

# ICP-AES 测定高纯镍中的九种杂质元素

ICP-046

**摘要：** 样品经硝酸溶解后用电感耦合等离子体发射光谱测定了 Mg、Al、Si、P、Mn、Fe、Co、Cu、Zn 九种杂质元素的含量，通过选择合适的波长，采用标准加入法有效消除镍基体及镍的谱线干扰。该方法简便、快速，定量准确，回收率在 91% ~ 103% 之间，可以满足日常快速定量分析的要求。

**关键词：** ICP-AES 高纯镍 标准加入法 杂质元素

高纯镍有较好的耐腐蚀性，是电解行业的一类重要产品，也是冶炼高品质合金钢的重要原料，其杂质元素主要有镁、铝、锰、硅、磷、铁、铜、锌、钴、碳、硫。在 ISO 国际标准中，镁、铝、锰、硅、铁、铜、锌、钴八种元素用火焰原子吸收光谱法测定，而国家标准中镁、锰、铜、锌、钴五元素用火焰原子吸收光谱法测定，铝、

硅、铁用化学法测定，在两个标准中磷都是用化学法测定，上述方法的分析，基本上都是单元素逐一测定，试剂消耗多，分析周期长。本文使用电感耦合等离子体发射光谱通过选择合适的分析波长结合标准加入法测定了高纯镍中的九种杂质元素，可以有效消除镍的基体干扰及光谱干扰，测定方便快捷，可以满足日常分析的要求。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPS-7510 电感耦合等离子体发射光谱仪

### 1.2 分析条件

仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	等离子气流速 (L/min)	辅助气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频功率 (kW)
轴向	同心	标准	旋流	14	1.2	0.7	27.12	1.2

### 1.3 试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HCl 试剂为电子级试剂，实验用水为超纯去离子水。

## 结果与讨论

### 2.1 分析波长的选择

称 0.8 g 高纯镍两份于两个 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，各加入 4 mL 纯水，4 mL 硝酸摇匀后在电加热板中低温加热至样品完全溶解，然后转移至 100 mL 容量瓶中，其中一个用纯水定容至刻度，另一个加入 100 $\mu$ L 1000 mg/L 的各元素标准溶液，然后再用纯水定容至刻度。对高纯镍空白液及加标液进行测定，根据各分析线的灵敏度，共存元素的干扰情况确定各元素分析波长如表 2 如示：

表 2 各元素推荐分析波长(单位：nm)

元素	Mg	Al	Si	P	Mn	Fe	Co	Cu	Zn
波长	285.213	396.153	251.612	178.287	257.610	259.940	237.862	324.754	206.191

## 2.2 前处理及标准曲线的配制

称约 2 g 样品 (精确至 0.0001 g) 于聚四氟乙烯烧杯中, 加 10 mL 超纯水 10 mL 硝酸摇匀后放至于电加热板中低温加热至样品完全溶解, 冷却后转移至 250 mL 容量瓶中, 用纯水定容至刻度, 使用标准加入法按表 3 配制各元素浓度标液。

表 3 各元素标准液浓度(单位: mg/L)

元素	MSA1	MSA2	MSA3	MSA4
Mg	0	0.50	1.00	2.00
Al	0	0.50	1.00	2.00
Si	0	0.50	1.00	2.00
P	0	0.50	1.00	2.00
Mn	0	0.50	1.00	2.00
Fe	0	0.50	1.00	2.00
Co	0	5.00	10.0	20.0
Cu	0	0.50	1.00	2.00
Zn	0	0.50	1.00	2.00

