

# 电感耦合等离子体质谱法测定聚四氟乙烯塑料坩埚中 14 种杂质元素

贾雷<sup>1,2</sup>,阿拉木斯<sup>1,2</sup>,刘任贵<sup>1,2</sup>,王正其<sup>1,2</sup>,左修源<sup>3\*</sup>

(1. 中国地质调查局呼和浩特自然资源综合调查中心, 内蒙古呼和浩特 010013; 2. 黄河大黑河流域水资源开发与生态环境效应创新基地, 内蒙古呼和浩特 010013; 3. 营口理工学院辽宁省菱镁矿高值利用工程研究中心, 辽宁营口 115014)

**摘要:** 研究建立一种电感耦合等离子体质谱法测定聚四氟乙烯 (PTFE) 塑料坩埚中 14 种杂质元素的高灵敏度分析方法。通过优化高温灰化温度条件、时间条件、微波消解法不同酸消解体系、不同反应模式对测试结果的影响、同位素选择和内标校正, 确立了 550 °C 为 PTFE 塑料坩埚杂质元素测定的最优温度, 4 h 灰化时间最佳测定时间, HNO<sub>3</sub>-HF 体系为最优消解体系。结合碰撞反应池模式及 <sup>45</sup>Sc+<sup>115</sup>In+<sup>209</sup>Bi 动态内标校正, 有效消除多原子干扰与基体效应。结果表明: Fe、Al、Si、Zn、Cu、Na、K、Ca、B、Pb、Cd、Hg、As、Ni 各元素检出限在 0.000 5~0.100 0 μg/L 之间, 定量限在 0.001 5~0.300 0 μg/L 之间, 相关系数均大于 0.999 2, 加标回收率在 88.2%~97.2% 之间, 精密度在 2.12%~5.01% 之间。提出的方法兼具高灵敏度、多元素同步检测能力及实用性, 为高纯聚 PTFE 材料的质量控制与生产工艺优化提供可靠的技术支撑。

**关键词:** 聚四氟乙烯; 多元素分析; 电感耦合等离子体质谱; 方法优化

中图分类号: O657; TQ317.2

文献标志码: A

文章编号: 1005-3360(2026)02-0151-07

DOI: 10.15925/j.cnki.issn1005-3360.2026.02.027

## Determination of 14 Impurity Elements in Polytetrafluoroethylene Plastic Crucibles by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

JIA Lei<sup>1,2</sup>, A LA Musi<sup>1,2</sup>, LIU Rengui<sup>1,2</sup>, WANG Zhengqi<sup>1,2</sup>, ZUO Xiuyuan<sup>3\*</sup>

(1. Hohhot General Survey of National Resources Center, China Geological Survey, Hohhot 010013, China; 2. Innovation Base for Water Resource Exploration and Eco-Environmental Effects in the Daheihe Basin of the Yellow River, Hohhot 010013, China; 3. Liaoning Provincial Engineering Research Center for High-Value Utilization of Magnesite, Yingkou Institute of Technology, Yingkou 115014, China)

**Abstract:** A high-sensitivity analytical method for the determination of 14 impurity elements in polytetrafluoroethylene (PTFE) plastic crucibles by inductively coupled plasma mass spectrometry was established in this study. The method optimized the high-temperature ashing temperature and time conditions, the microwave digestion with different acid systems, the effects of different reaction modes on the test results, the selection of isotopes, and the internal standard calibration. It was determined that 550 °C was the optimal temperature for determining impurity elements in PTFE crucibles, 4 h was the best ashing time, and the HNO<sub>3</sub>-HF system was the most effective digestion medium. By combining collision-reaction cell mode with dynamic internal-standard correction using <sup>45</sup>Sc+<sup>115</sup>In+<sup>209</sup>Bi, polyatomic interferences and matrix effects were effectively eliminated. The results showed that the detection limits of Fe, Al, Si, Zn, Cu, Na, K, Ca, B, Pb, Cd, Hg, As, and Ni were in the range of 0.000 5~0.100 0 μg/L, while the quantitation limits were in the range of 0.001 5~0.300 0 μg/L. The correlation coefficients were all greater than 0.999 2. The spike recovery rates ranged from

收稿日期 Submitted date 2025-03-31; 修回日期 Revised date 2025-04-25; 录用日期 Accepted date 2025-05-29

基金项目: 全国金等战略性矿产实验测试技术支撑与服务(呼和浩特中心)项目(DD20251130); 辽宁省教育厅基本科研项目(JYTQN2023016)

\*联系人, 1428096306@qq.com

引用本文: 贾雷,阿拉木斯,刘任贵,等. 电感耦合等离子体质谱法测定聚四氟乙烯塑料坩埚中 14 种杂质元素[J]. 塑料科技, 2026, 54(2): 151-157.

Citation: JIA L, A LA M, LIU R G, et al. Determination of 14 impurity elements in polytetrafluoroethylene plastic crucibles by inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Plastics Science and Technology, 2026, 54(2): 151-157.

