Tl)、铋(Bi)、Cr、砷(As)、Cd、汞(Hg)和Pb共15种元素的含量进行快速测定,并进行了在线内标校正。该方法有望应用于ATP中多种微量杂质元素和有毒有害元素的快速检测,可为ATP系列颜料中多种杂质元素及有毒有害元素

收稿日期: 2023-03-16

基金项目: 国家重点研发计划(2021YFF0700804)

作者简介: 曹俊飞,工程师,硕士,研究方向为电感耦合等离子体质谱法元素分析方法开发, junfeic@126.com

的检测提供技术支持。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

SUPEC 7000型电感耦合等离子体质谱仪; EXPEC 790S型超级微波消解仪; DHG-9140型烘箱; ME203E型电子天平; Milli-Q型超纯水仪。

多元素混合标准溶液: 编号GSB04-1767-2004, Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、Sb、Ba、Tl、Bi、Cr、As、Cd和Pb的质量浓度均为 $100 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

多元素混合标准储备溶液: 取适量的多元素混合标准溶液, 用1%(体积分数,下同)硝酸溶液稀释, 配制成 $10 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的多元素混合标准储备溶液。

多元素混合标准中间液: 取适量的多元素混合标准储备溶液, 用1%硝酸溶液稀释, 配制成 $1.0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的多元素混合标准中间液。

单元素标准溶液: 锗(Ge)、铟(In)、铼(Re)、Hg的质量浓度均为 $1000 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

Hg元素标准储备溶液: 取适量的Hg元素标准溶液, 用1%硝酸溶液稀释, 配制成 $0.1 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的Hg元素标准储备溶液。

混合内标储备溶液: 取适量的Ge、In、Re单元素标准溶液, 用1%硝酸溶液稀释, 配制成 $10 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 的混合内标储备溶液。使用时, 用1%硝酸溶液稀释至所需的质量浓度。

多元素混合标准溶液系列: 取适量的多元素混

合标准中间液和Hg元素标准储备溶液, 用1%硝酸溶液逐级稀释, 配制成Hg元素的质量浓度为0, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, As、Cd、Sb、Tl、Pb、Bi元素的质量浓度为0, 0.2, 1.0, 5.0, 10, 20 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, 其余元素的质量浓度为0, 1.0, 5.0, 20, 100, 500 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的多元素混合标准溶液系列。

硝酸、磷酸均为电子级; 试验用水为超纯水, 电阻率为 $18.25 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

1.2 仪器工作条件

1.2.1 超级微波消解条件

预加压压力4.0 MPa, 微波消解程序见表1。

表1 微波消解程序

步骤	升温时间/min	目标温度/°C	保持时间/min
1	8.0	150	3.0
2	8.0	220	3.0
3	8.0	240	30

1.2.2 ICP-MS条件

射频功率1500 W; 雾化气流量 $1.12 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$, 辅助气流量 $1.00 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$, 冷却气流量 $14.0 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$; 碰撞气为氦气, 流量 $1.34 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$; 扫描方式跳峰扫描; 扫描次数3次; 驻留时间20 ms; 采样深度3.16 mm; 氧化物离子产率小于1.1%, 双电荷离子产率小于0.6%; 混合内标使用液, $50 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, 在线加入。目标元素和内标元素的同位素见表2。

表2 目标元素和内标元素的同位素

Tab. 2 Isotopes of target elements and internal standard elements

目标元素	内标元素	目标元素	内标元素	目标元素	内标元素
^{52}Cr	^{72}Ge	^{65}Cu	^{72}Ge	^{137}Ba	^{115}In
^{55}Mn	^{72}Ge	^{66}Zn	^{72}Ge	^{202}Hg	^{185}Re
^{54}Fe	^{72}Ge	^{75}As	^{72}Ge	^{205}Tl	^{185}Re
^{59}Co	^{72}Ge	^{112}Cd	^{115}In	^{206}Pb	^{185}Re
^{60}Ni	^{72}Ge	^{121}Sb	^{115}In	^{209}Bi	^{185}Re

1.3 试验方法

在进行前处理前, 先将样品置于 105°C 烘箱内预干燥3 h, 充分去除样品中的水分; 所有容量瓶、消解管等容器均采用10%(体积分数)硝酸溶液浸泡24 h以上。

