

## 铅锡焊料中杂质元素的 ICP - AES 测定

洪颖 王春梅

(中国电子科技集团公司第四十六研究所 天津市 55 号信箱 300192)

**摘要** 本文研究用 ICP - AES 法同时测定铅锡焊料中 Cu、Fe、Bi 3 种杂质元素时,溶液的酸度、基体元素对分析元素测定的光谱干扰问题。采用最优化的条件准确测定杂质元素的含量。

**关键词** ICP - AES 法 铅锡焊料 杂质元素

### 前言

铅锡焊料品种繁多,是一种重要的焊接材料。其杂质元素的测定多采用原子吸收光谱法和一般的化学分析方法,这些方法都是单元素测定,且分析时间长。而 ICP - AES 具有多元素同时分析,线性范围宽(一般为 6 个数量级),光谱干扰小的特点。为此采用 ICP - AES 对铅锡焊料中杂质元素的分析测定进行研究。

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器与试剂

3580 型原子发射光谱仪(美国 ARL 公司),HCl、HNO<sub>3</sub> 和 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 均为高纯级;去离子水经阴阳离子交换树脂两次处理。

#### 1.2 标准溶液

将浓度为 1000 $\mu$ g/mL 的标准储备液稀释成浓度为 10 $\mu$ g/mL 的标准溶液(可以根据元素灵敏度不同和仪器的不同而改变)。Cu、Fe、Cd、Au、As、Al、Bi 7 个元素配制在一起,P 单独配制,标准溶液均含盐酸 10%。Ag 标准溶液单独配制,浓度为 10 $\mu$ g/mL,含硝酸为 10%。所有标准溶液中均不需加入基体,且带一个标准空白。

#### 1.3 样品的制备

**1.3.1 一般样品** 称取铅锡焊料样品 0.25g 于 100mL 烧杯中,加入 10mL 混合酸( $V_{\text{HCl}} + V_{\text{HNO}_3} + V_{\text{H}_2\text{O}} = 3 + 2 + 5$ ),低温电炉上加热溶解。冷却后转移至 50mL 容量瓶中,定容,摇匀。如果在测定中信号超标,可以将样品溶液稀释 10 倍,并加入一定量的盐酸,以使溶液中含盐酸 10%。同时做样品空白。

对于银含量小于 0.01% 的样品,按照上述方法制样。对于银含量大于 0.01% 的样品,则按照 1.3.2 的方法制备样品。

**1.3.2 银含量介于 0.01% ~ 5% 的样品**(1)用于测定银的溶液制备:a. 对于银含量在 0.01% ~ 0.5% 之间的样品:称取约 0.1g 样品于 100mL 烧杯中,加入 15mL 盐酸,低温加热,慢慢滴加过氧化氢,至样品溶解,冷却后转移至 50mL 容量瓶中,定容,摇匀。同时做样品空白。b. 对于银含量介于 0.5% ~ 5% 之间的样品:称取约 0.1g 样品于 100mL 烧杯中,加入 20mL 盐酸,低温加热,慢慢滴加过氧化氢,至样品溶解,冷却后转移至 50mL 容量瓶中,定容,摇匀。在 50mL 容量瓶中加入 15mL 盐酸,取 5mL 样品溶液,用水定容。同时做样品空白。(2)用于其它杂质元素测定的样品溶液制备:称取样品约 0.25g 于 100mL 烧杯中,加入 20mL 盐酸,低温加热,慢慢滴加过氧化氢至样品溶解,冷却,转移至 50mL,定容,摇匀。同时做样品空白。

#### 1.4 工作参数

工作参数如下:观测高度:15mm;载气流速:1L/min;样品提升量:1.72mL/min;冷却气流速:12L/min;正向功率:1.1kW;等离子气流速:0.8L/min;反向功率<5W;积分时间:10s。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 酸度对分析元素谱线强度的影响

固定元素浓度为 1.0 $\mu$ g/mL,改变盐酸和硝酸的浓度,测定元素的信号强度(见表 1,2)。从表 1,2 可以看出,盐酸和硝酸对分析元素信号均有一定的抑制效应,但在酸浓度相差不大时,信号相差不大。所以在分析时,要尽可能保持盐酸和硝酸的浓度一致。

表 1 盐酸酸度对分析元素谱线强度的影响

盐酸酸度(/%)	0	2	5	10	15	20	30
Cu	14.47	14.24	13.81	13.65	13.69	13.31	13.02
Fe	8.55	8.39	8.22	8.12	8.01	7.91	7.79
Bi	3.22	3.18	3.14	3.08	3.04	2.99	2.94