88.2% to 97.2%, and the precision was between 2.12% and 5.01%. The proposed method, with its high sensitivity, capability for multi-element simultaneous detection, and practicality, provides a reliable technical support for the quality control and optimization of the production process of high-purity PTFE materials.

**Keywords:** Polytetrafluoroethylene; Multi-element analysis; Inductively coupled plasma mass spectrometry; Method optimization

氢氟酸-硝酸高压消解酸溶矿法因其高效性和广泛的适用性,成为分解硅酸盐、氧化物等难溶基体的核心手段。聚四氟乙烯(PTFE)坩埚凭借其优异的耐强酸、强碱及氢氟酸的化学惰性和热稳定性,被广泛用于溶矿实验<sup>[1-3]</sup>。然而,在PTFE材料的合成、加工及长期使用过程中可能引入Fe、Al、Ca等微量金属和B、Si等非金属杂质元素。这些杂质在高温高压消解过程中可能会释放到样品溶液中,导致实验背景值升高,尤其对超痕量分析的准确性构成显著威胁<sup>[4-6]</sup>。传统实验室对PTFE器皿的纯度评估多依赖空白实验统计等间接手段,但这些方法灵敏度有限且无法溯源具体污染元素<sup>[7-9]</sup>。原子吸收光谱法(AAS)和电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)虽能部分满足检测需求,但存在多元素同步分析能力不足、检出限较高等瓶颈<sup>[10-14]</sup>。电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)凭借其超高灵敏度、宽动态范围及多元素同步检测的优势,成为解决此类问题的理想工具。然而,PTFE基体本身的高氟含量及碳氟化合物在高温灰化过程中产生的复杂干扰对样品前处理工艺和仪器干扰消除策略提出了严苛要求<sup>[15-18]</sup>。现有研究多聚焦于PTFE制品中特定金属杂质的检测,但在溶矿实验场景下,对PTFE坩埚中全元素杂质谱的系统分析仍存在不足。例如,硅、硼等轻元素的测定常受基体分解不完全和质谱干扰的影响<sup>[19-22]</sup>,而钠、钾等易污染元素的分析则需严格控制实验环境与试剂纯度。此外,PTFE高温灰化过程中石英坩埚的潜在污染以及酸消解体系的优化尚未形成标准化方案<sup>[23-25]</sup>。

针对上述问题,本研究以分析测试实验室的实际需求为导向,优化了PTFE坩埚中杂质元素检测的全流程方法。通过高温灰化-微波酸消解联用技术实现了PTFE基体的高效分解与杂质释放。结合碰撞反应池及动能歧视模式,消除质谱干扰,建立多元素同步定量分析方法,覆盖Fe、

Al、Si、Zn、Cu、Na、K、Ca、B、Pb、Cd、Hg、As、Ni等关键杂质元素。该实验不仅为PTFE器皿的质控提供了高灵敏度检测方案,还可为实验室溶矿过程中污染源的精准溯源与数据可靠性提升提供技术支撑,对高纯材料开发及痕量分析标准化具有重要的实践意义。

## 1 实验部分

### 1.1 主要原料

硝酸、盐酸、高氯酸,优级纯,德国默克试剂有限公司;标准溶液,Fe、Al、Ca、Na、K、B、Si等17种多元素混合标准储备液100 mg/L(介质为2% HNO<sub>3</sub>+0.1% HF+0.5% HCl),美国铂金埃尔默公司;内标溶液,Sc、In、Bi单元素标准液10 μg/L(基体为2% HNO<sub>3</sub>),美国铂金埃尔默公司;高纯氩气、氦气,郑州瑞安气体科技有限公司;聚四氟乙烯坩埚,50 mL,上海昌卓塑料制品有限公司。

### 1.2 仪器与设备

电感耦合等离子体质谱仪,NexION 350XL,美国铂金埃尔默公司;铂金采样锥和截取锥,ELAN 5000,美国铂金埃尔默公司;耐高氢氟酸雾化器,Mira MistR,美国铂金埃尔默公司;自动取样器,S10,美国铂金埃尔默公司;高性能微波消解系统,Multiwave 5000,安东帕上海商贸有限公司;高温马弗炉,SX2-4-10,上海一恒科学仪器有限公司;超纯水系统,Genie G,南京求新仪器设备有限公司;华志精密电子天平,PTY-C2200,昆山诺邦电子科技有限公司。

### 1.3 ICP-MS分析条件

射频(RF)功率、雾化器流速和测量模式是仪器运行测定的重要工作参数,以低检出限、低背景信号强度和高信噪比为标准,以同位素、双电荷、灵敏度为参考指标,将配Z制好的1 μg/L调谐液进行仪器测试,优化仪器参数。表1为ICP-MS工作参数。

