

ICP-AES 测定高纯锡中的 10 种杂质元素

ICP-082

摘要：采用电感耦合等离子体发射光谱法测定高纯金属锡锭中的 10 种杂质元素，通过用王水对样品进行溶解完全后再加入一定量的氢溴酸继续加热将消解液蒸干排锡。实验结果表明，该方法可以有效去除锡基体的干扰，10 种元素的线性相关系数均大于 0.999，Ag、Al、Cd、Cu、Fe、In、Ni、Pb、S、Zn、检出限分别为 0.52 μg/L、1.73 μg/L、0.33 μg/L、0.91 μg/L、0.92 μg/L、7.05 μg/L、0.81 μg/L、3.66 μg/L、7.5 μg/L、0.14 μg/L。加标回收率在 86 %~110 % 之间，结果良好，可以满足高纯锡中上述元素的测定要求。

关键词：高纯锡 杂质元素

高纯锡中杂质元素的含量会直接影响锡锭的质量与性能，是决定其品号的重要依据。由于锡锭中杂质含量很低，国家标准方法大多采用化学分析法，这些化学处理过程极为复杂，中间反应是否完全、干扰是否能够完全排除等因素对分析结果影响较大。本文采用 ICP-AES

法测定高纯金属锡中痕量杂质元素，通过合适的前处理方式将锡挥发掉，从而排除了锡基体的干扰。方法操作方便、灵敏度高，选择性强，可以满足高纯金属锡中痕量金属元素的测定要求。

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。

1.3 样品的前处理

称约 1 g (精确至 0.0001 g) 样品于 100 mL 烧杯中，加入 3 mL 盐酸，1 mL 硝酸盖上表面皿于电加热板上

低温加热至样品溶解后把表面皿移走，继续加热至消解液蒸干，冷却后加入 5 mL 氢溴酸，继续在电热板上低温加热于消解液蒸干，加入一定量纯水，1 mL 硝酸电热板上加热溶解残渣，再转移至 25 mL 容量瓶中，纯水定容至刻度。同时做样品空白。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表 1 仪器工作条件

观测方向	灵敏度	炬管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向	高	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

结果讨论

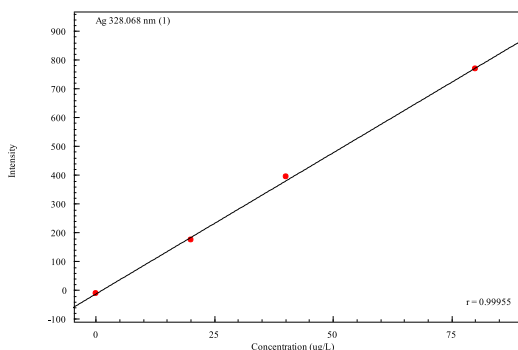
2.1 标准曲线

使用 1 % (体积比) 硝酸溶液配制 Ag、Al、Cd、Cu、Fe、In、Ni、Pb、S 和 Zn 元素的不同浓度的标准溶液于 100 mL 容量瓶中，如表 2。

表 2 各元素标准曲线浓度及测定波长

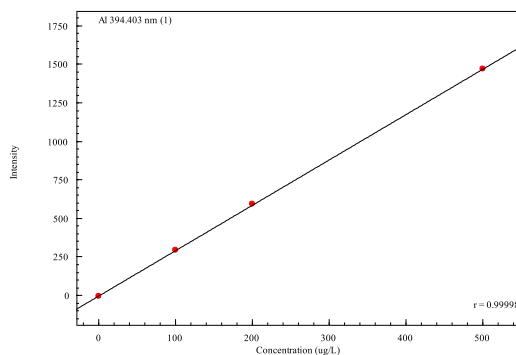
测定元素	波长 (nm)	标准曲线浓度 (μg/L)			
		STD1	STD2	STD3	STD4
Ag	328.068	0	20.0	40.0	80.0
Al	394.403	0	100	200	500
Cd	214.438	0	2.00	5.00	10.0
Cu	213.598	0	200	500	1000
Fe	239.562	0	200	500	1000
In	325.609	0	100	200	500
Ni	221.647	0	10.0	20.0	50.0
Pb	220.353	0	20.0	50.0	100
S	180.731	0	400	1000	2000
Zn	202.548	0	100	200	500