准确称取0.1 g(精确至0.0001 g)样品置于超级微波消解仪配套的35 mL TFM(改性聚四氟乙烯)材质消解管中, 加入3 mL硝酸和3 mL磷酸, 充分混匀后置于超级微波消解仪中, 按照1.2.1节条件进行消解。消解完毕后, 冷却至室温, 用水润洗消解管

至少3次, 洗涤液和消解液一并转移至50 mL容量瓶, 用水定容, 混匀后按照1.2.2节条件测定。当样品溶液中待测元素含量超过线性范围时, 先用1%硝酸溶液稀释至线性范围再测定。

2 结果与讨论

2.1 消解酸体系的选择

常用的消解试剂有硝酸、盐酸、高氯酸、氢氟酸、过氧化氢、硫酸、磷酸和氟硼酸等, 因此试验比较了

以下6种消解酸体系[1.5 mL硝酸+4.5 mL盐酸(消解酸体系1)、4 mL硝酸+2 mL高氯酸(消解酸体系2)、4 mL硝酸+1 mL氢氟酸+1 mL过氧化氢(消解酸体系3)、4 mL硝酸+2 mL氟硼酸(消解酸体系4)、3 mL硝酸+3 mL硫酸(消解酸体系5)、3 mL硝酸+3 mL磷酸(消解酸体系6)]对实际样品的消解效果。结果显示:以消解酸体系1,2消解时,消解管底部残留有少量白色粉末态沉淀;以消解酸体系3,4消解时,消解管底部残留有少量白色胶状沉淀;以消解酸体系5,6消解时,消解液澄清透明。ATP等铝基材料的共价键强度高,无机酸在常规条件下较难破坏其共价键,使待测元素溶于酸性溶液。文献[7]

指出,硫酸和磷酸的混合酸可在超级微波消解条件下有效破坏氯化铝、氧化铝等共价键强度较高的物质,主要利用磷酸对金属阳离子的强络合作用,消解酸体系5,6正是利用这种作用来消解样品,取得了较好的消解效果。以上述6种消解酸体系消解后,15种目标元素的测定值见表3,其中“*”代表该元素测定值的单位为%(质量分数)。

由表3可知,添加了磷酸或硫酸消解时,ATP中大部分元素的测定值较高,但是以添加了硫酸的混合酸消解时,Ba、Pb和Hg离子会与硫酸根离子形成难溶物,导致这些元素测定值较低。因此,试验选择采用消解酸体系6来消解ATP样品。

表3 不同消解酸体系下样品中目标元素的测定结果

Tab. 3 Determination results of target elements in the sample with different digestion acid systems

元素	测定值 $w/(mg \cdot kg^{-1})$					
	体系1	体系2	体系3	体系4	体系5	体系6
Cr	158	136	121	171	272	275
Mn*	0.072	0.073	0.073	0.069	0.124	0.120
Fe*	0.944	0.729	0.740	0.919	1.57	1.52
Co	5.99	6.06	5.93	5.64	9.72	9.92
Ni	26.0	26.4	26.2	26.0	40.9	41.1
Cu	5.60	4.62	5.29	4.31	8.28	7.98
Zn	224	209	224	164	314	327
As	3.30	3.23	3.36	3.56	7.08	7.01
Cd	0.381	0.317	0.391	0.336	0.350	0.373
Sb	0.236	0.109	0.364	0.525	0.539	0.543
Ba	11.7	11.7	7.20	10.0	10.5	11.4
Hg	0.261	0.170	0.338	0.320	0.264	0.343
Tl	0.065	0.067	0.068	0.035	0.038	0.068
Pb	0.913	0.952	0.941	0.884	0.546	0.969
Bi	0.266	0.264	0.281	0.321	0.326	0.324

2.2 超级微波消解条件的选择

理论上讲,消解温度越高,能量越高,越有利于目标物分子中共价键的分解;消解时间越长,消解程度越充分,即越有利于样品的溶解。为确定最优的消解温度和消解时间,分别设定消解温度为220, 240, 260 °C和消解时间为15, 30, 45 min,对实际样品进行消解,所得结果见表4。