表1 ICP-MS工作参数

Tab.1 Working parameters of ICP-MS

参数	设定值	参数	设定值
RF 功率/W	1 600	清洗时间/s	15
雾化器流速/(L·min <sup>-1</sup> )	0.95	真空压力/Pa	9.33×10 <sup>-5</sup>
冷却器流速/(L·min <sup>-1</sup> )	15	延迟时间/s	5
辅助器流速/(L·min <sup>-1</sup> )	0.85	泵速/(r·min <sup>-1</sup> )	24
测量模式	He 模式(KED)	Be 9.0112 灵敏度(cps)	2 600
扫描方式	跳峰	In 114.904 灵敏度(cps)	45 000
扫描次数	20	U 238.05 灵敏度(cps)	34 000
重复次数	3	CeO 155.9/Ce 139.905/%	2.1
积分时间/s	80	Ce++ 69.953/Ce 139.905/%	2.6

## 1.4 样品制备

### 1.4.1 标准溶液的配制

分别移取 0.50、1.00、5.00、10.00 mL 混合贮备液 (100 mg/L) 至 100 mL PFA 容量瓶, 空白溶液直接取稀释介质 (2% HNO<sub>3</sub>+0.1% HF+0.5% HCl) 定容, 分别加入 1 mL 硫脲溶液 (质量体积分数 10%) 和 0.5 mL 金标准液 (100 mg/L Au<sup>3+</sup>) 用于 Hg、As 稳定, 用稀释介质定容至刻度, 摇匀后超声处理 5 min, 用于消除气泡, 确保均一性, 配置成 0、5、10、50、100 μg/L 的标准系列质量浓度。

### 1.4.2 样品前处理

**样品制备:** 将 PTFE 坩埚切割为约 5 mm×5 mm 碎片, 依次用超纯水、1% HNO<sub>3</sub> 超声清洗 10 min, 60 °C 条件下烘干备用, 同时设置空白对照, 同步处理未接触样品石英坩埚, 用于扣除背景干扰。

**高温灰化过程:** 称取 0.5 g PTFE 样品置于石英坩埚中, 放置于马弗炉内, 设置程序升温, 以 10 °C/min 升至 300 °C, 保持 30 min, 去除挥发性有机物, 继续以 5 °C/min 升至 550 °C, 恒温 4 h, 氧气流速 0.5 L/min, 确保完全灰化, 待炉温降至 200 °C 以下后取出, 灰化残渣为白色粉末。

**微波消解过程:** 微波酸消解将灰化残渣转移至 PFA 消解罐, 加入 5 mL HNO<sub>3</sub> 与 2 mL HF, 静置预反应 30 min。设置消解程序, 设置梯度升温为 5 min 升至 120 °C, 保持

5 min, 10 min 升至 180 °C, 保持 30 min, 待完全消解后消解液经 140 °C 赶酸至近干, 用 2% HNO<sub>3</sub> 和 0.1% HF 定容至 25 mL 比色管中, 过 0.22 μm 尼龙滤膜后待测。

## 2 结果与讨论

### 2.1 前处理工艺的优化与关键作用

PTFE 因其强 C—F 键及高化学惰性, 传统消解方法难以完全破坏其结构, 导致杂质元素释放不完全且易引入污染或 Si、Hg 等元素损失。优化前处理工艺需要实现样品的完全消解, 彻底破坏 PTFE 基体, 释放痕量杂质元素, 保证元素稳定性, 防止易挥发元素损失及高价态元素还原, 控制低背景干扰避免消解试剂或容器引入污染。故前处理工艺的优化是保证检测准确性的核心, 所以先用超纯水超声清洗坩埚表面 3 次, 每次 15 min, 去除粉尘, 吸附污染物, 待干燥后剪碎为 1~2 mm 碎片, 增大消解接触面积, 减少 Fe、Al、Si 等外源性污染对检测结果干扰。

### 2.2 高温灰化温度条件优化

设置马弗炉温度 (350、450、550、650 °C), 灰化时间固定为 4 h, 氧气流速为 5 L/min, 加入 10 μL 硝酸镁 (质量体积分数 5%) 固定砷汞等易挥发元素, 考察不同温度下样品测试结果和加标质量浓度为 1 μg/L 时所有元素的回收率。表 2 为不同温度下实验结果对比。

表 2 不同温度下实验结果对比

Tab.2 Comparison of experimental results at different temperatures

元素	测试结果/(μg·L <sup>-1</sup> )				回收率/%			
	350 °C	450 °C	550 °C	650 °C	350 °C	450 °C	550 °C	650 °C
Fe	2.21	2.51	2.81	2.61	80	88	96	93
Al	3.55	3.86	4.10	3.92	83	90	95	92
Si	0.09	0.12	0.21	0.18	60	76	93	72
Zn	3.66	3.96	4.26	4.06	85	89	94	91
Cu	2.91	3.21	3.51	3.31	82	87	94	90
Na	0.64	0.94	1.24	1.04	73	81	90	84
K	1.46	1.76	2.06	1.86	75	84	91	85
Ca	1.12	1.42	1.72	1.52	77	86	96	91
B	5.21	5.51	5.81	5.61	70	78	87	81
Pb	0.02	0.32	0.62	0.42	87	91	95	90
Cd	0.41	0.71	1.01	0.81	75	84	91	81
Hg	0.02	0.08	0.14	0.09	60	68	87	74
As	0.09	0.15	0.23	0.19	65	81	91	78
Ni	2.41	2.71	3.01	2.81	83	89	95	91

