

文章编号: 0254-5357(2010)02-0185-02

电感耦合等离子体发射光谱法测定铅锑合金中锑砷铋锡锌铁

李景文

(河南省有色金属地质勘查总院, 河南 郑州 450052)

摘要: 探讨了用电感耦合等离子体发射光谱法对铅锑合金中锑、砷、铋、锡、锌和铁元素分析的基本条件, 确定了合适的谱线和背景校正方法, 基本解决了基体干扰和待测元素之间的干扰。建立的方法用于铅锑合金成分的分析, 方法检出限为锑 0.02 mg/g、砷 0.03 mg/g、铋 0.03 mg/g、锡 0.02 mg/g、锌 0.002 mg/g、铁 0.002 mg/g, 相对标准偏差 (RSD, $n=12$) $<2\%$, 加标回收率为 95.5% ~ 105.0%。方法快速简捷, 准确度高。

关键词: 电感耦合等离子体发射光谱法; 铅锑合金; 锑; 砷; 铋; 锡; 锌; 铁

中图分类号: O657.31; TF125.2 **文献标识码:** B

Determination of Sb, As, Bi, Sn, Zn and Fe in Lead-Antimony Alloy by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry

LI Jing-wen

(General Institute for Nonferrous Metals and Geological Exploration of Henan Province, Zhengzhou 450052, China)

Abstract: A method for the determination of Sb, As, Bi, Sn, Zn and Fe in lead-antimony alloy by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry was established. The determination condition was tested and optimized. Interference from matrix effect and from interelement was studied. Spectral interference and background correction methods were also proposed. The detection limits of the method were 0.002 ~ 0.03 mg/g for these elements and the recovery was 95.5% ~ 105.0% with the precision of $<2\%$ RSD ($n=12$). The method has been applied to the determination of these elements in lead-antimony alloy with satisfactory results.

Key words: inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry; lead-antimony alloy; Sb; As; Bi; Sn; Zn; Fe

铅锑合金是一种低熔点合金, 广泛应用于航天、电子、通信、家电、化工、汽车等行业, 其主量元素及杂质元素的含量直接影响合金的性能和质量, 是确定其品号的直接依据^[1], 因此准确测定铅锑合金成分有十分重要的意义。现行的铅锑合金分析方法有国标 GB/T 4103—2002^[2] 中的化学法、原子吸收光谱法或传统的光电直读发射光谱法, 且为单一元素分析, 分析步骤十分繁琐, 难以满足快速检验的要求。与传统分析方法相比, 用电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-AES)^[3] 同时测定铅锑合金中的锑、砷、铋、锡、锌和铁元素, 方法简便、快速, 且具有比化学法更低的检出限。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

ICAP6300 Radial 全谱直读等离子体发射光谱仪 (美国 Thermo Fisher 公司), 其工作条件为: RF 功率 1150 W, 辅助气 (氩气) 流量 1.0 L/min, 雾化气压力 0.20 MPa, 观测方式为垂直观测, 观测高度 12 mm, 蠕动泵转速 50 r/min。

1.2 标准溶液和主要试剂

锑、砷、铋、锡、锌和铁标准溶液 ($\rho_B = 1.00$ mg/mL, 国家标准物质研究中心研制)。

HNO₃ (优级纯), H₂SO₄ (优级纯)。

1.3 样品前处理

称取已制成细小颗粒 (直径约 1 mm) 的铅锑合金样品 0.1 ~ 0.2 g (精确至 0.0001 g), 置于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 7 mol/L HNO₃, 盖上表面皿, 低温加热至样品完全溶解, 加入 2 mL 9 mol/L H₂SO₄ 使铅以硫酸铅形式沉淀^[4], 取下冷却, 转移至 100 mL 容量瓶并稀释至刻度, 摇匀, 静置, 待溶液澄清后用 ICP-AES 测定, 同时做试剂空白试验 (空白试验不加 H₂SO₄)。

1.4 标准曲线绘制

由 Sb、As、Bi、Sn、Zn、Fe 单元素标准储备溶液逐级稀释, 组合配制为系列混合标准溶液 (见表 1), 介质为 $\varphi = 5\%$ (体积分数, 下同) 的 HNO₃, 同时做空白试验。

收稿日期: 2009-06-21; 修订日期: 2009-08-27

作者简介: 李景文 (1980 -), 男, 湖北麻城市人, 助理工程师, 主要从事 ICP-MS、ICP-AES 应用工作。E-mail: ljw312@163.com。

表1 系列混合标准溶液中各元素浓度

Table 1 The concentrations of elements in the mixed standard solution series

混合标准 序号	$\rho_B/(mg \cdot L^{-1})$					
	Sb	As	Bi	Sn	Zn	Fe
1	5.0	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
2	25.0	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
3	50.0	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00

