

ICP-AES 测定铜-锌合金中锌及杂质元素 砷、铅、锑和铋

热孜万古丽^① 张旭龙 秦 婷

(新疆出入境检验检疫局技术中心 乌鲁木齐市南湖北路 116 号 830063)

摘 要 采用 ICP-AES 同时测定铜-锌合金中锌、砷、铅、锑和铋含量,优化了样品溶样条件。方法检出限为 0.0003%—0.0012%,回收率为 86%—112%,RSD 为 0.30%—5.17%,测试结果表明,该方法是测定铜锌合金的简单准确快速的方法。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法;铜锌合金;锌;砷;铅;锑;铋

中图分类号:O657.31

文献标识码:A

文章编号:1004-8138(2011)04-4947-03

1 引言

电解铜、铜-锌合金(又称黄铜)及铜制品是我国大宗进口商品之一,其中铜-锌合金品质要求测定铜、锌、砷、铅、锑、铋 6 个元素,其中铜、锌为主含量,铜含量大于 50%,锌含量在 5%—35%之间,其余为杂质元素,GB/T 5121.1—26-2008 铜及铜合金化学分析方法均为单元素测定,操作步骤复杂烦琐,试剂消耗多,测试速度慢,检测流程长,不能满足大批量检测及快速通关的要求。GB/T 5121.27-2008 铜及铜合金化学分析方法-电感耦合等离子体-原子发射光谱法,共测定 25 个元素,锌的测定范围为 0.00005%—7.00%^[1],不能满足铜锌合金中高含量锌的测定。目前国家标准没有测定铜-锌合金的其他快速方法,本文采用 ICP-AES 测定铜-锌合金中锌及杂质元素砷、铅、锑、铋的方法,一次处理试样,在同一介质、同一条件下实现铜-锌合金中杂质元素的测定,从而提高测试速度,降低试验成本,以满足检验检疫工作的需求,适应外贸对检验检疫快速准确测试的要求。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

IRIS-Advantage 电感耦合等离子体-原子发射光谱仪(美国热电公司)。

仪器条件:射频发生器输出功率为 1150W,雾化器压力为 210kPa,辅助气流量为 $0.5\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$,进样冲洗时间为 40s,积分时间高波扫描 10s,低波扫描 15s,蠕动泵转速为 100r/min,试液提升量为 $1.85\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

硝酸为优级纯;高纯铜(铜含量 $\geq 99.999\%$,沈阳标准样品研究所)配制成 10mg/mL 的溶液。铜锌合金样品(铜含量 $\geq 50\%$,哈萨克斯坦国进口)。实验用水为去离子水。

① 联系人,电话:(0991)4649643;手机:(0)18999965209;E-mail:ciqreziwan@126.com

作者简介:热孜万古丽(1958—),女(维族),新疆喀什市莎车县人,高级工程师,主要从事分析化学工作。

收稿日期:2010-10-09;接受日期:2010-12-01

2.2 实验方法

2.2.1 试样的制备

称取试样 0.2g(精确至 0.0001g)于 50mL 烧杯中,加入硝酸(1+ 1)10mL,盖上表面皿,置于 60℃电热板上加热使样品完全溶解,冷却至室温,转移到 100mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀,待测。

空白溶液:按上述步骤同时做试剂空白。

2.2.2 混合标准系列溶液

锌、砷、铅、锑、铋标准储备溶液(国家标准物质中心):浓度均为 1mg/mL。使用前逐级稀释配制成相应浓度混标,介质及基体浓度和试样溶液相同,混标系列溶液浓度见表 1。

表 1 混合标准系列溶液浓度 (%)					
元素	Zn	As	Pb	Sb	Bi
混标 1	0	0	0	0	0
混标 2	5.00	0.01	0.10	0.01	0.01
混标 3	10.0	0.10	1.00	0.10	0.10
混标 4	20.0	0.50	5.00	0.50	0.50
混标 5	30.0	1.00	10.0	1.00	1.00

2.2.3 测定

按 2.1 节仪器测定条件,将空白溶液及混合标准系列溶液分别引入 ICP-AES 进行测定,绘制校准曲线,然后将试样空白及试样分别引入 ICP-AES,在仪器工作条件下进行测定,仪器处理软件自动计算检测结果。