结果显示:在以不低于240 °C温度消解30 min时,消解液澄清透明,因此试验选择的消解温度为240 °C,消解时间为30 min。

2.3 目标元素和内标元素同位素的选择

选择目标元素同位素时,应尽可能满足同位素

表4 不同超级微波消解条件的消解效果

Tab. 4 Digestion effects at different super microwave digestion conditions

消解温度/°C	消解时间/min	消解状态
220	45	消解液浑浊
240	15	消解液浑浊
240	30	消解液澄清透明
240	45	消解液澄清透明
260	45	消解液澄清透明

丰度较高、质谱干扰小、灵敏度高要求,试验选择的结果见表2。为有效克服基体干扰等造成的信号

漂移,试验选择在线引入内标元素,以实现测定结果的实时校正。以内标法定量时,应遵循以下原则:内标元素与目标元素的质量数、电离能接近;样品中不含有内标元素;不会对目标元素测定产生干扰;内标元素的浓度水平应与目标元素的相当;内标元素在仪器长、短期运行中均能有效校正信号漂移现象^[8-9]。试验选择的内标元素种类和同位素见表2。

2.4 混合内标使用液质量浓度的选择

试验考察了混合内标使用液的质量浓度分别为5, 50, 500 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 时信号漂移的情况(重复测试21次,顺序编号分别为1[#]~21[#]),以各内标元素的回收率(以测试第一个混合内标使用液时内标的响应强度为基准,后续测试内标的响应强度与第一次测试时的比值即为该内标的回收率)表示,结果见图1。

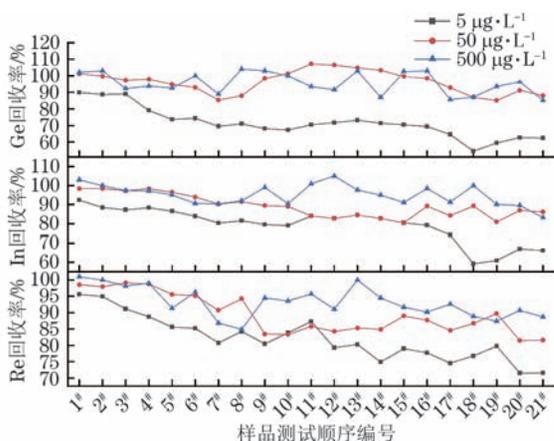


图1 不同质量浓度混合内标使用液中内标元素的回收率

Fig. 1 Recoveries of internal standard elements in mixed internal standard usage solutions with different mass concentrations

结果显示:当混合内标使用液的质量浓度为5 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 时,Ge的回收率为54.4%~89.9%,In的回收率为59.3%~92.3%,Re的回收率为71.5%~95.6%;当混合内标使用液的质量浓度为50 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 时,Ge的回收率为85.1%~107%,In的回收率为80.4%~98.3%,Re的回收率为81.5%~99.2%;当混合内标使用液的质量浓度为500 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 时,Ge的回收率为85.2%~103%,In的回收率为83.2%~105%,Re的回收率为84.9%~101%。当内标元素的质量浓度较低时,其信号波动较大;随着内标元素的质量浓度的升高,其信号波动趋于稳定。综合考虑HJ 700—2014《水质 65种元素的测定 电感耦合等离子体质谱法》、HJ 1315—2023《土壤和沉积物 19种金属元素总量的测定 电感耦合等离子体质谱法》等标准的质量保证和质量控制要求(回收

率为70.0%~130%)以及试剂使用成本,试验选择的混合内标使用液的质量浓度为50 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