2.2 元素的标准曲线



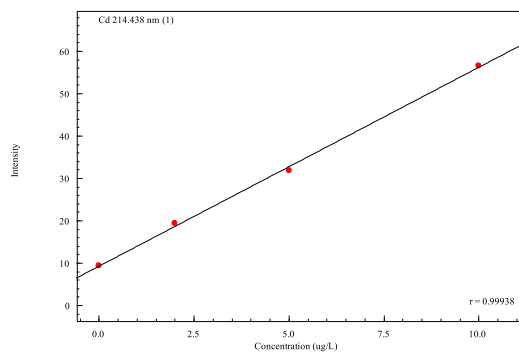
计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.1020580 权重: 无
 b = 0.0000000 d = 1.018012 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.3830700 定量下限(10σ) = 1.276900

图 1 Ag 元素标准曲线



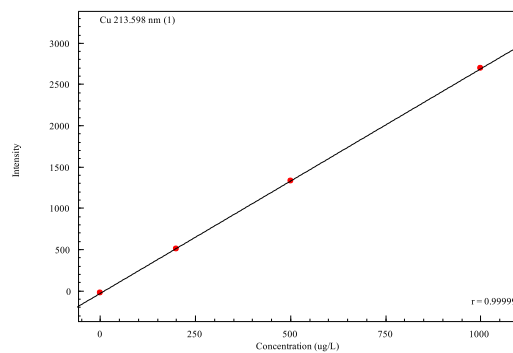
计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.3397569 权重: 无
 b = 0.0000000 d = 0.0710436 零截距: 无
 检出限(3σ) = 3.123260 定量下限(10σ) = 10.41087

图 2 Al 元素标准曲线



计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.2131317 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -2.009356 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.2021500 定量下限(10σ) = 0.6738334

图 3 Cd 元素标准曲线



计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.3679774 权重: 无
 b = 0.0000000 d = 8.381962 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.2002834 定量下限(10σ) = 0.6676113

