



ICP-AES法测定高纯铜中多种杂质元素

No.ICP-001

摘要：用电感耦合等离子发射光谱法（ICP-AES）同时测定了高纯铜中的多种杂质元素P, Mn, Fe, Ni, Zn, As, Se, Ag, Cd, Sn, Sb。优化仪器的工作条件，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、可满足工业分析要求。检出限为0.000004–0.0001%，回收率在85.9–105%范围内。

高纯铜材料在工业上应用广泛，其质量和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。

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%）、线性范围宽（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元素分析的简便、可靠的方法。本文采用这种方法对高纯铜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 高纯铜 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，采用轴向观测方式，提升量2.2ml/min，积分时间为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），基体使用高纯铜（99.9999%）。

表1工作曲线用标准系列（ $\mu\text{g/ml}$ ）

	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
分析元素	0	0.05	0.1	0.5	1.0

分析元素：P, Mn, Fe, Ni, Zn, As, Se, Ag, Cd, Sn, Sb。

4. 样品的前处理

称0.5g高纯铜样品加1:1HNO₃加热消解，定容于50ml容量瓶中，用于测定。

分析结果

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。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。为提高灵敏度对多数低含量分析元素采用扣背景方式进行测定。

表2 元素的分析谱线

元素	波长(nm)	元素	波长(nm)
P	178.287	Se	196.028
Mn	257.610	Ag	328.068
Fe	259.940	Cd	228.802
Ni	231.604	Sn	189.989
Zn	206.191	Sb	206.838
As	193.696		

对实际高纯铜样品进行测定，分析结果如表3所示。表3中含量为杂质元素在固体高纯铜中的含有量。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。通过在高纯铜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3）。

表3 分析结果

元素	含量 (%)	检出限 (%)	回收率 (%)
P	0.0004	0.00006	102
Mn	0.0001	0.000004	101
Fe	0.001	0.0001	105
Ni	0.005	0.00003	99.6
Zn	0.002	0.00002	102
As	0.005	0.0001	94.9
Se	0.0004	0.0001	85.9
Ag	0.001	0.0001	95.5
Cd	0.0002	0.00001	94.7
Sn	0.001	0.0001	96.8
Sb	0.004	0.0001	97.1

■ 结论

从上述分析结果可以看出本方法有较低的检出限，添加回收率在85.9–105%之间，可以满足生产过程中原料与产品质量控制的要求，是高纯铜样品中多种杂质元素分析的一种简便可行的方法。