1.5 分析波长及背景校正

根据各元素谱线灵敏度强弱及谱线间相互干扰等情况,选用的元素分析线及背景校正见表2。

表2 元素分析谱线及背景校正

Table 2 Analytical spectral lines and background correction of elements

元素	波长 λ/nm	级次	背景校正
Sb	231.147	446	左,右
As	189.042	478	右
Bi	223.061	451	左
Sn	189.989	477	左
Zn	213.856	458	左,右
Fe	259.940	130	右,右

2 结果与讨论

2.1 分析谱线的选择及背景校正

各元素的分析谱线原则上是选择灵敏度最高的^[5]。由于Sb 206.833 nm 受 Sn 206.858 nm 及 Bi 206.890 nm 干扰^[6],本实验选择 Sb 231.147 nm 作为分析线;As 189.042 nm 由于左背景较高,选择使用右背景进行校正;Bi 223.061 nm 和 Sn 189.989 nm 右背景较高,选择使用左背景校正。

2.2 干扰的排除

在 ICP-AES 分析中化学干扰很少,光谱干扰主要考虑谱线干扰,物理干扰主要考虑酸度、基体和试剂的干扰^[7]。由于在谱线选择时已考虑了谱线的干扰,基本上可以消除光谱干扰。实验控制酸度在 5%,基本上可以将酸度干扰降低至最小。为了排除铅基体对元素分析的干扰,本实验采用加入 H₂SO₄ 沉淀 Pb 的方法,大大降低了溶液中 Pb 的含量,残留的 Pb 对测定基本没有干扰。本方法在样品中加入了 H₂SO₄,使得样品溶液中含有 H₂SO₄ 介质,但由于加入的 H₂SO₄ 量很少,且基本上都与样品中的 Pb 形成沉淀,故不会对分析造成干扰。

2.3 检出限和精密度

空白溶液测定 12 次,结果的 3 倍标准偏差对应的浓度作为方法检出限(L_D),结果见表3;以编号为 N09050132 的未知样品测定 12 次,得到方法精密度(RSD)小于 2%(见表3)。

表3 方法检出限和精密度

Table 3 Detection limits and precision test of the method

元素	L _D /(mg · g ⁻¹)	RSD/%	元素	L _D /(mg · g ⁻¹)	RSD/%
Sb	0.02	0.54	Sn	0.02	0.85
As	0.03	1.27	Zn	0.002	0.06
Bi	0.03	0.62	Fe	0.002	0.23

2.4 回收率

在铅锡合金中分别加入各元素标准溶液,按实验方法对样品进行前处理,测定回收率(R)。表4 结果表明,加标回收率为 95.5% ~ 105.0%。

表4 方法回收率

Table 4 Recovery test of the method

元素	$\rho_B/(mg \cdot L^{-1})$			回收率 R/%
	试样含量	标准加入量	测得总量	
Sb	18.62	10.0	28.30	96.8
As	0.081	0.20	0.291	105.0
Bi	0.064	0.20	0.260	98.0
Sn	0.042	0.20	0.233	95.5
Zn	0.021	0.20	0.223	101.0
Fe	0.037	0.20	0.234	98.5

3 样品分析

使用本法和分光光度法对样品进行分析,由表5 比对结果可以看出,本法与分光光度法和原子吸收光谱法的测定结果是相吻合的。

表5 样品测定

Table 5 Analytical results of elements in sample

元素	w _B /%		元素	w _B /%	
	本法	分光光度法		本法	分光光度法
Sb	1.862	1.85	Sn	0.0042	0.004
As	0.0081	0.0079	Zn	0.0021	0.002 ^①
Bi	0.0064	0.006	Fe	0.0037	0.004

① 原子吸收光谱法测定结果。

4 结语

用电感耦合等离子体发射光谱法测定铅锡合金中锑、砷、铋、锡、锌和铁元素的含量,结果令人满意。与化学法及原子吸收光谱法相比,建立的方法具有分析速度快、结果准确性高、操作方便快捷等优点。

5 参考文献

- [1] 王久安,吕保英. 进出口商品快速检验方法[M]. 北京:中国对外经济贸易出版社,1993:821-824.
- [2] GB/T 4103—2002, 铅及铅合金化学分析方法[S].
- [3] 李素芝,熊采华,张鸿斌. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铅锡合金中九个杂质元素[J]. 岩矿测试,2000,19(3):205-208.
- [4] 刘崇华,钟志光,卞群洲,卢焯冬,贺柏龄. ICP-AES 法直接测定锡锭中的 As, Al, Bi, Cd, Cu, Fe, Pb, Se, Zn[J]. 光谱实验室,2000,17(1):82-84.
- [5] 宋小年,冯天培. 电感耦合等离子体发射光谱法测定高纯金属锡中痕量杂质元素[J]. 岩矿测试,2006,25(3):282-284.
- [6] 张晓峰. ICP-AES 法测定铜合金中磷、铋、镍、铁、锡、锡、铅[J]. 冶金分析,2003,23(6):49-50.
- [7] 陈新坤. 电感耦合等离子体光谱法原理和应用[M]. 天津:南开大学出版社,1987:3-5.