

ICP-AES 测定高纯铜中多种杂质元素

ICP-033

摘要：采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 测定纯铜中的多元素含量。优化仪器的工作条件，以基体匹配法配制工作曲线，有效地消除基体干扰。所测元素线性关系及重复性良好，定量准确，该方法检出限在 0.001 ~ 0.18 mg/L，回收率在 94.19% ~ 108.89% 之间，线性相关系数大于 0.99982，RSD 在 0.17% ~ 7.69%。该方法具有快速简便，可满足纯铜中多元素杂质含量的工业分析要求。

关键词：ICPE-9000 高纯铜 杂质元素

随着电子工业的快速发展，高纯铜材料在电子工业上的应用越来越广泛，其质量和性能与化学成分密切相关。因此，准确测定高纯铜的各种杂质成分是工业用铜的前提。因此，建立简便、准确的高纯度铜的杂质元素测定方法有一定的实际应用意义。电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-AES) 具有线性范围宽，检测限低，精度高，基体效应小，干扰少，样品溶解后可直接进样，具有同时测定多种元素的优点。ICP-AES 在元素分析

中比常用的原子吸收光谱等具有相当明显的优越性。采用 ICP-AES 法测定高纯铜中主含量及杂质元素，关键在于选择各元素最适当的分析谱线。该法操作简单方便，成本及运转费用低，快速并可同时得到检测波长范围内的全部光谱信息，是高纯铜样品中杂质元素分析的简便、可靠的方法之一。本文采用这种方法对高纯铜样品中 12 种杂质元素进行测定，获得较满意的分析结果。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

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 HNO₃ 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称量 0.5 g 铜粉样品于聚四氟乙烯烧杯中，加入 (1+1) 硝酸加热溶解，待样品全部溶解后，冷却，转移至 50 mL 容量瓶中，去离子水定容至刻度，待测。其中，稀释 10 倍后测定铁元素，稀释 20 倍后测定锌元素。同法制备空白。

结果与讨论

2.1 仪器参数和分析线的选择

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，基体使用高纯铜 (99.999%)。根据表 1 制备 Al、As、Bi、Fe、Mg、Mn、Ni、Pb、Si、Sb、Sn 和 Zn 的混合标准溶液。

表 1 不同元素标准曲线浓度

元素	浓度 (mg/L)				
Al	0	0.05	0.50	1.00	3.00
As	0	0.05	0.50	1.00	3.00
Bi	0	0.05	0.50	1.00	3.00
Fe	0	0.50	1.00	3.00	5.00
Mg	0	0.05	0.50	1.00	3.00
Mn	0	0.05	0.50	1.00	3.00
Ni	0	0.05	0.50	1.00	3.00
Pb	0	0.05	0.50	1.00	3.00
Si	0	0.05	0.50	1.00	3.00
Sb	0	0.05	0.50	1.00	3.00
Sn	0	0.05	0.50	1.00	3.00
Zn	0	0.05	1.00	3.00	10.00

仪器稳定后，按表 2 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 2 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	冷却气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向	同心	标准	旋流	1.2	14	0.7	27.12	1.2

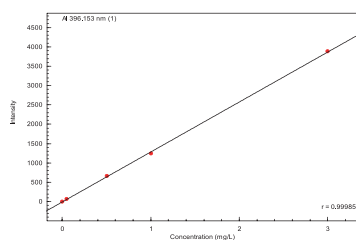
实验采用了基体匹配法，故只考虑光谱干扰和背景的影响，选择干扰少的谱线，且灵敏度能够满足测定要求。根据元素含量的多少，选择轴向观测和纵向观测。见表 3。

表 3 各元素分析线

元素	分析线 (nm)	元素	分析线 (nm)
Al	396.153	Ni	231.604
AS	189.042	Pb	220.353
Bi	179.193	Si	251.611
Fe	228.204	Sb	206.833
Mg	280.270	Sn	189.989
Mn	257.610	Zn	206.200

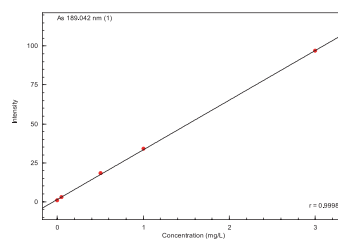
2.2 标准曲线

各元素的标准曲线如下:



