

文章编号:1003-783X(2004)02-0145-03

## ICP-AES法测定黄铜中的铅铁铋镍铝锑

熊晓燕

(广州有色金属研究院分析测试中心,广东广州 510651)

**摘要:**用电感耦合等离子体发射光谱法可直接测定黄铜中的铅铁铋镍铝锑6种元素的含量。通过试验优化出各元素的分析波长和分析条件,且用基体匹配补偿基体效应。该法流程简单,分析快速,回收率为95%~105%,相对标准偏差小于2.5%。

**关键词:**黄铜;铅;铁;铋;镍;铝;锑;发射光谱分析

中图分类号:O657.31 文献标识码:A

目前,测定黄铜中的铅、铁、铋、镍、铝、锑杂质元素的标准方法为单元素分析方法——原子吸收法、分光光度法和萃取分光光度法等。这些方法的步骤都较繁琐,分析样品的周期长,难以满足快速分析的要求。本文选用的ICP-AES法<sup>[1]</sup>可以对样品中的多种元素同时进行测定,不仅节省了大量物力和人力,而且精密度和准确度良好。

### 1 试验部分

#### 1.1 仪器及工作参数

试验中所用的主要仪器为法国产ULTIMA2型电感耦合等离子体发射光谱仪。其高频发生器频率为40.68 MHz,焦距1 m,全息光栅4320/mm;三轴套同心可拆卸炬管;Meinhard同心雾化器;旋流雾化室,射频功率1.0 kW,冷却气流量14 L/min,护套气流量0.2 L/min,载气流量0.8 L/min,试液提升量1.0 mL/min,入射狭缝20  $\mu\text{m}$ ,出射狭缝15  $\mu\text{m}$ ,积分时间3 s,测定3次取平均值。

#### 1.2 试剂和标准溶液

盐酸(1.19 g/ml,优级纯);硝酸(1.19 g/ml,优级纯);混合酸(1+3) HCl+HNO<sub>3</sub>。

铅、铁、铋、镍、铝、锑标准储备液:将纯度高于99.99%的纯金属用硝酸或盐酸溶解,分别配制成质

量浓度为0.1 g/L的标准储备溶液。将各标准储备溶液分别稀释配成质量浓度为0.1 mg/L的铅、铁、铋、镍、铝、锑的混合标准系列工作溶液,并分别加入与样品溶液相匹配的铜基底3 g/L,锌基底2 g/L,测定介质为 $c(\text{H}^+) = 6\%$ 的混合酸。

#### 1.3 样品处理

准确称取0.2500 g试样,置于100 mL烧杯中,吹少许水,加5 mL混合酸,低温加热至样品完全溶解,继续加热至微沸,冷却后转入50 mL容量瓶,用水稀释至刻度并摇匀。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 酸度的影响<sup>[1]</sup>

溶解酸对测定结果是有影响的。由于H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>和H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>的粘度大,原子化效率差,发射强度明显降低,因此应尽量避免。本法采用混和酸溶样,控制总酸度 $c(\text{H}^+) < 10\%$ ,可获得满意的结果。

#### 2.2 分析线的选择

通过查阅光谱谱线表<sup>[2]</sup>,初选出各元素的数条灵敏线,用仪器的PROFILE程序对各元素的谱线进行描述,根据各元素谱线中心波长两侧 $\pm 0.5 \text{ nm}$ 范围内的光谱干扰及背景影响情况,选择出不受干

扰且信噪比合适的谱线作为分析谱线.表 1 中列出了各元素的分析谱线波长.

表 1 元素的分析谱线波长  
Table 1 Analytical line wave length of elements

元素	Pb	Fe	Bi	Sb	Al	Ni
波长/nm	220.353	259.940	223.061	217.581	396.152	231.604

## 2.3 基体干扰及消除

### 2.3.1 基体元素的干扰

试验表明,基体元素铜锌对测定元素会产生一定的背景干扰,可采用基体匹配的方法来消除.

### 2.3.2 待测元素之间的干扰

试验表明,分别加入 2.5 mg 各待测元素(相当于在样品中的质量分数为 1%),控制相对误差在  $\pm$

5%以内,各元素间没有影响.

## 2.4 回收率

在试液中加入一定量的被测元素的标准溶液,将此加标液试样 3 份与不加标液的试液分别平行测试 3 次,试验结果列于表 2.从表 2 可知,试样加标回收率在 95% ~ 105% 之间.