2.5 测定干扰及消除

ICP-MS的测定干扰主要为质谱干扰和非质谱干扰^[10-11]。质谱干扰主要包括多原子离子干扰、同量异位素干扰、氧化物和双电荷离子干扰等。其中:多原子离子干扰是质谱干扰中最主要的干扰类型,可以利用干扰校正方程和碰撞反应池技术等加以解决;同量异位素干扰可使用干扰校正方程进行校正;氧化物和双电荷离子干扰主要通过调节仪器参数降低影响。非质谱干扰主要包括基体抑制干扰、空间电荷效应干扰、物理效应干扰等,其中空间电荷效应干扰是非质谱干扰中的主要干扰类型,与样品基体性质有关,可通过内标法或标准加入法等加以解决。本工作通过ICP-MS专用调谐液[10 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$,包含锂(Li)、Co、In、铀(U)、Ba、铈(Ce)等元素]调节仪器性能,可使氧化物和双电荷离子产率均小于1.2%,最大程度降低了氧化物和双电荷离子产生的影响;同时采用六极杆碰撞反应池技术,即向六极杆碰撞反应池内充入氦气(He),进入碰撞反应池的离子束会发生碰撞阻尼、碰撞聚焦作用,进而从碰撞反应池出去时其离子扩散动能收窄(2 eV)^[8];结合KED模式,可进一步增强四极杆质量分析器的分辨能力,有效减少氩基等多原子离子,如⁵⁶Fe与⁴⁰Ar¹⁶O,⁵⁴Fe与⁴⁰Ar¹⁴N,⁷⁵As和⁵⁹Co¹⁶O,⁶⁶Zn和⁵²Cr¹⁴N等的干扰问题;选用不同质量数的元素校准同一元素,可以进一步降低多原子离子干扰带来的结果误差;在线内标校正不仅有利于实时监测,校正信号的短期漂移和长期漂移,还能实时校正样品基体效应对分析元素测定的影响。

2.6 标准曲线、检出限和测定下限

按照仪器工作条件测定多元素混合标准溶液系列,以各元素的质量浓度为横坐标,对应的信号响应值和内标的信号响应值之比为纵坐标绘制标准曲线,线性参数见表5。

按照试验方法连续测定11次全程序空白,以3倍和10倍测定值的标准偏差s计算检出限(3s)和测定下限(10s),结果见表5。

结果显示,各元素的检出限为0.000 300~0.421 $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,满足ATP中多种微量元素同时测定的需求。

2.7 精密度和回收试验

按照试验方法测定实际样品,依据HJ 168—

表5 线性参数、检出限和测定下限

Tab. 5 Linearity parameters, detection limits and lower limits of determination

元素	线性范围 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	线性回归方程	相关系数	检出限 $w/(\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1})$	测定下限 $w/(\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1})$
Cr	500以内	$y=0.1203x+0.01800$	0.9999	0.0100	0.0330
Mn	500以内	$y=0.1123x+0.07100$	1.000	0.0110	0.0370
Fe	500以内	$y=0.01120x+0.1023$	1.000	0.421	1.40
Co	500以内	$y=0.1798x+0.04700$	1.000	0.00400	0.0130
Ni	500以内	$y=0.04150x+0.02570$	1.000	0.0550	0.183
Cu	500以内	$y=0.05270x+0.01660$	1.000	0.0300	0.100
Zn	500以内	$y=0.02120x+0.09100$	1.000	0.213	0.710
As	20以内	$y=0.01630x+0.0004000$	1.000	0.0520	0.173
Cd	20以内	$y=0.004900x+0.0001000$	1.000	0.00300	0.0100
Sb	20以内	$y=0.006100x+0.0002000$	1.000	0.0210	0.0700
Ba	500以内	$y=0.003500x+0.001200$	1.000	0.0330	0.110
Hg	2.0以内	$y=0.004800x+0.0001000$	0.9998	0.0150	0.0500
Tl	20以内	$y=0.04300x+0.001600$	1.000	0.000300	0.00100
Pb	20以内	$y=0.01440x+0.001300$	1.000	0.00600	0.0200
Bi	20以内	$y=0.04450x+0.002500$	1.000	0.00300	0.0100

2020《环境监测分析方法标准制订技术导则》中的加标原则,添加各元素测定值0.5~3倍的目标元素,各加标水平平均平行测定6次,计算回收率和测

定值的相对标准偏差(RSD),结果见表6,其中“*”代表该元素本底值、加标量和测定值的单位为质量分数(%)。

表6 精密度和回收试验结果(n=6)

Tab. 6 Results of tests for precision and recovery (n=6)