3 结果与讨论

3.1 分析元素谱线的选择

等离子体发射光谱仪最大特点是光谱线的选择非常灵活,可最大限度地避免谱线干扰,且可以对一个元素选择多条谱线进行实验,本实验中对每个测定元素选取了 2—3 条灵敏度较高的谱线,测定混合标准溶液,综合分析各元素的谱线形状和相互间的干扰及稳定性,选择谱线干扰少、基体影响小、精密度好的分析线,结果见表 2。

表 2 各元素的分析线、相关系数及检出限				
元素	分析线(nm)	级次	相关系数 r	检出限(%)
Zn	206.2	163	0.9990	0.0003
As	189.0	177	0.9976	0.0009
Pb	220.4	152	0.9997	0.0006
Sb	206.8	162	0.9999	0.0006
Bi	190.2	150	0.9992	0.0012

3.2 基体干扰的消除

考虑铜基体浓度影响样品溶液的提升、雾化及背景信号对测定的影响,本法采用基体匹配及仪器的背景扣除功能予以消除干扰,在配制混合标准溶液时,加入与试样溶液浓度相同的铜基体溶液进行基体匹配。

3.3 酸度影响实验

为消除酸度对测定结果的影响,进行了酸度影响实验,实验表明,各待测元素谱线强度随硝酸浓度的增大而减弱,酸度增加到 15% 时,干扰显著,因此使用的酸度应控制在 5%—10%,本法采用

5% 硝酸介质进行测试。

3.4 回收率实验

对两个样品进行加标回收实验, 测定各元素的回收量, 再计算回收率, 测得各元素的回收率在 86%—112% 之间, 从回收率结果看, 能满足检验要求。结果见表 3。

表 3 加标回收率实验 (%, n= 6)

元素	样品 1				样品 2			
	样品量	加标量	测定量	回收率	样品量	加标量	测定量	回收率
Zn	6. 18	5	11. 26	102	11. 79	10	22. 14	104
As	0. 0025	0. 005	0. 0068	86	0. 017	0. 02	0. 036	95
Pb	9. 79	10	19. 85	101	2. 37	2	4. 42	102
Sb	0. 051	0. 05	0. 104	106	0. 135	0. 1	0. 247	112
Bi	0. 038	0. 05	0. 082	88	0. 017	0. 02	0. 035	90

3.5 精密度实验

对 3 个样品进行精密度实验, 测定各元素的相对标准偏差 RSD 在 0. 30%—5. 17% 之间, 能满足检验要求。结果见表 4。

表 4 样品精密度实验结果 (%, n= 6)

元素	样品 1		样品 2		样品 3	
	平均值	RSD	平均值	RSD	平均值	RSD
Zn	6. 18	0. 30	11. 79	0. 51	17. 54	0. 44
As	0. 0025	5. 17	0. 0170	3. 23	0. 0048	4. 90
Pb	9. 79	0. 37	2. 37	0. 39	5. 01	0. 48
Sb	0. 051	4. 21	0. 135	2. 15	0. 029	3. 68
Bi	0. 038	3. 94	0. 017	4. 33	0. 053	3. 78

4 结论

本文采用电感耦合等离子体-原子发射光谱法测定铜-锌合金中锌及杂质元素砷、铅、锑、铋的含量, 准确度和精密度能满足铜-锌合金中杂质元素的检测要求, 该方法简便、快速、结果准确可靠, 适用于铜锌合金的日常检验。

参考文献

[1] 中华人民共和国国家标准. 铜及铜合金化学分析方法[S]. GB/T 5121. 27-2008. 北京: 中国标准出版社, 2008. 1—6.

Determination of Zn, As, Pb, Sb and Bi in Copper-Zinc Alloy by ICP-AES

REZI Wan-Guli ZHANG Xu-Long QIN Ting

(Technical Centre of Xinjiang Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau,Urumqi 830063, P. R. China)

Abstract The content of Zn, As, Pb, Sb and Bi in copper-zinc alloy were simultaneously determined by ICP-AES. The optimum conditions for sample dissolution were performed. The detection limit of the method was 0. 0003%—0. 0012%. The recovery was 86%—112%, and the RSD was 0. 30%—5. 17%. The method is simple, rapid and accurate.

Key words ICP-AES; Copper-Zinc Alloy; Zn; As; Pb; Sb; Bi