

直读光谱分析纯锌中的微量元素

PDA-017

摘要：岛津 PDA-8000 型直读光谱仪所独有的定电流放电功能，在分析金属材料中的微量元素时，可以实现极高的稳定性，本文利用岛津 PDA-8000 型光谱仪建立了纯锌的分析方法，并评价了该方法的精密密度。

关键词：PDA 直读光谱 OES 纯锌 锌锭

锌是一种重要的金属材料，有较好的机械性能和耐腐蚀性能。加工成板材、箔材、线材形式用于印刷、机械、化工、电池、仪表等工业部门，也可以作为合金元素来配制合金，如生产黄铜，因其具有优良的抗大气腐蚀性能，所以也常用于钢材和钢结构件的表面镀层，如标准件的生产，还被大量应用于生产白铁皮。

工业纯锌是指纯度为 98.5% 以上的锌，常含有铅、镉、铁、铜、锡、铝等杂质。一般分为 5 个牌号：Zn99.995、Zn99.99、Zn99.95、Zn99.5 和 Zn98.5。其中最高等级的纯锌，杂质元素含量总和要小于 50 个

ppm，单个元素的上限在 10~30ppm 之间。生产企业为了保证产品质量稳定，杂质元素的含量上限一般控制在 5 个 ppm 以下，这就给我们的分析检测提出了更高的要求。

岛津 PDA-8000 型直读光谱仪，独有的定电流放电功能，通过控制每一脉冲放电电流的输出，可以在分析微量元素时，实现极高的稳定性和灵敏度。

本文选用准源科技生产的 GSB 04-2708-2011 纯锌标样，建立了工作曲线，并验证了该方法的短期精度。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 PDA-8000 直读光谱仪
日本 STC TS2D 型自动铣床

1.2 分析条件

氩气纯度： $\geq 99.999\%$
分析流量：8 L/min
内标元素：Zn 334.5 nm
激发能量：0.1 J
定电流控制时间：1 ms
预燃时间：1500 脉冲
积分时间：1200 脉冲

1.3 样品制备

因为锌锭质地较软，一般要用车床和铣床加工，不能使用磨样设备，防止制样时磨料嵌入样品表面，造成二次污染。本文采用日本 STC TS2D 型自动铣床加工样品。



结果讨论

2.1 标准样品

本方法选用沈阳准源科技公司生产的含铝纯锌标样，标样编号 GSB 04-2708-2011，各元素含量范围宽、梯度好，能满足纯锌的分析检测要求，标样的化学成分见表 1。

表 1 纯锌标样化学成分 (%)

编号	Pb	Cd	Fe	Cu	Sn	Al
1#	0.00045	0.00044	0.00053	0.00012	0.00040	0.00036
2#	0.0013	0.00083	0.0011	0.00048	0.00058	0.00057
3#	0.0027	0.0019	0.0025	0.0011	0.0012	0.00090
4#	0.0080	0.0041	0.0051	0.0023	0.0019	0.0025
5#	0.015	0.013	0.015	0.0040	0.0033	0.0070

2.2 工作曲线

用选定标样按本方法条件建立工作曲线，曲线线性良好，主要元素工作曲线见下图：

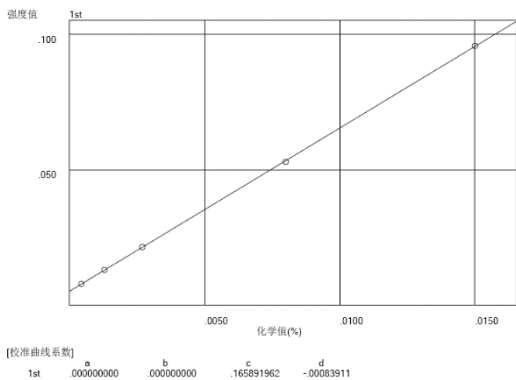


图 1 Pb 元素工作曲线 (405.7 nm)

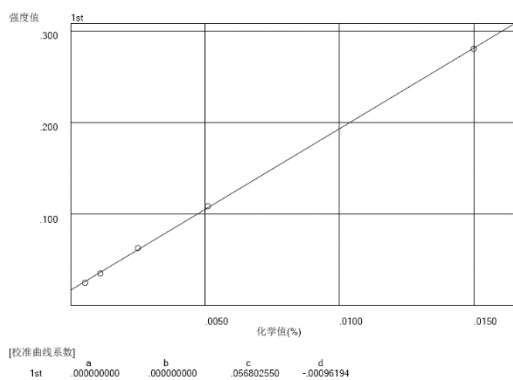


图 2 Fe 元素工作曲线 (371.9 nm)