元素	本底值 $w/(\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1})$	加标量 $w/(\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1})$	测定值 $w/(\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1})$	回收率/%	RSD/%
Cr	275	150	434	106	1.8
Mn*	0.120	0.100	0.225	105	1.3
Fe*	1.52	1.00	2.43	91.0	1.0
Co	9.92	10.0	20.2	103	1.0
Ni	41.1	20.0	61.9	104	1.9
Cu	7.98	10.0	17.9	99.2	1.2
Zn	327	150	485	105	3.8
As	7.01	10.0	17.8	108	1.9
Cd	0.373	0.500	0.855	96.4	1.5
Sb	0.543	0.500	1.04	99.4	2.2
Ba	11.4	10.0	21.4	100	2.5
Hg	0.343	0.500	0.754	82.2	1.8
Tl	0.0678	0.100	0.170	102	5.8
Pb	0.969	0.500	1.46	98.2	3.7
Bi	0.324	0.500	0.875	110	4.0

结果显示,各元素的回收率为82.1%~110%,测定值的RSD均小于6.0%,准确度和精密性较好,说明该方法能够稳定用于ATP中多种元素的检测。

本工作采用硝酸-磷酸消解体系在超级微波消解仪中实现ATP样品全消解,结合ICP-MS的碰撞反应池技术、KED技术和在线内标法的实时校正策

略,有效消除了分析过程中的质谱干扰和非质谱干扰,实现了ATP中15种元素含量的准确测定。本方法检出限较低,测定结果稳定、可靠,有望为ATP中15种元素含量的测定提供技术支持。

参考文献:

- [1] 黄铁蕾,廖木荣,俞于怀,等.有机-无机改性三聚磷酸铝防锈颜料的制备与性能研究[J].化工新型材料,2022,50(11):225-228.
HUANG T L, LIAO M R, YU Y H, et al. Preparation and properties of organic-inorganic modified aluminum tripolyphosphate antirust pigment[J]. New Chemical Materials, 2022, 50(11): 225-228.
- [2] 何承恒,陶敏,胡容平,等.微波消解ICP-AES法测定三聚磷酸铝中重金属铅含量[J].化工技术与开发,2011,40(10):56-57.
HE C H, TAO M, HU R P, et al. Determination of heavy metal lead in aluminum tripolyphosphate by microwave digestion and ICP-AES[J]. Technology & Development of Chemical Industry, 2011, 40(10): 56-57.
- [3] 张维权,卢水森,夏晓峰,等.超级微波消解-全自动重金属分析联用系统测定土壤中18种元素的含量[J].理化检验-化学分册,2022,58(5):523-527.
ZHANG W Q, LU S M, XIA X F, et al. Determination of 18 elements in soil by combined system of super microwave digestion and automatic heavy metal analysis[J]. Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis, 2022, 58(5): 523-527.
- [4] 吕康,李优琴,倪晓璐,等.超级微波消解-电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定土壤中18种元素[J].中国无机分析化学,2023,13(2):123-128.
LÜ K, LI Y Q, NI X L, et al. Determination of eighteen elements in soil by inductively coupled plasma optical emission spectrometry with super microwave digestion[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2023, 13(2): 123-128.
- [5] 薛敏敏,刘芳芳,张帆,等.超级微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定豆奶粉中镍的含量[J].食品与机械,2022,38(3):60-64.
XUE M M, LIU F F, ZHANG F, et al. Determination of nickel in soy milk powder by ultra-wave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Food & Machinery, 2022, 38(3): 60-64.
- [6] 潘小红,赵薇,涂晓琴,等.超级微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定化妆品中40种元素[J].广州化工,2022,50(14):109-112.
PAN X H, ZHAO W, TU X Q, et al. Determination of 40 elements in cosmetics based on super microwave digestion inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Guangzhou Chemical Industry, 2022, 50(14): 109-112.
- [7] 吴浅耶,孙建民,张维权,等.超级微波消解-碰撞池-电感耦合等离子体质谱法测定氮化铝粉中钠钨铁锌钛锰[J].冶金分析,2022,42(7):19-25.
WU Q Y, SUN J M, ZHANG W Q, et al. Determination of sodium, tungsten, iron, zinc, titanium and manganese in aluminum nitride powder by super microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry with collision cell[J]. Metallurgical Analysis, 2022, 42(7): 19-25.
- [8] 郑国经,计子华,余兴.原子发射光谱分析技术及应用[M].北京:化学工业出版社,2010:25-35.
ZHENG G J, JI Z H, YU X. Atomic emission spectrometry analysis technology and its application[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2010: 25-35.
- [9] 张启明,陈桂良,宁保明,等.实用化学药品检验检测技术指南[M].北京:人民卫生出版社,2017:315-317.
ZHANG Q M, CHEN G L, NING B M, et al. Technical guide for practical chemical inspection and testing[M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 2017: 315-317.
- [10] 游小燕,郑建明,余正东.电感耦合等离子体质谱原理与应用[M].北京:化学工业出版社,2014:88-100.
YOU X Y, ZHENG J M, YU Z D. Inductively coupled plasma mass spectrometry principle and application[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2014: 88-100.
- [11] 刘昌奎,杨春晟.航空材料理化检测技术:第二届航空理化检测技术学术交流会论文选集[M].北京:化学工业出版社,2017:82-93.
LIU C K, YANG C S. Physical and chemical detection technology of aviation materials: Selected papers of the second symposium on aviation physical and chemical detection technology[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2017: 82-93.