表2 硝酸酸度对分析元素谱线强度的影响

硝酸酸度/%	0	5	10	15
Cu	14.47	13.76	13.05	12.41
Fe	8.55	8.07	7.82	7.31
Bi	3.22	3.10	2.96	2.80

2.2 基体对分析元素的影响

2.2.1 铅对分析元素的背景干扰和谱线干扰研究

用 5000 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的铅在分析元素通道上进行扫描。扫描发现:5000 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的铅对 Cd、Cu、P、Ag、Al、Au 不产生背景干扰和谱线重叠干扰,但对 As、Bi、Fe 有一定的背景干扰,尤其以对 As 的干扰较为严重。实验发现,每 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的铅对 As 的背景干扰因子为 0.0217。

2.2.2 锡对分析元素的背景干扰和谱线干扰研究

用 5000 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的锡在分析元素通道上进行扫描。扫描发现,5000 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的锡在所有通道上均不产生谱线干扰,除了在 Al 通道上产生较弱的背景干扰外,对其它元素不产生背景干扰。

综上所述,在测定时,对 Al、As、Bi、Fe 要扣除背景,可以采用背景扣除软件。

2.2.3 铅锡对元素信号强度的影响 在保持 Cu、Fe、Bi 浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$  不变的情况下,改变铅锡的总浓度(锡与铅的重量比按照 63:37 配制),测定元素的强度(见表 3)。从表 3 可以看出,铅锡对 Cu、Fe、Bi 元素的信号强度有一定的影响,但影响不大。

表3 铅锡对元素信号的影响

铅锡浓度/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	0	1000	2000	3000	5000	7000
Cu	13.65	13.73	13.58	13.55	13.47	13.44
Fe	8.12	8.13	8.04	8.03	8.01	7.97
Bi	3.08	3.04	2.99	2.98	3.00	2.95

2.3 共存元素的干扰

ICP-AES 光谱的最大特点是光谱干扰小。在铅锡焊料中的杂质含量很低,因此相互之间的干扰可以忽略不计。

2.4 方法的回收率

检查本方法的回收率,做标准加入回收实验。

ICP-AES 中的标准加入量一般为 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,由于试样溶液体积为 50mL,所以加入量为 50.0 $\mu\text{g}$ 。从回收结果令人满意(见表 4)。

表4 标准加入回收率

元素	试样 测得量	标准 加入量	测得量	回收量	回收/%
Bi	27.2	50.0	73.2	46.0	92.0
Cd	0	50.0	48.0	48.0	96.0
Al	0	50.0	51.5	51.5	103.0
Cu	345.2	50.0	394.5	49.3	98.6
Au	0	50.0	48.0	48.0	96.0

2.5 标准样的分析结果和方法的精密度

为考察方法的精密度,我们对同一个样品做 11 个平行样进行分析,从分析结果及标准偏差(见表 5)可以看出,方法的精密度良好。

表5 YT8804 标准样品的分析结果(%)

元素	测得平均值	标准值	标准偏差	相对标准偏差
Bi	0.0104	0.0110	0.00023	2.2
As	0.0020	0.0023	0.000105	5.2
Cu	0.137	0.139	0.00094	0.69
Fe	0.0015	0.0015	0.000067	4.5
P	0.0046	0.0046	0.00023	5.0
Ag	0.0039	0.0040	0.00015	3.8

3 结论

用 ICP-AES 法可以同时测定铅锡焊料中的 9 种杂质元素,且需要样品量少、线性范围宽、精密度和准确度高、分析速度快等特点,是目前金属类样品中常量和微量元素分析的一个比较理想和适用的分析方法。

参考文献

- 1 铁国贤等. 电感耦合等离子体发射光谱图册,中国光学学会,1986,467~469,365
- 2 田晓娅等. ICP-AES 法多元素同时测定土壤、岩石和水系沉积物中基体元素干扰和校正方法的研究,光谱实验室,1995,12(3):22~27

Determination of trace impurities in tin-lead solders by ICP-AES

Hong Ying Wang Chunmei

(The 46<sup>th</sup> Institute of Electronic Group Company, P. O. Box55, Tianjin300192)

**Abstract** In this article, it was reported that ICP-AES was used to determinate 3 trace impurities in tin-lead solders. Experiments conditions were studied. The recoveries showed good accuracy.

**Key words** ICP-AES Tin-lead solders Trace impurities