

文章编号: 1003-7837(2006)01-0056-03

金属钼中杂质元素的 ICP-AES 测定

熊晓燕, 王 津

广州有色金属研究院分析测试中心, 广东 广州 510651

摘 要: 确定了用电感耦合等离子体发射光谱法直接测定金属钼中的铅铁铜锌镉铝锡钛铈 10 种元素的含量。试验中优化出各元素的分析波长和分析条件, 采用基体匹配补偿基体效应。该法操作简单, 分析快速可靠, 回收率为 90%~110%, 相对标准偏差为 2.1%~12.5%。

关键词: 金属钼; 铅铁铜锌镉铝锡钛铈; ICP-AES

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** A

金属钼具有熔点低、沸点高、传导性能好及耐磨、耐腐蚀的特性。金属钼是重要的半导体材料。金属钼的纯度不仅对半导体的物理性能有很大的影响, 而且对制成的器件的可靠性也有影响。目前, 对金属钼中杂质的分析方法, 一般采用萃取分离基体钼后用原子吸收或分光光度计方法逐个元素测定, 其测定步骤都较冗长、繁琐。用 ICP-AES 法可以同时测定多种元素, 目前此法已得到广泛应用。用 ICP-AES 法直接测定金属钼中的铅铁铜锌镉铝锡钛铈 10 种元素, 可节省大量的物力和人力。本文采用基体匹配法消除干扰, 选择各元素的最佳分析谱线, 方法简便, 精密度和准确度良好。

1 试验部分

1.1 仪器及工作参数

法国 ULTIMA2 型电感耦合等离子体发射光谱仪。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 14 L/min; 护套气 0.2 L/min; 载气 0.8 L/min; 试液提升量 1.0 mL/min; 入射狭缝 20 μm , 出射狭缝 15 μm ; 积分时间 3 s, 取测定 3 次的平均值。

1.2 试剂和标准溶液

试剂: HCl (1.19 g/mL, 优级纯); HNO_3 (1.42 g/mL, 优级纯); 混合酸 $\text{HCl} + \text{HNO}_3$ (1+3)。

铅、铁、铜、锌、镉、铝、锡、钛、铈标准储备液: 用硝酸或盐酸溶解纯度大于 99.99% 的金属, 配制成浓度为 0.1 g/L 的标准储备溶液。

将上述储备溶液稀释, 配成 0~1 mg/L 的铅、铁、铜、锌、镉、铝、锡、钛、铈的混合标准系列工作溶液, 加入与样品溶液相匹配的钼 (纯度大于 99.999%) 基底 5 g/L, 测定介质为盐酸 (5+95)。

1.3 样品处理

准确称取 0.2500g 试样, 置于 100 mL 烧杯中, 吹少许水, 加 5mL 盐酸 (1+1), 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, 按选定的仪器工作条件进行测定。

2 结果与讨论

2.1 酸度的影响

溶解酸对 ICP-AES 方法有影响。由于 H_2SO_4 和 H_3PO_4 粘度大, 原子化效率差, 发射强度明显降低, 因此, 应尽量避免使用 H_2SO_4 和 H_3PO_4 。本法采

收稿日期: 2005-01-27

作者简介: 熊晓燕 (1971-), 女, 江西九江人, 高级工程师, 硕士。

用盐酸(1+1)溶样,控制盐酸体积分数小于 10%,获得了满意的结果.

2.2 分析线的选择

通过查阅光谱谱线表,初选出各元素の数条灵敏线,用仪器的 PROFILE 程序对各元素谱线进行

描述. 根据各元素谱线中心波长两侧±0.5 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 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 wavelength for each element

| 元素 | Al | As | Cd | Cu | Pb | Sn | Ti | Zn | Fe | Tl |
|-------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 波长/nm | 396.152 | 193.695 | 228.802 | 324.754 | 220.353 | 189.989 | 334.941 | 213.856 | 259.940 | 276.787 |

2.3 基体干扰及消除

用仪器的 IMAGE 程序对样品溶液进行扫描,结果发现,5 g/L 基体钒对测定元素没有产生背景干扰.但是用纯标准溶液测定和用带相同基体钒的标准溶液测定,结果还是有些差异.这可能是由于大量钒对提升量和雾化有一定影响,因此采用基体

匹配方法来消除.

