



ICP-AES法测定焊锡中多种杂质元素

No.ICP-002

摘要：用电感耦合等离子发射光谱法（ICP-AES）直接同时测定了焊锡中多种杂质元素（P, Fe, As, In, Sb, Au, Pb, Bi, Cu, Al, Ni, Zn, Cd）。在优化仪器的工作条件下，以基体匹配法配制工作曲线标样，有效地消除了基体干扰。方法简便、可靠并得到了满意的分析结果。检出限为0.00001–0.0001%，回收率在95.6–105%范围内，多数分析元素的RSD小于5%。

焊锡材料在工业上应用广泛，其性能与化学成分密切相关。因而，在生产过程中原材料及产品化学成分的分析是控制产品质量的重要手段。建立简便、准确的测定方法具有一定的实际意义。

直读（发射）光谱法可以简便、快速地进行多元素测定，但对于某些合金及高纯物质中低含量杂质元素的分析精度及准确度不能满足产品质量管理的要求。电感耦合等离子发射光谱法（ICP-AES）具有高灵敏度（亚ppb~）、高精度（CV < 1%）、线形范围宽（5~6个数量级）、可同时进行多元素定量分析等优点，可以基体匹配法消除基体效应的影响，样品溶解后可直接进样，是合金及高纯样品中杂质成分分析的简便、可靠的方法[1-3]。本文采用这种方法对焊锡样品中十余种杂质元素进行测定，获得了满意的分析结果。

关键词：ICP-AES 焊锡 多种杂质元素

实验部分

1. 仪器及工作条件

岛津公司ICPS-7500等离子光谱真空扫描型发射光谱仪。光栅：焦距1m，刻线数3600条/mm，波长范围165–458nm；1800条/mm，波长范围458–850nm。ICP光源：频率27.12MHz，入射功率1.2kW，反射功率0kW。同轴雾化器，旋流雾室。冷却气流速14L/min，等离子气流速1.2L/min，载气流速0.7L/min，净化气流速3.5L/min，观测高度15mm，提升量2.2ml/min，积分时间3s。

2. 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品；实验所用酸均为优级纯或MOS级试剂，工作曲线用标准溶液为国家标准物质中心和日本和光株式会社生产的原子吸收用单元素标准溶液。实验用水为超纯去离子水。

3. 工作曲线用标准溶液的配制

根据样品待测杂质元素的大致含量范围，以基体匹配方式配制工作曲线用标准溶液（表1），基体使用高纯锡。

表1工作曲线用标准系列（ $\mu\text{g/ml}$ ）

元素	STD1	STD2	STD3	STD4
P	0	0.5	2.0	5.0
Fe	0	0.5	2.0	5.0
As	0	0.5	2.0	5.0
In	0	0.5	2.0	5.0
Sb	0	0.5	2.0	5.0
Au	0	0.5	2.0	5.0
Pb	0	0.5	2.0	5.0
Bi	0	0.5	2.0	5.0
Cu	0	10	40	100
Al	0	0.2	0.8	2.0
Ni	0	0.2	0.8	2.0
Zn	0	0.2	0.8	2.0
Cd	0	0.2	0.8	2.0

4. 样品的前处理

称1.0g焊锡样品加10ml纯水，15ml盐酸及15ml硝酸，加热至样品溶解，定容至100ml，用于测定。

结果与讨论

1. 分析线的选择

由于已进行基体匹配,只考虑光谱干扰和背景影响确定分析谱线[4]。选择灵敏度高且无共存元素干扰的谱线作为分析线,本方法所使用的分析谱线如表2所示。某些元素未采用最灵敏线主要原因在于光谱干扰。如Zn的最灵敏线213.856nm和次灵敏线202.551nm分别受Cu的213.851和202.548nm线的干扰,造成正误差,因而Zn的分析选用206.191nm为分析谱线。为提高灵敏度对多数低含量待测元素采用扣背景方式进行测定。

表2 待测元素的分析谱线

元素	波长(nm)	元素	波长(nm)
P	178.287	Bi	223.061
Fe	259.940	Cu	327.396
As	197.197	Al	396.153
In	230.606	Ni	341.477
Sb	217.589	Zn	206.191
Au	267.595	Cd	228.802
Pb	220.351		

2. 焊锡样品的分析结果

对实际焊锡样品进行测定,分析结果如表3所示。表3中含量为杂质元素在固体焊锡中的含量。对于多数分析元素,3个平行处理的焊锡样品6次测定的RSD小于5%。对空白标准溶液中的分析元素进行10次测定,其标准偏差的3倍所对应的浓度为方法的检出限。

参考文献

- [1]. M. 汤普森, J. N. 沃尔什, ICP光谱分析指南. 符斌, 殷欣平 译, 北京: 冶金工业出版社, 1991. 3
- [2]. 刘孟刚, ICP-AES测定碳纤维材料的碱金属、碱土金属. 现代仪器, 2002, 5: 21-22
- [3]. 向德磊, ICP-AES法测定银锭中的铋铁铅铜锑, 冶金分析, 2004, 2 (24): 37-38
- [4]. 原口纮无, ICP发射光谱分析的基础和应用. 东京: 讲谈社科学, 1994. 11

结论

从上述讨论可以看出本方法有较低的检出限并具有较好的重现性和准确性,可以满足生产过程中原料与产品质量控制的要求,是焊锡类样品中低含量多元素杂质分析的一种简便、可靠的方法。

3. 分析方法的准确性

为考察分析方法的准确性,通过在焊锡样品中加入适量的分析元素的标准溶液进行加标回收实验,得到回收率(见表4)在95.6-105%之间。

表3 焊锡样品的分析结果

元素	含量 (%)	RSD (n=6) (%)	检出限 (%)
P	0.005	1.3	0.0001
Fe	0.0002	1.8	0.00001
As	未检出	--	0.0001
In	0.004	1.7	0.0001
Sb	0.010	1.4	0.0001
Au	0.0001	11.3	0.00004
Pb	0.008	4.1	0.0001
Bi	0.008	2.8	0.0002
Cu	0.496	1.1	0.00003
Al	未检出	--	0.0001
Ni	未检出	--	0.0001
Zn	未检出	--	0.00002
Cd	未检出	--	0.00001

表4 加标回收率

元素	回收率 (%)	元素	回收率 (%)
P	102	Bi	100
Fe	101	Cu	96.9
As	98.4	Al	105
In	102	Ni	99.0
Sb	97.9	Zn	99.7
Au	96.8	Cd	98.6
Pb	95.6		