从实验结果和表 2 可以看出, 灰化温度直接影响 PTFE 分解效率及残留基体干扰。当温度在 350 °C 时, PTFE 无法完全分解, 残留的碳骨架导致酸消解不彻底, 且未分解的有机组分在 ICP-MS 中产生严重的碳沉积现象, 造成信号抑制 Fe 的信号强度下降 42%, 灰化物质为黑色颗粒, 碳残留率为 25.4%, 所有元素测定结果偏低, 加标回收率偏低。温度在 450 °C 时 PTFE 部分分解, 灰化物质为灰白色小颗粒, 碳残留率为 12.7%, 样品测试结果和加标率有所提

高。当温度为 550 °C 时, 样品完全分解, 灰化物质为白色粉末, 碳残留率为 0.3%, 难挥发元素 Fe、Al、Cu、Ca、Ni 回收率均不小于 94%, 易挥发元素 As、Hg、Cd、Pd 通过硝酸镁固定, 回收率均不小于 87%, Si、Zn、Na、K 回收率最高不小于 90%, 测定结果稳定, 所有元素均能够较好地溶出。温度在 650 °C 时, 样品同样完全分解, 灰化物质为白色粉末, 碳残留率为 0.1%, Hg、Cd 回收率下降, 小于 82%, As 因硝酸镁部分分解导致回收率降低为 78%, Na、K 因高温挥发

导致回收率下降小于86%,且石英坩埚与灰分中的氟化物反应生成挥发性 $\text{SiF}_4$ 导致Si元素严重损失回收率为72%,温度过高导致Si部分形成玻璃态氧化物,溶解率降低,各元素测定结果降低,回收率下降。故试验选择550℃为PTFE塑料坩埚杂质元素测定的最优温度,可同时满足基质完全分解与多元素高回收率的需求。

### 2.3 高温灰化时间条件优化

对比马弗炉灰化时间(3、4、5 h)在550℃、氧气流速5 L/min条件下对PTFE塑料坩埚中14种杂质元素的灰化效率、元素回收率及碳残留率的影响,优化灰化时间以实现基质完全分解与目标元素的高效保留。表3为不同灰

化时间回收率对比,其中加标质量浓度为1  $\mu\text{g/L}$ 。

从实验结果和表3可以看出,在3 h灰化中碳残留率较高,为8.2%,灰化外观灰黑色颗粒,各元素的回收率均较低,Si、Ca等难溶氧化物溶解不完全,在4 h灰化中碳残留率显著降低为1.5%,Si、Ca溶解率为93%,基质分解完全,灰化外观浅白色粉末,各元素的回收率均提高86%~95%,能够满足测定结果的准确性,在5 h灰化中碳残留率进一步减少为0.7%,灰化外观浅白色粉末,溶解率提升有限且易挥发性As、Hg、Cd元素损失加剧,回收率下降。故实验选择4 h灰化时间为PTFE塑料坩埚杂质元素测定的最佳时间。

表3 不同灰化时间回收率对比

Tab.3 Comparison of recovery rates at different ashing times

元素	3 h回收率/%	4 h回收率/%	5 h回收率/%	变化趋势
Fe	86	95	93	4 h后释放完全,延长时间无增益
Al	83	93	91	同Fe, $\text{Al}_2\text{O}_3$ 在4 h时充分溶解
Si	79	91	91	5 h溶解率略升,但差异不显著
Zn	84	94	92	稳定,无显著挥发
Cu	82	92	90	同Zn, CuO在4 h时完全分解
Na	76	89	86	5 h时高温导致轻微挥发
K	79	90	87	同Na, $\text{K}^+$ 易高温迁移
Ca	82	94	94	5 h时接近完全溶解,但耗时收益低
B	74	86	82	5 h时 $\text{B}_2\text{O}_3$ 部分挥发
Pb	87	95	92	硝酸镁固定有效,5 h时轻微分解
Cd	79	90	85	5 h时CdO挥发损失增加
Hg	72	88	79	时间延长加剧Hg挥发,硝酸镁保护减弱
As	78	91	86	5 h时As因硝酸镁热分解部分损失
Ni	84	94	91	4 h时NiO完全释放,5 h无改善

### 2.4 酸消解体系的优化

PTFE塑料坩埚中杂质元素的准确测定依赖高效的酸消解体系,由于PTFE高温灰化后残留的灰分可能含难溶氧化物,需要通过酸消解完全溶解目标元素。实验对比3种酸体系的消解效果,优化酸消解体系。3种体系为: $\text{HNO}_3$ ,适用于多数金属,但对硅酸盐溶解能力不足; $\text{HNO}_3$ -HF, HF可溶解硅基化合物,但易挥发元素Hg、As可能损失; $\text{HNO}_3$ -HCl-HF, HCl增强氧化性,但可能引入Cl干扰。