2.4 回收率

在样品中加入一定量的被测元素的标准溶液,将此加标液试样 3 份和不加标液的试样分别平行测试 3 次,测得平均回收率列于表 2. 由表 2 可知,试样加标回收率在 90%~110%之间.

表 2 被测元素的回收率(n=3)
Table 2 Recovery of each element

| 元素 | 加入量/(μg·g ⁻¹) | 测得值/(μg·g ⁻¹) | 回收率/% | 元素 | 加入量/(μg·g ⁻¹) | 测得值/(μg·g ⁻¹) | 回收率/% |
|----|---------------------------|---------------------------|-------|----|---------------------------|---------------------------|-------|
| Al | 200 | 196 | 98 | Sn | 200 | 186 | 93 |
| As | 200 | 189 | 94.5 | Ti | 200 | 194 | 97 |
| Cd | 200 | 202 | 101 | Zn | 200 | 202 | 101 |
| Cu | 200 | 197 | 98.5 | Fe | 200 | 203 | 101.6 |
| Pb | 200 | 185 | 93 | Tl | 200 | 214 | 107 |

2.5 方法精密度

对同一样品间隔测定 11 次,计算出各元素的标

准偏差,结果列于表 3. 10 种元素的相对标准偏差在 2.1%~12.5%之间.

表 3 被测元素的精密度
Table 3 Relative precision of each element

| 元素 | Al | As | Cd | Cu | Pb | Sn | Ti | Zn | Fe | Tl |
|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 测定值/% | 0.0008 | 0.0012 | 0.0012 | 0.0009 | 0.0016 | 0.0014 | 0.0012 | 0.0005 | 0.0014 | 0.0016 |
| RSD/% | 3.0 | 11.2 | 2.5 | 2.9 | 8.9 | 12.5 | 4.6 | 2.1 | 2.5 | 5.6 |

2.6 方法的检出限

采用标准的基体空白作为试剂空白,连续测定

10 次,按 3 倍的空白标准偏差计算检出限,结果列于表 4.

表 4 检出限测定结果
Table 4 Detection limit of each element

| 元素 | Al | As | Cd | Cu | Pb | Sn | Ti | Zn | Fe | Tl |
|---|------|------|-------|------|------|------|------|-------|------|------|
| 检出限 /($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$) | 0.08 | 1.10 | 0.006 | 0.09 | 0.65 | 1.24 | 0.09 | 0.023 | 0.14 | 0.69 |

3 结 论

铅铁铜锌镉铝锡钛铊砷 10 种元素的含量,其相对标准偏差在 2.1%~12.5% 之间,回收率为 90%~110%。该法操作简单,分析快速可靠。

确定了采用 ICP-AES 法直接测定金属钨中的

Determination of Pb, Cd, Fe, Cu, Zn, Al, Sn, Ti, Tl and As
in indium with ICP-AES

XIONG Xiao-yan, WANG Jin
(Analytical & Testing Research Center, Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou
510651, China)

Abstract: In this paper, direct determination of Pb, Cd, Fe, Cu, Zn, Al, Sn, Ti, Tl and As in indium with ICP-AES is presented, the operational paraments are optimized, and the interference from matrix is eliminated with matrix matching. The satisfactory results are obtained with this simple and effective method. The recoveries are in the range of 90% to 110% and the relative standard deviations (RSD) are 2.1% to 12.5%.

Key words: indium; plumbum iron copper zinc cadmium aluminum tin titanium thallium arsenic; ICP-AES