

金属铬中的杂质元素分析

刘浩

通标标准技术服务（天津）有限公司，天津 300450

摘要：本文介绍了使用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）和电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）来分析金属铬中的杂质元素。介绍了金属铬的性质、应用以及杂质元素对其性能的影响。随后详细阐述了这两种分析方法的原理和操作流程，还讨论了方法的检出限、线性范围、准确度和精密度等性能指标以及不同消解方式对金属铬中杂质元素测定的比对分析。

关键词：ICP-MS；ICP-AES；金属铬；杂质元素；分析方法；性能影响

Analysis of Impurity Elements in Chromium Metal

Liu Hao

SGS-CSTC Standards Technical Services Co., Ltd, Tianjin 300450

Abstract： This paper introduces the use of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) to analyze the impurity elements in chromium metal. The properties and applications of chromium metal and the influence of impurity elements on its properties are described. Subsequently, the principles and operation procedures of the two analytical methods were elaborated in detail, and the performance indexes of the methods, such as detection limit, linear range, accuracy and precision, as well as the comparative analyses of different digestion methods for the determination of impurity elements in chromium metal were also discussed.

Key words： ICP-MS; ICP-AES; chromium metal; impurity element; analytical method; performance effect

引言

电感耦合等离子体发射光谱法（Inductively Coupled Plasma emission Spectrometry, ICP）是一种常用的分析金属样品中杂质元素的方法。这种方法具有高灵敏度、高分辨率、多元素分析能力等优点，在金属材料的研发、生产、质量控制等领域得到了广泛应用。然而，ICP分析过程中，样品制备、仪器性能、数据处理等方面可能会对分析结果产生影响，因此，建立准确可靠的ICP分析方法具有重要意义。

一、金属铬概述

（一）金属铬的性质和应用

1. 金属铬的性质

铬因其极高的硬度，出色的耐腐蚀和耐高温性能，良好的抗氧化性以及优秀的焊接性，在金属材料中独树一帜。这些特性使得铬在耐磨、抗腐蚀的工业应用中，尤其是在化工和航空领域，以及高温环境和焊接工艺中成为不可或缺的元素。

2. 金属铬的应用

铬是制造不锈钢和高温合金的关键元素，提供耐腐蚀、耐磨和高温稳定性，广泛应用于厨房用具、建筑材料、医疗器械、航空发动机和工业炉等领域。同时，铬也用于制备阳极材料和焊接材料，提升电镀和腐蚀防护效果，以及工具和模具的制造。

（二）杂质元素对金属铬性能的影响

1. 杂质元素的定义

杂质元素通常是指在金属铬的生产和加工过程中，不经意间混

入的，不是所期望的元素。这些元素的数量和种类会根据生产工艺的不同而变化，它们的存在可能会对铬的性能产生一定的影响。

2. 常见的杂质元素的分析

（1）铅（Pb）

铅是有害元素，高含量损害金属的塑性、韧性和强度，降低加工性能和疲劳寿命，加剧磨损和腐蚀。

（2）砷（As）

砷是一种有害元素，会降低金属的塑性和韧性，增加脆性。含量较高时，砷会导致金属的加工性能变差，并可能对人体和环境产生毒性影响。

（3）锑（Sb）

锑是一种有害元素，会影响金属的塑性、韧性和强度。含量较高时，锑会导致金属的加工性能变差，并降低其疲劳寿命。锑还能增加金属的磨损和腐蚀速率。

（4）铋（Bi）

铋是一种有害元素，会降低金属的塑性和韧性，增加脆性。

含量较高时，铋会导致金属的加工性能变差，并可能对人体和环境产生毒性影响。

(5) 锡 (Sn)

锡有时用作合金元素，可以提高金属的塑性和韧性，增加其抗腐蚀性。含量适中时，锡对金属的性能有利，但含量过高可能会导致金属的加工性能变差。

(6) 铝 (Al)