图 4 Cu 元素标准曲线

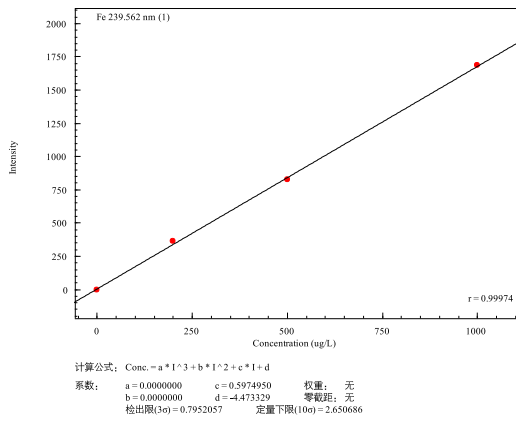


图 5 Fe 元素标准曲线

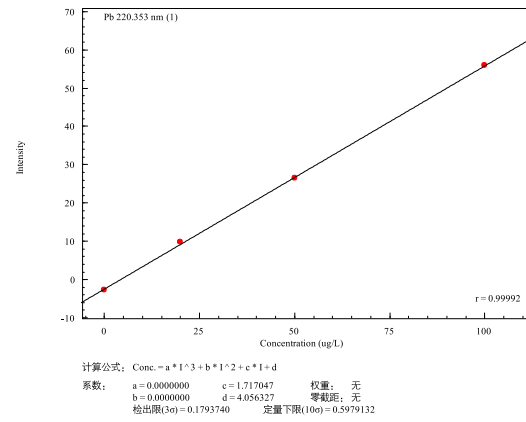


图 6 Pb 元素标准曲线

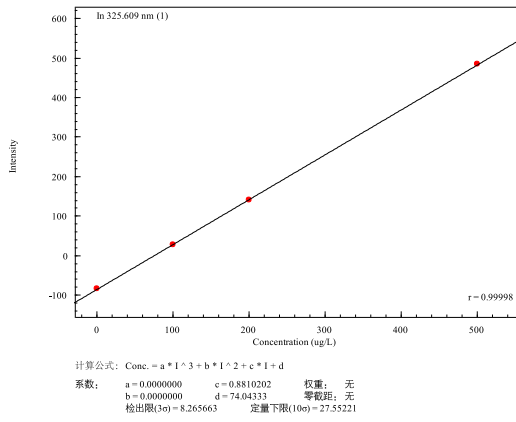


图 7 In 元素标准曲线

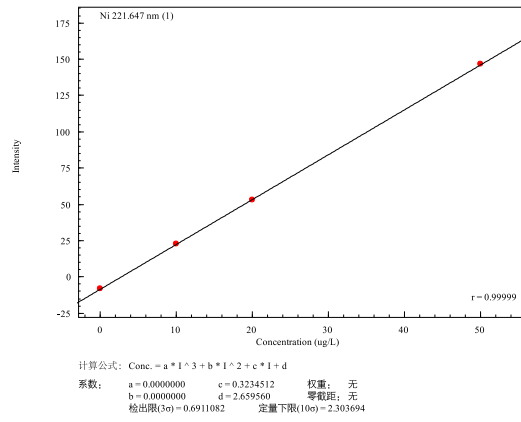


图 8 Ni 元素标准曲线

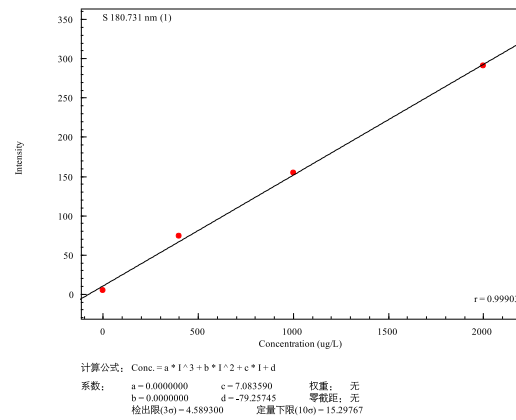


图 9 S 元素标准曲线

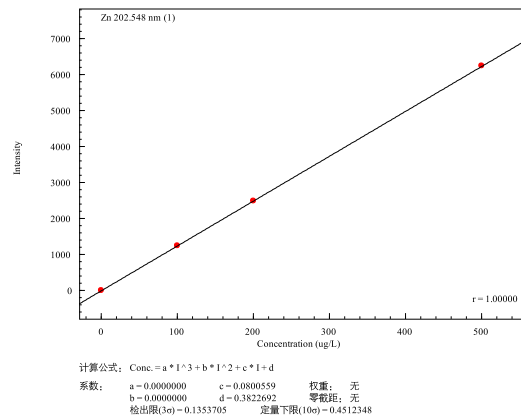
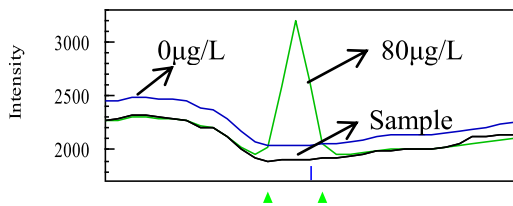