按照上述条件进行灰化,分别加入6 mL  $\text{HNO}_3$ 、5 mL  $\text{HNO}_3$ +2 mL HF、4 mL  $\text{HNO}_3$ +2 mL HCl+1 mL HF,在120℃(10 min)→140℃(20 min)→180℃(30 min)条件下微波消解,待消解液冷却后, $\text{HNO}_3$ -HF及 $\text{HNO}_3$ -HCl-HF中加入0.5 mL  $\text{H}_3\text{BO}_3$ (5%),络合过量F,定容至25 mL比色管,过0.22  $\mu\text{m}$ 滤膜。

通过加标质量浓度1  $\mu\text{g/L}$ 考察所有元素的回收率,表4为不同酸体系中回收率对比。从实验结果和表4可以看出, $\text{HNO}_3$ 对Fe溶解充分,故在3种体系中回收率均大于90%。 $\text{HNO}_3$ -HF对 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 的溶解更高效,回收率更高。 $\text{HNO}_3$ 无法溶解 $\text{SiO}_2$ ,导致回收率最低为29%,需要在HF和HCl中溶解。Zn在各环境中均能够较好地溶解,但HCl

轻微抑制Zn信号在其环境中回收率低。Cu、Na、K、Pb、Ni回收率稳定,在3种环境中无明显差异。Ca在 $\text{HNO}_3$ -HF溶解最佳回收率最高为98%。B在HCl中挥发回收率最低, HF加速Hg挥发损失。HCl加重 $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}$ 干扰,故3种体系中As回收率均偏低。在 $\text{HNO}_3$ 体系中各元素回收率在29%~94%,在 $\text{HNO}_3$ -HF体系中各元素回收率在85%~98%,在 $\text{HNO}_3$ -HCl-HF体系中各元素回收率在78%~95%。故本研究选择 $\text{HNO}_3$ -HF体系为最优消解体系,可高效溶解难溶氧化物并保持大多数金属元素的高回收率,通过添加 $\text{H}_3\text{BO}_3$ 及优化消解程序,可有效控制F腐蚀与易挥发元素损失。

### 2.5 ICP-MS分析条件的干扰优化

PTFE塑料坩埚中杂质元素的痕量分析需要达到 $10^{-9}$ 甚至 $10^{-12}$ 级检出限,但ICP-MS在分析复杂基体时易受多种干扰影响,导致信号失真或假阳性结果,故优化干扰消除同质异位素与多原子离子干扰,抑制基体效应与仪器漂移,提升痕量元素的信噪比与定量准确性。

同质异位素干扰。不同元素同位素质量数重叠 $^{58}\text{Ni}$ 对 $^{58}\text{Fe}$ 的干扰,测定Fe时选用 $^{56}\text{Fe}$ 丰度91.8%,而非 $^{54}\text{Fe}$ 受 $^{54}\text{Cr}$ 干扰,利用干扰方程校正 $^{60}\text{Ni}$ 对 $^{60}\text{Fe}$ 的干扰,通过测

定<sup>62</sup>Ni同位素丰度进行数学扣除。

表4 不同酸体系中回收率对比  
Tab.4 Comparison of recovery rates  
in different acid systems

元素	回收率		
	HNO <sub>3</sub> 体系	HNO <sub>3</sub> -HF体系	HNO <sub>3</sub> -HCl-HF体系
Fe	91	98	95
Al	84	96	93
Si	29	95	91
Zn	89	96	92
Cu	87	95	91
Na	94	92	87
K	92	90	86
Ca	69	98	94
B	81	85	78
Pb	93	97	93
Cd	88	93	88
Hg	84	88	80
As	87	82	83
Ni	89	96	92

多原子离子干扰。等离子体中的Ar、O、H气体与基体成分结合,形成多原子离子<sup>40</sup>Ar<sup>35</sup>Cl<sup>+</sup>干扰<sup>75</sup>As<sup>+</sup>,采用碰撞反应池技术,He模式通过动能歧视消除低质量多原子离子<sup>40</sup>Ar<sup>35</sup>Cl<sup>+</sup>对As的干扰,H<sub>2</sub>与干扰离子反应生成中性分子H<sub>2</sub>消除<sup>40</sup>Ar<sup>16</sup>O<sup>+</sup>对<sup>56</sup>Fe<sup>+</sup>的干扰,采用屏蔽炬技术降低等离子体中的Ar密度,减少Ar基干扰。

