

# ICP-AES法测定高纯铬中有害杂质元素

No.ICP-004

**摘要：**使用高分辨率高灵敏度的岛津顺序扫描型高频等离子发射光谱仪（ICPS-8100），选择适当的分析线，采用轴向观测方式，对高纯铬中 $\mu\text{g/g}$ 级的有害元素As, Sn, Sb, Pb, Bi进行直接同时测定，得到满意的分析结果。

高纯金属材料作为特种材料在工业上应用日益广泛，其性能与化学成分密切相关，因而，在生产过程中材料的特别是杂质成分分析是控制产品质量的重要手段（1）。建立简便、快速准确的测定方法具有非常重要的实际意义。

高纯金属材料中杂质元素分析的问题在于高纯金属基体对分析元素的基体干扰和光谱干扰，且分析元素的存在浓度极低难于直接定量分析。通常进行分离高纯金属基体、浓缩分析元素的前处理后再用ICP-AES进行测定（2）。因进行分离浓缩，操作繁琐，并易造成分析元素的损失和污染。本项工作使用高分辨率高灵敏度的岛津顺序扫描型高频等离子发射光谱仪（ICPS-8100）通过选择适当的分析线及采用标准加入法消除光谱干扰和基体干扰，采用轴向观测方式有效地改善检出限。溶样后不进行分离浓缩直接测定高纯铬中 $\mu\text{g/g}$ 级的有害元素As, Sn, Sb, Pb, Bi，得到了满意的分析结果。

**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-8100等离子光谱顺序扫描型发射光谱仪。光栅：焦距1m，刻线数4960条/mm，波长范围165-372nm；刻线数4320条/mm，波长范围250-426nm；1800条/mm，波长范围426-850nm。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1.2 L/min，载气流速0.7L/min，净化气流速3.5L/min，轴向观测，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MOS级和BV III级试剂，所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. 工作曲线的配制

工作曲线的配制见表1。

表1 工作曲线的配制 ( $\mu\text{g/ml}$ )

标准元素	STD1	STD2	STD3	STD4
Pb	0	0.1	0.2	0.5

### 4. 样品的前处理

称0.25g电缆线样品，加8ml硝酸，2ml过氧化氢，采用MILESTONE Ethos T型微波消解装置溶样后，定容至25ml用于测定。微波消解溶样程序见表2。

表2 微波消解程序

步骤	时间 min	功率 w	温度 ℃	控制 最大压力 bar
1	5	900	125	35
2	5	800	160	35
3	6	800	190	40
4	3	800	215	40
5	15	800	215	35

Vent : 15min

表3 样品中Pb的分析结果  $\mu\text{g/g}$ 

样品	ICP 测定值	EDX 测定值
红色线	2.9	<10
兰色线	4.5	<10
黑色线	3.6	<10
白色线	24.8	24.3

## 分析结果

对电缆线样品中Pb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样品中的含有量。Pb的添加回收率为89.6%，且ICP-AES测定结果与EDX测定结果一致。

<http://www.shimadzu.com.cn>