铝是一种常见的合金元素，可以提高金属的强度、硬度和耐腐蚀性。含量适中时，铝对金属的性能有利，但含量过高可能会导致金属的塑性和韧性下降。

(7) 硅 (Si)

硅是一种有害元素，会降低金属的塑性和韧性，增加脆性。含量较高时，硅会导致金属的加工性能变差，并可能对人体和环境产生毒性影响。

(8) 铜 (Cu)

铜有时用作合金元素，可以提高金属的导电性、导热性和抗腐蚀性。含量适中时，铜对金属的性能有利，但含量过高可能会导致金属的强度和硬度下降。

(9) 铁 (Fe)

铁是金属铬的主要成分之一，对金属的性能有重要影响。含量适中时，铁可以提高金属的强度和硬度，但含量过高可能会导致金属的塑性和韧性下降。

3. 杂质元素对金属铬性能的影响

(1) 对金属铬耐腐蚀性能的影响

杂质元素影响金属铬的耐腐蚀性。硫、磷降低耐腐蚀性，铝、硅提升耐腐蚀性，形成保护层。铜、铁等元素可能改变铬与其他元素的相互作用，影响耐腐蚀性。

(2) 对金属铬磁性能的影响

金属铬是非磁性材料，但杂质如铁、镍可能使其有限磁性。这种影响较小，铬主要用于非磁性领域。

(3) 对金属铬热性能的影响

杂质元素影响金属铬的热性能。硅、铝提高熔点和热稳定性，而磷、硫可能导致热脆和热裂，因此需控制杂质含量以保证热性能。

(4) 对金属铬电性能的影响

杂质元素影响金属铬的电性能。铜、铝提升导电性，硫、磷降低导电性，需控杂质含量以满足特定电性能需求。

二、分析方法

电感耦合等离子体发射光谱，因分析速度快、时间分布稳定、线性范围宽，能够一次同时读出多种被测元素的特征光谱，同时对多种元素进行定量和定性分析。^[2]

(一) 电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS)

电感耦合等离子体质谱法 (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, 简称 ICP-MS) 是一种同时具备高灵敏度、高分辨率和高精确度的元素分析技术。^[3]它主要用于测定样品中的微量元素和痕量元素，其原理是将样品引入到一个高温的等离子体

中，然后通过质谱仪分析样品中的离子。

(二) 电感耦合等离子体原子发射光谱法 (ICP-AES)

电感耦合等离子体原子发射光谱法 (ICP-AES) 是一种高温等离子体技术，应用于样品前处理和分析。通过电感耦合产生温度超过 10,000 摄氏度的等离子体，该技术能够将样品分子和原子分解成离子，用于快速、灵敏和精确地分析元素。ICP-AES 技术在多个领域，包括分析化学、材料科学、环境科学、地球科学和生物医学，都有着广泛的应用，例如元素分析、形态分析和价态分析等。^[4]

(三) 样品来源与预处理

1. 样品来源

工业金属铬通常来源于金属冶炼和加工厂，如铬矿石的冶炼、不锈钢的生产等。

2. 样品预处理

(1) 消解：为了释放样品中的元素，通常需要进行消解处理。本文主要通过盐酸 + 过氧化氢，稀硫酸两种方法消解。

(2) 过滤和离心：消解后的样品通常需要通过过滤或离心来分离溶液，以便进行仪器分析。

(3) 稀释和调浓度：根据样品的初始浓度和 ICP-MS 和 ICP-AES 的分析要求，可能需要对样品溶液进行稀释或调整浓度。

(4) 空白校正：为了减少实验过程中的背景干扰，需要准备一个不含目标元素的空白样品，并对其进行相同的预处理步骤，以校正分析过程中的背景信号。

(四) 分析步骤与操作流程

1. ICP-MS 测定金属铬中 Pb、Sn、Bi、Sb、As 杂质元素的操作流程

(1) 样品准备

从金属铬原料中取出代表性样品进行消解。一种方法是将样品经盐酸和过氧化氢溶解，另一种方法是将样品经稀硫酸溶解，将金属铬转化为可分析的离子形式。随后，将溶液容至已知体积，以便进行后续的仪器分析。