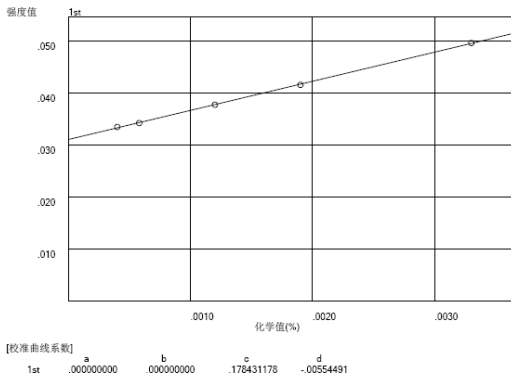


图 3 Sn 元素工作曲线 (317.5 nm)

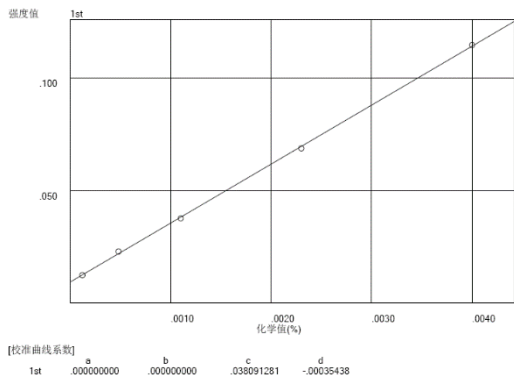


图 4 Cu 元素工作曲线 (324.7 nm)

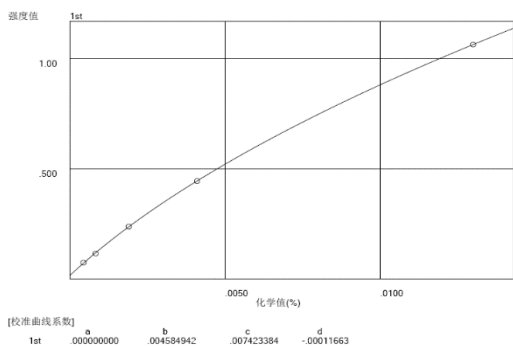


图 5 Cd 元素工作曲线 (228.8×2 nm)

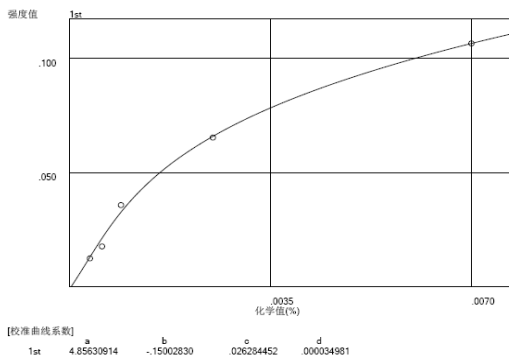


图 6 Al 元素工作曲线 (396.1 nm)

2.3 测试数据

选用 2708-1 标样作为验证样，连续测试 10 次，统计标准偏差和相对标准偏差，见下表：

表 2 标样 2708-1 短期精度统计 (%)

元素	Pb	Cd	Fe	Cu	Sn	Al
N=1	0.00046	0.00044	0.00043	0.00010	0.00035	0.00036
N=2	0.00047	0.00044	0.00045	0.00012	0.00042	0.00034
N=3	0.00048	0.00045	0.00042	0.00011	0.00045	0.00035
N=4	0.00048	0.00045	0.00044	0.00014	0.00047	0.00034
N=5	0.00047	0.00045	0.00041	0.00010	0.00042	0.00034
N=6	0.00046	0.00045	0.00041	0.00011	0.00039	0.00034
N=7	0.00050	0.00045	0.00041	0.00012	0.00042	0.00035
N=8	0.00048	0.00044	0.00043	0.00011	0.00039	0.00034
N=9	0.00047	0.00044	0.00041	0.00011	0.00040	0.00034
N=10	0.00048	0.00045	0.00042	0.00014	0.00039	0.00034
AVE	0.00048	0.00045	0.00042	0.00012	0.00041	0.00034
R	0.00004	0.00001	0.00004	0.00004	0.00012	0.00002
SD	0.00001	0.00001	0.00001	0.00001	0.00003	0.00001
RSD	2.48	1.16	3.35	12.33	8.29	2.03

结论

使用岛津 PDA-8000 直读光谱仪，用 GSB04-2708-2011 纯锌标样建立工作曲线，工作曲线线性良好，方法精密度高，可以为纯锌样品的分析，提供有效、可靠的检测手段。