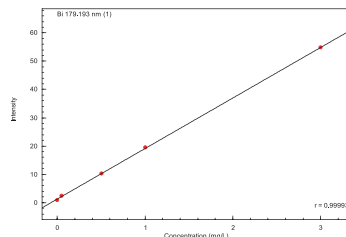
R=0.99994

图 1 铝的标准曲线



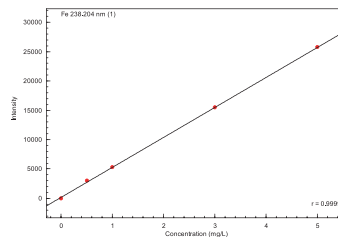
R=0.99989

图 2 砷的标准曲线



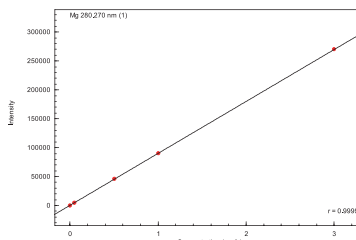
R=0.99993

图 3 铋的标准曲线



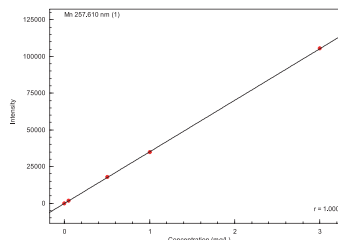
R=0.99991

图 4 铁的标准曲线



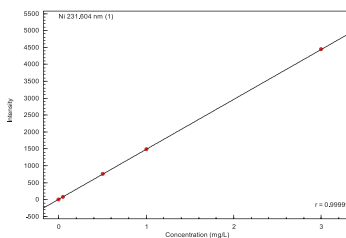
R=0.99999

图 5 镁的标准曲线



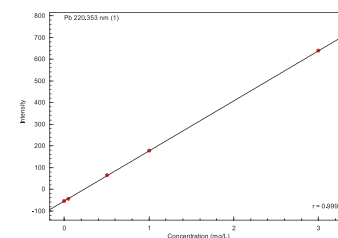
R=1.00000

图 6 锰的标准曲线



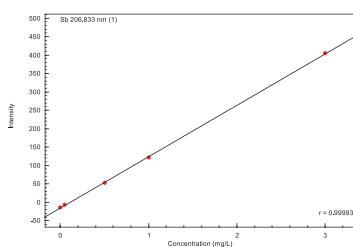
R=0.99999

图 7 镍的标准曲线

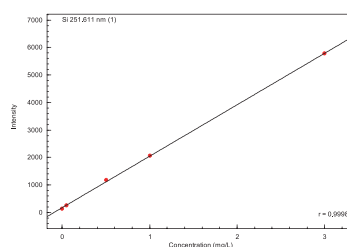


R=0.99999

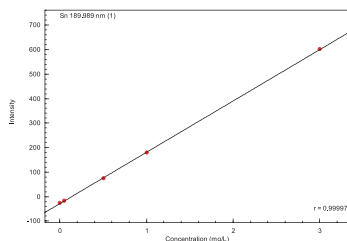
图 8 铅的标准曲线



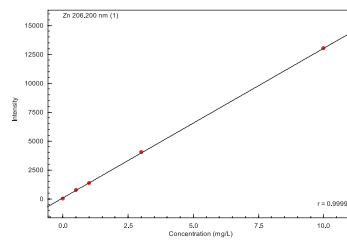
R=0.99993
图 9 锑的标准曲线



R=0.99982
图 10 硅的标准曲线



R=0.99997
图 11 锡的标准曲线



R=0.99994
图 12 锌的标准曲线

2.3 方法的检出限与精密度 (RSD)

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定, 取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限, 其结果见表 4。

表 4 检出限及精密度 (mg/L)

元素名称	Al	As	Bi	Fe	Mg	Mn
检出限	0.003	0.11	0.32	0.006	0.003	0.001
元素名称	Ni	Pb	Sb	Si	Sn	Zn
检出限	0.01	0.02	0.13	0.04	0.18	0.05

2.4 测定结果及回收率

按实验方法对送检样品进行分析, 分析结果见表 5, 并进行了加标回收率实验, 其结果见表 6。

表 5 高纯铜样品分析结果

元素	测定值 (%)	RSD (%)
Al	0.0020	0.72
As	0.0004	4.86
Bi	0.0003	7.96
Fe	0.0800	0.99
Mg	0.0059	0.89
Mn	0.0002	0.17
Ni	0.0003	2.46
Pb	0.0008	4.26
Sb	0.0003	5.19
Si	0.0045	5.82
Sn	0.0055	0.75
Zn	0.77	1.80

表 6 高纯铜样品回收试验结果 (mg/L)

元素名称	Al	As	Bi	Fe	Mg	Mn
添加前	0.208	0.036	0.028	0.80	0.199	0.019
添加量	0.40	0.10	0.10	1.00	0.40	0.10
添加后	0.622	0.137	0.142	1.96	0.597	0.113
回收率 (%)	102.30	98.25	107.69	108.89	99.67	94.96

元素名称	Ni	Pb	Sb	Si	Sn	Zn
添加前	0.035	0.072	0.030	0.473	0.55	3.95
添加量	0.10	0.20	0.10	1.00	1.00	3.00
添加后	0.127	0.257	0.124	1.50	1.48	7.19
回收率 (%)	97.69	94.19	95.46	102.97	95.48	106.11

结论

采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICP-E-9000 测定纯铜中的多元素含量, 所测元素线性关系及重复性良好, 定量准确, 回收率在 94.19% ~ 108.89% 之间, 线性相关系数大于 0.99982, RSD 在 0.17% ~ 7.69%。该方法具有快速简便, 可满足纯铜中多元素杂质含量的工业分析要求。