图10 Zn 元素标准曲线

2.3 元素的谱峰轮廓

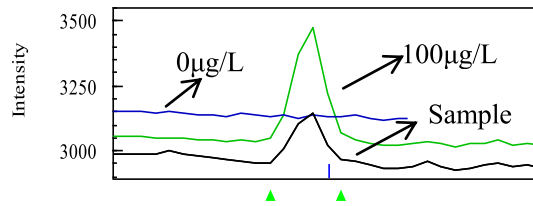
Ag 328.068 Best

条件1



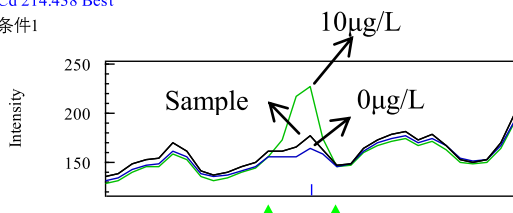
Al 394.403 Best

条件1



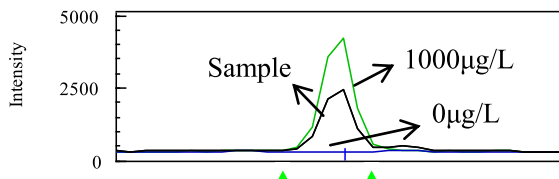
Cd 214.438 Best

条件1



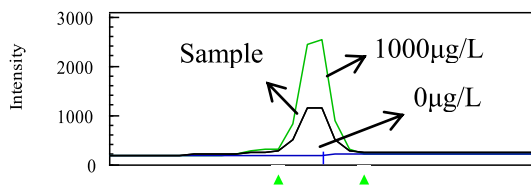
Cu 213.598 Best

条件1



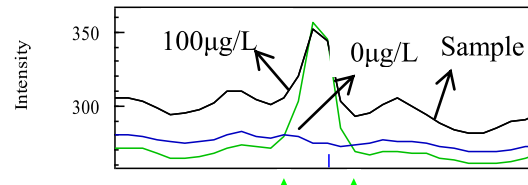
Fe 239.562 Best

条件1



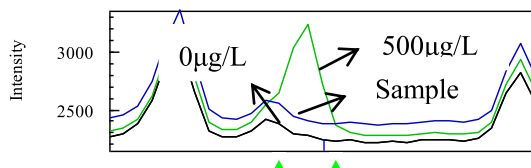
Pb 220.353 Best

条件1



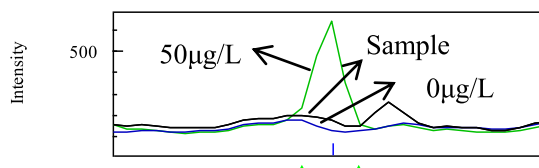
In 325.609 Best

条件1



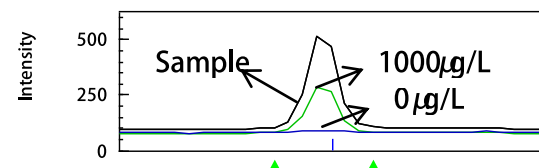
Ni 221.647 Best

条件1



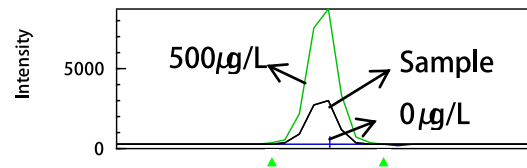
S 180.731 Best

条件1



Zn 202.548 Best

条件1



2.4 仪器检出限和加标回收率实验

使用 ICP-AES 法直接测定高纯锡 (99.995%) 中的 10 种杂质元素, 同时对样品空白的分析元素进行 10 次测定, 各元素检出限及加标回收率结果见表 3 所示。

表3 各元素检出限及加标回收率结果

元素	波长 (nm)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	加标后结果 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
Ag	328.068	0.52	N.D	40	39.7	99.3
Al	394.403	1.73	43.2	100	149	105.8
Cd	214.438	0.33	1.47	2	3.34	93.5
Cu	213.598	0.91	544	200	724	90.0
Fe	239.562	0.92	216	200	410	97.0
Pb	220.353	3.66	64.7	20	83.3	93.0
In	325.609	7.05	27.8	100	128	100.2
Ni	221.647	0.81	2.30	10	12.3	100.0
S	180.731	7.5	2110	200	2330	110.0
Zn	202.548	0.14	166	100	252	86.0

表4 样品中各元素含量测定结果

样品名	称样量(g)	元素	空白值($\mu\text{g/L}$)	测定结果($\mu\text{g/L}$)	样品含量(%)
高纯锡	1.0384	Ag	0	0	0.00000
		Al	18.2	43.2	0.00006
		Cd	0.33	1.47	0.00000
		Cu	13.1	544	0.00128
		Fe	78.5	216	0.00033
		Pb	7.63	64.7	0.00014
		In	18.9	27.8	0.00002
		Ni	0	2.30	0.00001
		S	699	2110	0.00340
		Zn	24.4	166	0.00034

结论

采用电感耦合等离子体发射光谱法测定高纯金属锡锭中的 10 种杂质元素, 通过用王水对样品进行溶解完全后再加入一定量的氢溴酸继续加热将消解液蒸干排锡。实验结果表明, 该方法可以有效去除锡基体的干扰, 10 种元素的线性相关系数均大于 0.999, Ag、Al、Cd、Cu、Fe、In、Ni、Pb、S、Zn、检出限分别为 0.52 $\mu\text{g/L}$ 、1.73 $\mu\text{g/L}$ 、0.33 $\mu\text{g/L}$ 、0.91 $\mu\text{g/L}$ 、0.92 $\mu\text{g/L}$ 、7.05 $\mu\text{g/L}$ 、In、Ni、Pb、S、Zn、检出限分别为 0.52 $\mu\text{g/L}$ 、1.73 $\mu\text{g/L}$ 、0.33 $\mu\text{g/L}$ 、0.91 $\mu\text{g/L}$ 、0.92 $\mu\text{g/L}$ 、7.05 $\mu\text{g/L}$ 、0.81 $\mu\text{g/L}$ 、3.66 $\mu\text{g/L}$ 、7.5 $\mu\text{g/L}$ 、0.14 $\mu\text{g/L}$ 。加标回收率在 86%~110% 之间, 结果良好, 可以满足高纯锡中上述元素的测定要求。