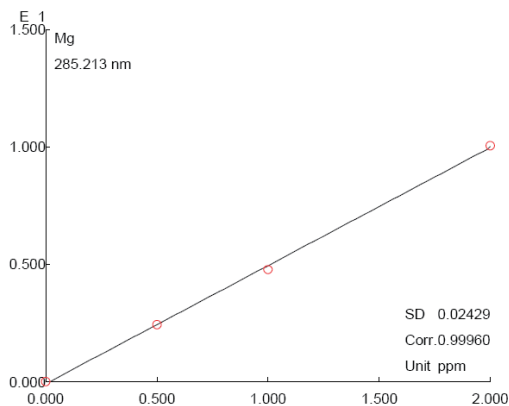


图 1 镁的标准曲线图

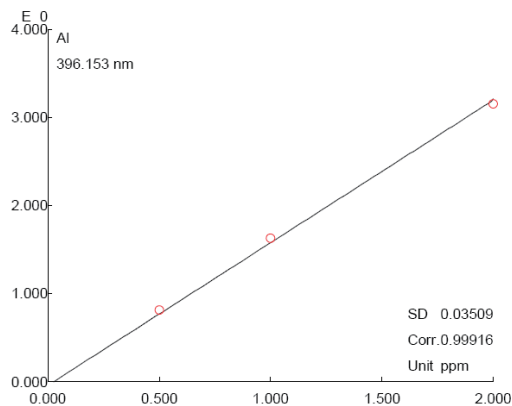


图 2 铝的标准曲线图

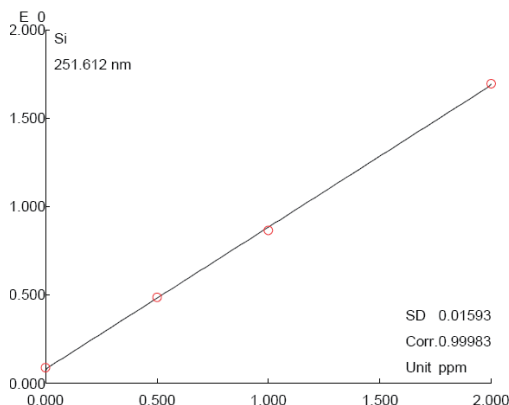


图 3 硅的标准曲线图

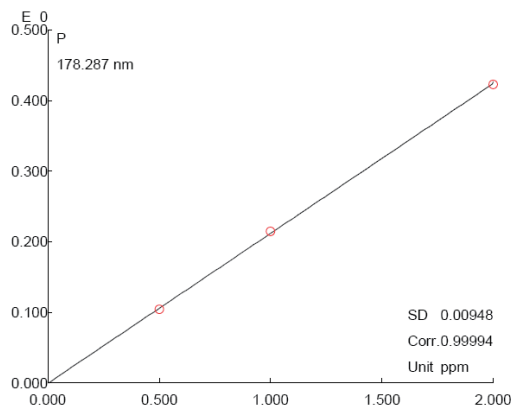


图 4 磷的标准曲线图

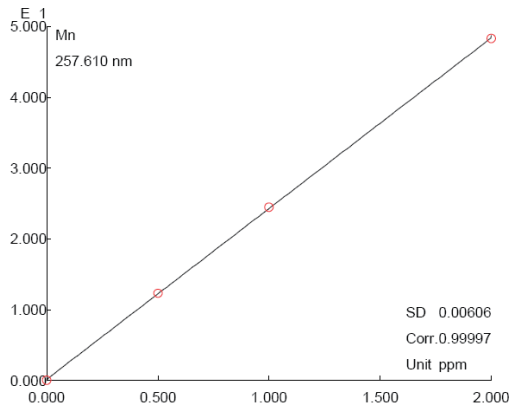


图 5 锰的标准曲线图

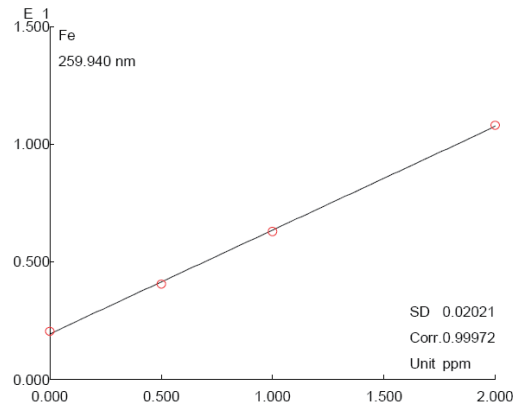


图 6 铁的标准曲线图

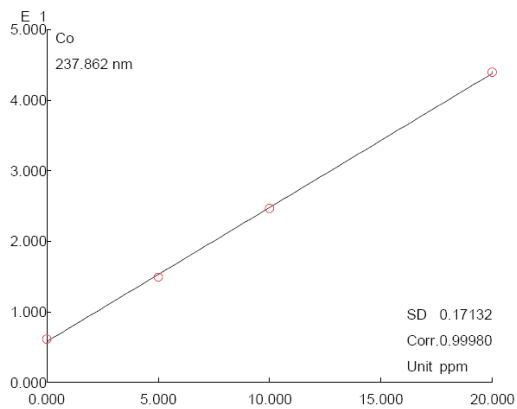


图 7 钴的标准曲线图

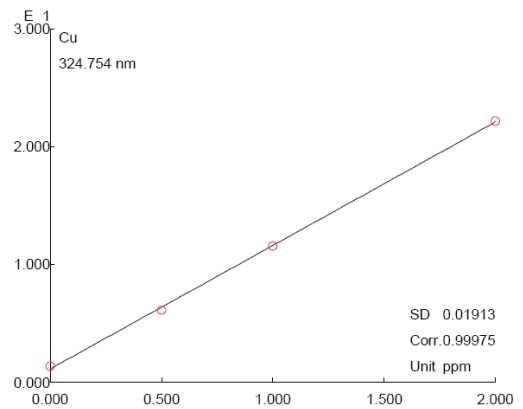


图 8 铜的标准曲线图

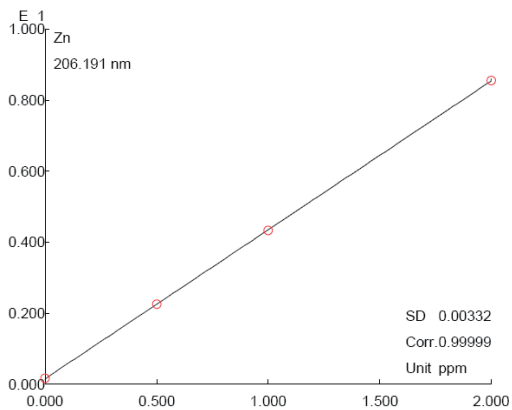


图 9 锌的标准曲线图

2.3 样品轮廓图

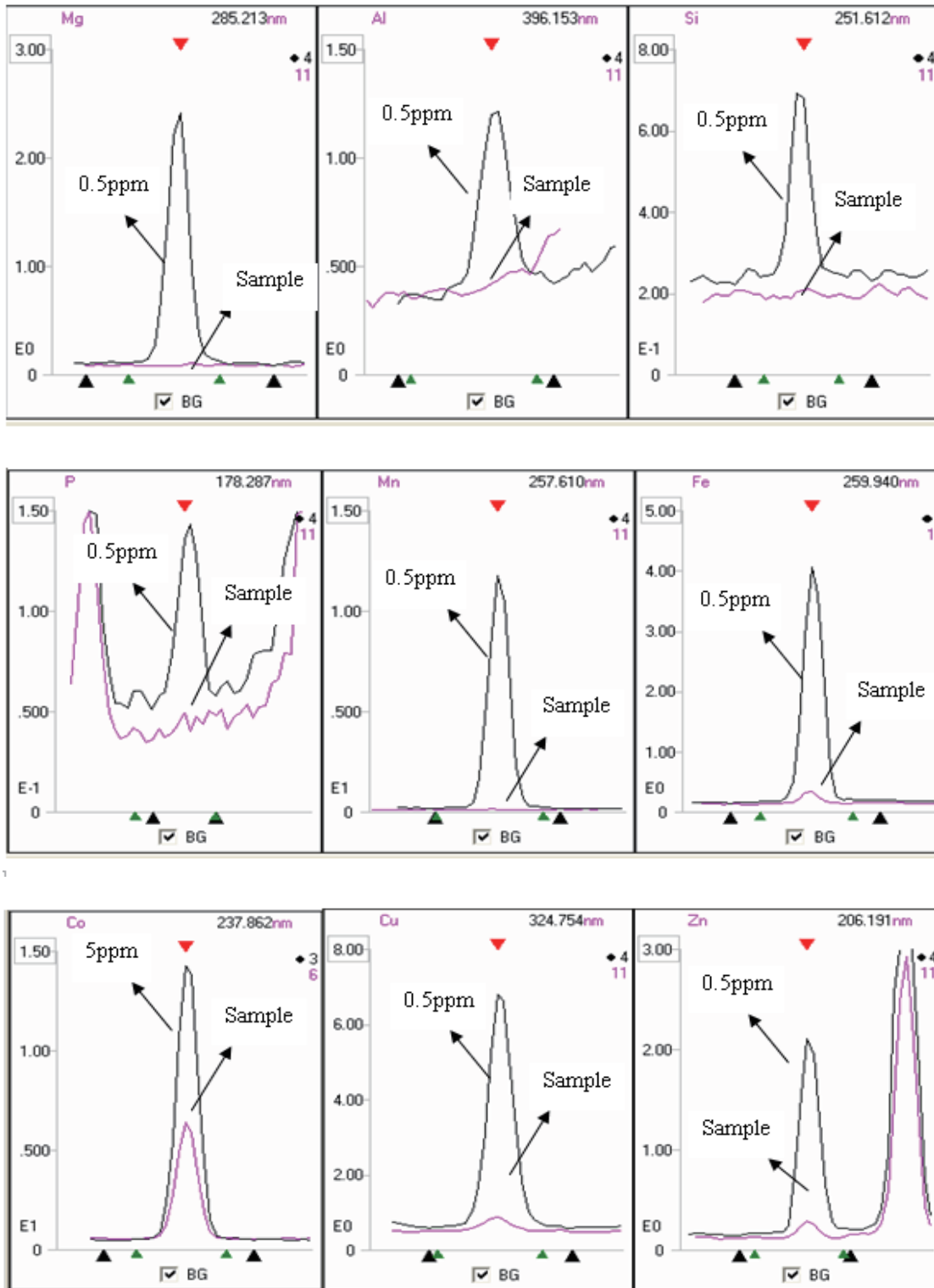