(2) 仪器准备

在进行 ICP-MS 分析之前，开启仪器并进行初始化。使用含有钼等元素的调谐溶液来调整仪器的关键操作参数，包括射频功率、载气流量和采样深度，以确保仪器达到最佳性能。再准备一系列涵盖 Pb、Sn、Bi、Sb、As 待测杂质元素浓度范围的标准溶液，用于建立标准曲线，以便后续样品分析时能够准确计算元素含量。

(3) 分析

进行空白分析以测定背景信号水平。随后，分析一系列已知浓度的标准溶液，建立每个元素的质量浓度与仪器响应的标准曲线。接着，根据仪器的性能和分析要求选择适当的采样模式，如全扫描、选择离子扫描或跳峰扫描，对样品进行分析。然后，将样品的信号与标准曲线进行对比，以计算样品中各杂质元素的含量，并进行数据处理以获取准确的分析结果。^[5]

2. ICP-AES 测定金属铬中 Fe、Al、Si、Cu 杂质元素的操作流程

(1) 样品制备

同 1.(1)

(2) 建立标准溶液系列

在实验开始前，需要准备 Fe、Al、Si、Cu 系列不同浓度的标

准溶液。通常可以将标准溶液配制为0.1 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、1.5 μg/mL、2.0 μg/mL等不同浓度。使用标准溶液对检测器进行校准，确保检测器的灵敏度和精度。

(3) 样品处理

将金属铬样品雾化并离子化。通过喷雾器将雾化后的样品喷入等离子体设备中。在等离子体设备中，样品中的Fe、Al、Si、Cu杂质元素被离子化并进入检测器进行测量。

(4) 数据处理与分析

将检测器采集到的数据进行处理，包括空白校准、标准曲线拟合等。根据处理后的数据，计算金属铬样品中杂质元素的含量。

三、实验结果与分析

(一) 方法检出限与线性范围

1. 方法检出限

由于其高灵敏度，ICP-MS的检出限通常很低，可以达到0.8ng/L。ICP-AES技术的检出限一般为2 μg/L，这取决于样品制备、光源的稳定性以及仪器的灵敏度等因素。

2. 线性范围

ICP-MS的线性范围0.5 μg/L~10 μg/L，这意味着在很宽的浓度范围内，检测信号与浓度之间仍然保持良好的线性关系。^[6] ICP-AES的线性范围0.1 μg/mL~2.0 μg/mL。对于ICP-AES，其线性范围受限于检测波长的选择和背景校正的难度。^[7]

(二) 准确度与精密度评估

1. 准确度

ICP-MS通常具有较高的准确度，因为它能够根据元素的质量数进行精确的检测和定量；ICP-AES准确度通常也较高，但它可能受到光谱干扰的影响，尤其是在分析复杂样品时。

ICP-MS和ICP-AES准确度均可以通过分析已知浓度的标准参考物质（CRM）来验证。CRM的分析结果与证书上的参考值进行比较，以确定分析准确度。

2. 精密度

ICP-MS技术以其高检测灵敏度和低检测限而著称，能够可靠地检测极低浓度的元素。^[8] 现代ICP-MS仪器装备了快速扫描功能，能够在短时间内对多个元素进行分析，这减少了样品间和分析过程中的漂移。此外，ICP-MS的质谱优势，即其质量分辨能力，能够有效消除同质异位素和其他干扰，从而显著提高定量分析的精度。这些特点使得ICP-MS成为高精度、高效率的元素分析工具。