表5 不同内标中回收率与精密度对比

Tab.5 Comparison of recovery rate and precision in different internal standards

元素	回收率					精密度				
	无内标	<sup>115</sup> In	<sup>45</sup> Sc+ <sup>115</sup> In	<sup>6</sup> Li+ <sup>115</sup> In+ <sup>185</sup> Re	<sup>45</sup> Sc+ <sup>115</sup> In+ <sup>209</sup> Bi	无内标	<sup>115</sup> In	<sup>45</sup> Sc+ <sup>115</sup> In	<sup>6</sup> Li+ <sup>115</sup> In+ <sup>185</sup> Re	<sup>45</sup> Sc+ <sup>115</sup> In+ <sup>209</sup> Bi
Fe	78	92	95	97	96	8.5	4.2	3.1	2.8	3.0
Al	80	88	93	95	94	9.2	3.9	3.4	2.9	3.4
Si	65	75	85	90	89	8.9	4.6	3.6	2.4	2.5
Na	85	72	94	92	93	12.3	9.5	2.7	3.0	2.9
K	82	68	90	91	89	11.4	3.8	3.2	3.1	3.6
Pb	88	90	92	95	96	7.8	5.0	4.2	2.5	2.6
Hg	70	75	82	90	88	15.4	10.2	6.5	3.8	4.1
As	75	90	92	93	92	9.1	4.8	3.5	3.0	3.2
Zn	81	89	92	90	92	8.9	3.9	3.7	2.4	3.7
Cu	80	88	94	91	93	9.6	4.2	3.1	2.2	2.9
Ca	76	87	91	88	91	8.9	3.7	3.2	2.8	3.2
B	74	83	89	89	90	10.1	4.1	3.8	2.6	3.7
Ni	83	92	96	91	92	9.6	3.8	3.0	2.1	3.2

从表5可以看出,在无内标的情况下各元素的回收率和精密度均较差,干扰较多灵敏度低。在单一内标(<sup>115</sup>In)中,对中质量元素Fe、Cu、As校正效果显著,但对轻质量元素Na、K、重元素Pb、Hg覆盖率不足。在双内标(<sup>45</sup>Sc+<sup>115</sup>In)中,轻元素Na、K、Ca回收率提升至大于90%,但Hg、Pb仍依赖高质量内标。在三分组(<sup>6</sup>Li+<sup>115</sup>In+<sup>185</sup>Re)与混合内标

基体效应与物理干扰。PTFE灰分中高浓度基体Ca、Si导致信号抑制或增强,利用内标校正添加<sup>45</sup>Sc+<sup>115</sup>In+<sup>209</sup>Bi动态校正基体效应。

记忆效应与污染。Hg、B等元素易吸附在进样系统管路中,造成记忆效应,在样品之间增加清洗时间60 s,采用铂锥替代标准锥减少Hg吸附。

## 2.6 同位素选择与内标校正

同位素选择是消除干扰、提升灵敏度的关键步骤,需要综合考虑丰度与灵敏度,故选择天然丰度高、信号稳定的同位素。对干扰规避及避免同质异位素<sup>58</sup>Ni对<sup>58</sup>Fe及多原子离子<sup>40</sup>Ar<sup>35</sup>Cl<sup>+</sup>对<sup>75</sup>As<sup>+</sup>的干扰,需增大仪器兼容性匹配检测器的线性范围与分辨率。

故选择<sup>56</sup>Fe,丰度91.8%,避免<sup>54</sup>Fe受<sup>54</sup>Cr干扰;选择<sup>60</sup>Ni,避免<sup>58</sup>Ni与<sup>58</sup>Fe重叠;选择<sup>8</sup>Si,丰度92.2%,避免<sup>12</sup>C<sup>16</sup>O<sup>+</sup>干扰;选择<sup>202</sup>Hg,丰度高,避免<sup>204</sup>Pb<sup>+</sup>干扰;选择<sup>44</sup>Ca,避免<sup>40</sup>Ar<sup>+</sup>干扰;选择<sup>11</sup>B,丰度80.1%,避免<sup>10</sup>B与<sup>10</sup>Be干扰;<sup>239</sup>K受ArH<sup>+</sup>干扰,需要通过稀释样品降低基体效应;<sup>208</sup>Pb丰度高,需要扣除<sup>208</sup>Hg的同质异位素贡献,其他元素唯一无同质异位素干扰小。

内标校正是消除基体效应、仪器漂移及物理干扰的核心手段。本实验通过对比不同内标体系对元素回收率与精密度的优化效果,建立适用于多元素同时分析的内标校正策略,以目标元素5 μg/L,内标质量浓度5 μg/L,考察不同体系对回收率和精密度的影响。表5为不同内标中回收率与精密度对比。

(<sup>45</sup>Sc+<sup>115</sup>In+<sup>209</sup>Bi)中,全质量覆盖,Hg、Pb回收率大于90%。混合内标(<sup>45</sup>Sc+<sup>115</sup>In+<sup>209</sup>Bi)避免Re对Pt锥的潜在污染,轻元素Na、K双内标或混合内标显著改善精密度RSD从10%以上降至3%以下。易挥发元素Hg、As三分组内标含Re或Bi,将RSD从15%以上降至4%以下。综上所述,选择混合内标组合(<sup>45</sup>Sc+<sup>115</sup>In+<sup>209</sup>Bi)为最优内标。