表 2 被测元素的回收率( $n=3$ )

Table 2 Recoveries( $n=3$ ) of measured elements

测定元素	Pb	Fe	Bi	Sb	Al	Ni
加入量/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	200	200	100	100	100	100
测得值/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$	210	205	95	103	98	102
回收率/%	105	102	95	103	98	102

## 2.5 方法的精密度和准确度

选取两个样品,分别称取 11 份进行测定,其平均值和相对标准偏差列于表 3,准确度试验结果见

表 4.从表 3 和表 4 可知,本方法分析结果的相对标准偏差小于 2.5%,标准样品的测定结果与标准值相吻合.

表 3 被测元素的精密度

Table 3 Precision of measured elements

样品	元素	Pb	Fe	Bi	Sb	Al	Ni
1	平均值 $w/\%$	0.0025	0.21	0.0008	0.0015	0.056	0.10
	RSD/%	0.10	0.26	1.50	2.00	0.45	0.31
2	平均值 $w/\%$	0.23	0.38	0.0016	0.0031	0.24	0.023
	RSD/%	1.22	0.34	1.80	2.20	0.45	0.45

表 4 测定标准样品结果的对比

Table 4 Comparison between analysis results of standard samples

标准样品编号	测定值				标准值			
	Pb	Fe	Bi	Sb	Pb	Fe	Bi	Sb
GSBH60002-88	0.043	0.133	0.0020	0.0045	0.045	0.130	0.0018	0.0047
GBW(E)材 684	0.029	0.077	0.0019	0.0030	0.028	0.078	0.0020	0.0032

## 3 结论

铋、镍、铝和锑 6 种元素,该法的相对标准偏差小于 2.5%,回收率为 95% ~ 105%.该法流程简单、分析快速、结果准确.

用 ICP 光谱法可直接测定黄铜中的铅、铁、

参考文献:

136.

[1] Montaster A, Golightly D W. 电感耦合等离子体在原子分析中的应用[M]. 北京:人民卫生出版社, 1990. 128 -

[2] 冶金工业部科技情报产品标准研究所. 光谱线波长表[M]. 北京:中国工业出版社, 1971.

## Determination of Pb ,Fe ,Bi ,Ni ,Al ,Sb in brass by ICP - AES

XIONG Xiao-yan

( Analytical and Testing Research Center , Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals , Guangzhou 510651 , China )

**Abstract** : The contents of Pb , Fe , Bi , Sb , Al and Ni in brass can be determined directly by ICP - AES . The optimum analytical line of each element and conditions were selected during the test , and matrix effect was corrected by matrix match . This method is simple , rapid and reliable . The RSD is less than 2.5% and the recovery is 95% - 105% .

**Key words** : brass ; lead ; iron ; bismuth ; antimony ; aluminum ; nickel ; emission spectrometric analysis

## SDX - 1500 型筛板式电选机

广州有色金属研究院选矿所设备中心生产的 SDX - 1500 型筛板式电选机是由原中国有色金属工业总公司、广东省经委、广州有色金属工业总公司下达的重点科研项目, 该机是在对引进技术加以消化、吸收、创新、改进的基础上制成的新型电选机. 该机具有以下特点:

1. 一次选别效率高. 当给矿品位  $ZrO_2$  为 61.67% 时, 经一次选别, 锆精矿品位提高到 65.5%, 回收率达 91.4%, 其选别指标达到了进口同类机的水平.
2. 处理量大. 与国产 120 辊式电选机相比, 其处理量提高了两倍, 而该机“装机”容量只有 1 ~ 14 kW, 电耗减少 9.5 倍, 降钛效果提高了 3 ~ 4 倍.
3. 机械性能可靠, 无传动件、无易损件、无噪音、无污染, 各项性能达到了国内先进水平.

工作电压/kV	工作电流/mA	输入功率/kW	处理粒度/mm	处理量/(t·h <sup>-1</sup> )	电极长度/mm	外形尺寸/mm
0 ~ 40	0 ~ 35	1 ~ 14	< 0.8	0.5 ~ 3	1500	2424 × 1091 × 2716

地址: 广州市天河区长兴街广州有色金属研究院选矿所 邮编: 510651

网址: <http://www.gzrnm.com>

电话: 020 - 37239066, 61086392, 37239220, 37239221 传真: 020 - 37238535