ICP-AES技术能够同时检测多个元素，使其成为高通量多元素分析的理想选择。^[9] 然而，由于ICP-AES依赖于光学发射光谱，它可能会受到光谱干扰，特别是在分析复杂样品时，这可能会对分析的精度产生不利影响。因此，为了保持光谱的稳定性和精密度，ICP-AES仪器在长时间运行过程中可能需要更多的维护和校准。

总的来说，ICP-MS在痕量和超痕量元素(Pb、Sn、Bi、Sb、As)分析中通常提供更高的精密度，而ICP-AES具有高通量和快速多元素分析能力。^[10] 对于复杂样品，ICP-MS的质谱优势使其

精度更优；简单样品中，ICP-AES和ICP-MS的精度可能相似。选择技术时需考虑样品复杂性、分析速度和痕量元素需求。

(三) 不同消解方法比对

ICP-MS测定金属铬中Pb、Sn、Bi、Sb杂质元素，两种溶样方式均可，对于杂质As元素，需采用稀硫酸溶样，结果见表1。ICP-AES测定金属铬中Fe、Al、Si、Cu杂质元素，盐酸双氧水消解可测定Fe、Si、Al，稀硫酸消解可测定Fe、Cu，结果见表2。

表1 ICP-MS

消解方法	标准物质	Pb	Sn	Bi	Sb	As
盐酸、双氧水	GSB03-1363	√	√	√	√	×
	GSBH42006					
稀硫酸	GSB03-1363	√	√	√	√	√
	GSBH42006					

表2 ICP-AES

消解方法	标准物质	Fe	Si	Al	Cu
盐酸、双氧水	GSB03-1363	√	√	√	×
	GSBH42006				
稀硫酸	GSB03-1363	√	×	×	√
	GSBH42006				

结束语

本文详尽介绍了ICP-MS与ICP-AES两种技术在金属铬杂质分析中的应用，包括样品处理和分析流程。实验证明，ICP因其高灵敏度和宽线性范围，能准确快速地检测金属铬中杂质。这项研究对提升金属铬的质量标准具有重要意义，并为其他金属的杂质分析提供了参考。未来研究将致力于优化样品处理和分析条件，以达到更高的分析精度。

参考文献

[1] 黄丹宇, 刘巍, 陶美娟, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定铬铁合金中的10种痕量元素[J]. 分析仪器, 2021,(02):23-27.

[2] 贾梦鑫. ICP-OES内标法测定PAN基碳纤维杂质金属元素含量的方法研究[J]. 化工新型材料, 2022,50(04):216-219.DOI:10.19817/j.cnki.issn1006-3536.2022.04.044.

[3] 徐森彪. 电感耦合等离子体质谱法测定盐酸丙帕他莫中12种金属杂质元素[J]. 湖北大学学报(自然科学版), 2020,42(02):228-232.

[4] 杨桂芳, 金兰英, 汪洋. ICP-OES测定金属镓中杂质元素[J]. 现代冶金, 2019,47(01):19-21.

[5] 于瀛, 高佳, 喻生洁, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定金属镍中11种痕量杂质元素[J]. 检验检疫学刊, 2019,29(04):12-15.

[6] 李兵, 梁帮宏, 苏冬萍, 等. HR-ICP-MS测定高纯镍金属中的微量元素杂质[J]. 化学研究与应用, 2019,31(07):1397-1400.

[7] GB/T 43574-2023, 化学纤维 重金属含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法[S].

[8] 靳立国, 徐红纳, 朱文静, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定地质样品中17种成分[J]. 四川地质学报, 2023,43(04):721-727.

[9] 何雨珊. 电感耦合等离子原子发射光谱法同时测定蒙乃尔合金中14种元素[J]. 化学分析计量, 2023,32(12):90-94.

[10] 魏滨, 常通, 王韬. 电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法测定食品中铝结果一致性的研究[J]. 职业与健康, 2023,39(23):3200-3205. DOI:10.13329/j.cnki.zyyjk.2023.0570.