## 2.7 线性范围与检出限

表6为线性范围、相关系数( $R$ )、检出限(LOD)、定量限(LOQ)和空白精密度。从表6可以看出,Fe、Al、Si、Zn、Cu、Na、K、Ca、B、Pb、Cd、Hg、As、Ni相关系数均大于0.999 2,说明校准曲线几乎无偏离,表明仪器响应与目标元素浓度严格线性相关,定量结果准确性高,尤其适用于痕量分析。

各元素LOD在0.000 5~0.100 0  $\mu\text{g/L}$ 之间,LOQ在0.001 5~0.300 0  $\mu\text{g/L}$ 之间,空白精密度在0.67%~5.02%之间,说明空白信号波动极小,实验全程污染控制严格。因其易挥发性,高浓度下稳定性显著降低,故Hg线性范围上限为50  $\mu\text{g/L}$ ,B、Si、Na、K下限较高,是因为受试剂空白或电离效率影响,低浓度段信号波动较大。

表6 线性范围、 $R$ 、LOD、LOQ和空白精密度

Tab.6 Linear range,  $R$ , LOD, LOQ and blank precision

元素	线性范围/ $(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	$R$	LOD/ $(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	LOQ/ $(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	空白精密度/%
Fe	0.050~100.000	0.999 8	0.005 0	0.015 0	1.72
Al	0.050~100.000	0.999 6	0.007 0	0.023 0	2.02
Si	0.100~100.000	0.999 3	0.030 0	0.100 0	3.44
Zn	0.020~100.000	0.999 9	0.002 0	0.006 0	1.15
Cu	0.020~100.000	0.999 7	0.003 0	0.010 0	1.46
Na	0.100~100.000	0.999 4	0.050 0	0.150 0	3.98
K	0.100~100.000	0.999 5	0.050 0	0.150 0	3.72
Ca	0.050~100.000	0.999 7	0.008 0	0.025 0	2.21
B	0.500~100.000	0.998 8	0.100 0	0.300 0	5.02
Pb	0.010~100.000	0.999 9	0.001 0	0.003 0	0.85
Cd	0.005~100.000	0.999 9	0.000 5	0.001 5	0.67
Hg	0.010~50.000	0.999 6	0.002 0	0.006 0	0.98
As	0.010~100.000	0.999 8	0.003 0	0.010 0	1.04
Ni	0.050~100.000	0.999 6	0.006 0	0.020 0	1.62

## 2.8 样品结果、加标回收率与精密度

加标回收率与精密度是评价分析方法准确性和可靠性的核心指标,针对PTFE塑料坩锅中14种杂质元素,通过加标实验与重复性实验,验证ICP-MS在复杂基体中的适用性,确保痕量金属分析的准确性。根据上述方法,在灰化后的样品加入标量为5  $\mu\text{g/L}$ ,连续测定8次,考察样品

加标回收率;对5  $\mu\text{g/L}$ 标量连续测定6次,考察方法精密度。表7为样品测试结果、加标平均结果、加标回收率和精密度。从表7可以看出,14种元素的加标回收率在88.2%~97.2%之间,说明方法对PTFE基体中杂质元素的测定具有较高的准确性。精密度在2.12%~5.01%之间,说明方法重复性良好,适用于实验室日常检测与质量控制。

表7 样品测试结果、加标平均结果、加标回收率和精密度

Tab.7 Sample test results, spiked average results, spiked recovery rate and precision

元素	样品测试结果/ $(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	加标平均结果/ $(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	加标回收率/%	精密度/%
Fe	2.81	7.76	96.6	2.12
Al	4.10	9.04	95.2	2.45
Si	0.21	5.06	95.8	3.56
Zn	4.26	9.14	94.2	2.38
Cu	3.51	8.43	88.2	2.89
Na	1.24	6.11	95.4	3.12
K	2.06	6.84	91.6	3.24
Ca	1.72	6.57	93.8	2.96
B	5.81	10.69	93.8	5.01
Pb	0.62	5.54	91.8	3.18
Cd	1.01	5.88	92.4	3.09
Hg	0.14	5.07	97.2	4.28
As	0.23	5.14	95.6	2.88
Ni	3.01	7.88	94.6	3.45

### 3 结论

通过具体优化高温灰化-酸消解联用技术、ICP-MS干扰消除策略、碰撞反应池模式及动态内标校正,成功建立PTFE中14种痕量杂质元素的高灵敏分析方法。确立了550℃为PTFE塑料坩埚杂质元素测定的最优温度,4h灰化时间最佳测定时间,HNO<sub>3</sub>-HF体系为最优消解体系,可高效溶解难溶氧化物并保持大多数金属元素的高回收率。选择<sup>45</sup>Sc+<sup>115</sup>In+<sup>209</sup>Bi为内标,降低了干扰。方法具有高准确性和重复性,不仅适用于PTFE材料质量控制,还可扩展至其他高纯聚合物中痕量金属分析,为材料科学、环境监测及生物医学领域提供可靠技术工具。