Determination of 15 Trace Elements in Aluminum Tripolyphosphate by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry with Super Microwave Digestion

CAO Junfei, LÜ Fangxia, LI Ying, LI Jian

(Hangzhou Puyu Technology Co., Ltd., Hangzhou 311300, China)

Abstract: With the improvement of industry requirements and environmental regulations, the requirements for the content of toxic and harmful heavy metal elements in chemical products of aluminum tripolyphosphate (ATP) are becoming increasingly strict. However, there have been no reports on relevant testing standards. Therefore, the method mentioned by the title was proposed to determine the content of 15 elements including chromium, manganese, iron, cobalt, nickel, copper, zinc, arsenic, cadmium, antimony, barium, mercury, thallium, lead, and bismuth in ATP. After pre-drying the sample at 105 °C for 3 h, an aliquot (0.100 0 g) was taken, and 3 mL of nitric acid and 3 mL of phosphoric acid were added. The mixture was placed in a super microwave digestion apparatus and digested at 240 °C for 30 min by heating program. After cooling to room temperature, the digestion solution was diluted to 50 mL by water, and determined by inductively coupled plasma mass spectrometry. Introduction of a mixture of germanium, indium, and rhenium internal standards online, collision reaction cell technology and KED technology was used to eliminate mass spectrometry interference and non-mass spectrometry interference. It was shown that linear relationships between values of the mass concentration and corresponding signal response ratio of each element to internal standard were kept in definite ranges, with detection limits (3s) in the range of 0.000 300–0.421 mg · kg⁻¹. Test for recovery was made according to the standard addition method, giving recoveries in the range of 82.1%–110%, and RSDs (n=6) of the determined values were less than 6.0%.

Keywords: aluminum tripolyphosphate; super microwave digestion; inductively coupled plasma mass spectrometry; internal standard method

《理化检验-化学分册》官方网站和微信公众号

竭诚为广大读者、作者服务

为适应数字化、网络化对科技期刊的冲击和挑战,上海材料研究有限公司期刊展览事业部投入大量资金和人力,对《理化检验-化学分册》等期刊的投稿网站“材料与测试”网进行了全新改版。新版网站除了原有的期刊投稿、审稿和发行宣传功能以外,增设了“科研探索”和“新闻资讯”版块,每天更新报道材料与测试等相关领域的最新研究动态和热点新闻,以及大量的原创技术文章和优秀译文,同时还推出免费阅读在线单篇文章以及全本期刊的电子书业务,供广大理化检验工作者参考和学习;近期又新增设了“企业”版块,供理化检验知名厂商发布最新的仪器和相关技术信息;另外还设有“在线订阅”版块,可供读者在线购买《理化检验-化学分册》等上海

材料研究有限公司主办的多本期刊以及技术书籍。

请大家认准《理化检验-化学分册》杂志官方网站(<https://lhjyhxfc.mat-test.com>),原集群网——材料与测试网(www.mat-test.com)仍在使用中。

欢迎广大读者、作者关注《理化检验-化学分册》杂志微信公众号。



《理化检验-化学分册》编辑部