图 10 各元素样品轮廓图

## 2.3 样品测试结果

表 4 样品中各元素含量

元素	Mg	Al	Si	P	Mn	Fe	Co	Cu	Zn
测定值(mg/L)	N.D	N.D	0.031	N.D	N.D	0.437	3.221	0.125	0.037
样品浓度(%)	N.D	N.D	0.0005	N.D	N.D	0.0069	0.0510	0.0020	0.0006
RSD(%)	---	---	19.48	---	---	0.05	0.43	0.11	3.30

## 2.4 检出限及回收率

称 0.8 g 高纯镍于 100 mL 容量瓶中, 加入少量水, 4 ml 浓硝酸, 溶解后转移至 100 ml 的容量瓶中, 用纯水定容至刻度, 配成空白溶液, 对空白样品进行 11 次测定, 3 倍的标准偏差除以斜率即为元素的检出限, 往样品中加入一定量的各元素标准溶液, 按同样的前处理方法做回收率实验, 各元素的检出限及加标回收率结果见表 5。

表 5 各元素检出限及加标回收率(单位: mg/L)

元素	Mg	Al	Si	P	Mn	Fe	Co	Cu	Zn
检出限	0.001	0.006	0.018	0.009	0.0002	0.003	0.003	0.001	0.001
测定值	N.D	N.D	0.031	N.D	N.D	0.437	3.221	0.125	0.037
加标量	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	5	0.5	0.5
加标结果	0.484	0.515	0.524	0.469	0.505	0.895	7.824	0.612	0.533
回收率(%)	96.8	103	98.6	93.8	101	91.6	92.05	97.46	99.23

## 结论

使用电感耦合等离子体发射光谱通过选择合适的分析波长结合标准加入法测定了高纯镍中九种杂质元素的含量, 实验结果表明, 该方法可以有效消除镍基体及镍的谱线干扰, Mg、Al、Si、P、Mn、Fe、Co、Cu、Zn 检出限分别为 0.001 mg/L、0.006 mg/L、0.018 mg/L、0.009 mg/L、0.0002 mg/L、0.003 mg/L、0.003 mg/L、0.001 mg/L、0.001 mg/L, 加标回收率在 91% ~ 103% 之间, 测定简便、快速, 定量准确, 可以满足日常快速定量分析的要求。