### 参考文献

- [1] 艾俊涛, 刘园园, 刘磅, 等. 采用ICP-MS法测定塑料输液容器金属离子的溶出量[J]. 分析仪器, 2023(4): 55-58.
- [2] 禄春强, 万峰, 代亚男, 等. ICP-MS法测定银系抗菌食品接触塑料中银含量与迁移量[J]. 食品工业, 2022, 43(5): 326-329.
- [3] 王君, 李林林, 武吉伟, 等. 4类降解塑料制品光降解性能及16种元素安全风险[J]. 包装工程, 2022, 43(3): 61-68.
- [4] 蒋鑫, 张越, 朱晨, 等. ICP-MS法测定塑料砧板中12种重金属[J]. 应用化工, 2021, 50(增刊1): 363-365.
- [5] 王斌. 目标元素分析方法及其在非金属材料中的应用研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2023.
- [6] 杨晨, 宋善军, 张玮庭, 等. 气相色谱/电感耦合等离子体质谱联用法测定儿童塑料玩具中多溴联苯醚及有机磷酸酯阻燃剂[J]. 环境化学, 2020, 39(10): 2683-2692.
- [7] 高梓真, 李磊, 许如玲, 等. ICP-MS法测定盐酸阿芬太尼注射液中25种元素杂质的含量[J]. 药物分析杂志, 2024, 44(2): 280-289.
- [8] 陈亚光. 高纯铈镧储氧材料生产质量控制研究[D]. 包头: 内蒙古科技大学, 2023.
- [9] 杨璞, 方昊, 孟紫薇, 等. 单颗粒电感耦合等离子体飞行时间质谱测定生物样品中掺金属微塑料[J]. 分析化学, 2023, 51(6): 1059-1065.
- [10] 宋佳星. 低温等离子体辅助催化聚烯烃废塑料热解产物高值化利用研究[D]. 杭州: 浙江大学, 2024.
- [11] 方宏树, 何媛媛, 鲁海妍. 过氧化钠熔融ICP-OES法测定地矿样品中的硼[J]. 化学工程师, 2023, 37(1): 24-28.
- [12] 国家认证认可监督管理委员会. 塑料及其制品中铝、汞、铬、镉、钡、砷的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法: SN/T 2046—2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [13] 陈子才. 钴镍基柱撑黏土催化剂的制备及其在废塑料热裂解反应中的应用[D]. 广州: 广东工业大学, 2021.
- [14] 武静文. 利用电感耦合等离子体原子发射光谱法检测塑料类输液容器中多种金属元素与离子的可行性研究[J]. 中国塑料, 2020, 34(9): 73-79.
- [15] 徐聪, 胡光辉, 赵婷, 等. 反相离子对色谱-电感耦合等离子体质谱法测定聚氯乙烯塑料中六价铬[J]. 理化检验(化学分册), 2020, 56(2): 148-154.
- [16] 胡龄允, 陈宇坤, 刘冬, 等. 快递包装重金属与特定物质限量检测研究进展[J]. 江西化工, 2025, 41(1): 5-9.
- [17] 张蓉. 食品接触材料受限物质分析检测技术研究进展[J]. 化学分析计量, 2022, 31(7): 95-100.
- [18] 郭慧鑫, 朱燕, 金海林, 等. 废旧塑料资源化过程中污染物释放特性研究[J]. 环境科学与技术, 2021, 44(增刊1): 270-275.
- [19] 赵震乾, 唐子豪, 巩杨, 等. 纳米塑料检测技术现状分析及其研究进展[J]. 生态毒理学报, 2025, 20(1): 209-220.
- [20] 黄洁, 雷阳, 魏静. 塑料材质对食品包装产品安全性能的影响分析[J]. 现代食品, 2025(3): 146-148, 152.
- [21] 赵美姿, 朱艳景. 污水处理厂微塑料检测分析技术研究[J]. 广州化工, 2025, 53(3): 120-124.
- [22] 付文轩, 高旭波, 易玲, 等. 环境中微塑料检测方法的研究进展[J]. 安全与环境工程, 2025, 32(1): 72-82.
- [23] 徐洁, 董焕成. 水体环境中纳米塑料检测分析方法研究进展[J]. 当代化工研究, 2025(2): 22-24.
- [24] 丁建明, 王鑫, 张容玲, 等. 拉曼光谱结合偏最小二乘法定量分析水中聚乙烯和聚苯乙烯两种微塑料[J]. 分析化学, 2024, 52(10): 1581-1590.
- [25] 李小康, 胡乐, 黄冬冬, 等. 人体胆汁中微塑料的检测与分析[J]. 生态毒理学报, 2024, 19(4): 311-323.