
ICP光谱法测定钨、碳化钨及钨合金中的杂质元素

1 前言

钨粉、碳化钨、三氧化钨等是生产硬质合金的基本原料,在宇航、电子工业及精密合金等领域有着重要用途。随着钨材料科学的快速发展,对钨中杂质元素的测定提出了更高的要求,迫切需要建立一种能全面满足其技术指标的新的快速分析方法。

2 仪器简介

Plasma1000型电感耦合等离子体原子发射光谱仪是纳克公司最新推出的单道顺序扫描光谱仪,本应用报告的所有测量结果均来自这种ICP光谱仪。相对于由中阶梯光栅分光系统和固体检测器组成的ICP光谱仪(即全谱仪),单道顺序扫描光谱仪具有更低的检出限,更高的分辨率和灵敏度,极小的基体效应,更适合测定痕量和超痕量元素,同时此仪器配备功能强大界面友好的分析软件,友好的人机界面,强大的数据处理功能,对输出数据可随机打印,也可自动生成Excel格式的结果报告。

3 样品制备

3.1 对于 V、Ti 等元素,准确称取 0.5000g 样品于聚四氟乙烯烧杯中,加硝酸氢氟酸溶解样品,50mL 塑料容量瓶定容。3.2 对于 Co、Mg、Ca、Mn、Al、Na、K、Ni、Cr、Cd、Si、Cu、Co、Zn、Pb、Sn、As、Sb、Bi 等元素,准确称取 1.0000g 样品,加硝酸氢氟酸溶解样品,然后加饱和硼酸络合过量的氢氟酸,50mL 容量瓶定容,干过滤,滤液待测。

4 仪器参数

功率 1.15 Kw,冷却气流量 18.0 L/min,辅助气流量 0.8 L/min,载气流量 0.2 L/min,蠕动泵泵速 20 rpm,观测高度距功率圈上方 12 mm,同轴玻璃气动雾化器,进口旋转雾室,三层同轴石英炬管,中心管 2.0 mm。

5 分析结果

5.1 检出限

以10倍试剂空白的标准偏差作为方法的测定下限，各元素测定下限统计结果列于表1。由表1可知，各杂质元素的测定下限介于0.10~ 6.74 $\mu\text{g/g}$ 之间，该方法能够满足4N 高纯钨产品的分析要求。

表 1 各元素的测定下限

元素	测定下限 ($\mu\text{g/g}$)	元素	测定下限 ($\mu\text{g/g}$)
Sn	1.03	Al	1.93
Zn	0.52	Ca	2.01
Cd	0.10	Cu	0.53
Ni	0.57	As	4.87
Co	0.78	Ti	1.25
Mn	0.53	Si	6.74
K	1.55	Bi	0.85
Pb	0.84	Cr	0.52
Sb	5.41	Mg	4.15
V	5.25	Na	5.21

5.2 实际样品分析

采用此方法及 ICP-MS 法、原子吸收光谱法(AAS)对钨产品进行测定，测定结果见表 2。由表 2 可知，除了 Si 没有合适的其它方法作比对外，其余元素都可以用 ICP-MS 或 AAS 进行测定，测定结果与 ICP-AES 法的测定结果基本一致，证明此方法的可靠性。

表 5 实际样品测定

元素	方法	W (%)	WC (%)	W+Cr+V (%)	W+Cr+V+Co (%)
Sn	ICP	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001
	MS	0.000057	0.00051	0.000048	0.00069
Cd	ICP	0.00002	0.00001	0.00003	0.00002
	MS	0.000015	0.000014	0.000028	0.000026
Ni	ICP	0.00026	0.0011	0.00033	0.00028
	MS	0.00021	0.00099	0.00025	0.00021
Co	ICP	0.00026	0.0035	0.0038	3.21
	MS	0.00035	0.0031	0.0034	
Mn	ICP	0.00008	0.0010	0.00008	0.0001
	MS	0.000069	0.00095	0.000075	0.00012
K	ICP	0.0015	0.0009	0.0009	0.0008
	AAS	0.0017	0.00081	0.00085	0.00076

V	ICP	<0.0005	<0.0005	0.0365	0.116
	MS	0.00042	0.00031	—	—
Cr	ICP	0.00004	0.0016	0.699	0.492
	MS	0.000031	0.0012	—	—
Mg	ICP	<0.0005	<0.0005	<0.0005	<0.0005
	AAS	0.00035	0.00042	0.00031	0.00019
Na	ICP	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	AAS	0.00090	0.00089	0.00065	0.00058
Al	ICP	0.0015	0.00065	0.00025	0.00015
	MS	0.00125	0.00059	0.00019	0.00011
Ca	ICP	<0.00025	0.00028	0.00019	<0.00025
	AAS	0.00015	0.00025	0.00017	0.00020
Cu	ICP	0.00010	0.00005	0.00010	0.00012
	MS	0.000081	0.000034	0.00011	0.00015
As	ICP	0.00049	0.00015	0.00023	0.00020
	MS	0.00041	0.00012	0.00021	0.00018
Ti	ICP	0.00018	0.00017	0.00019	0.00046
	MS	0.00012	0.00014	0.00017	0.00042
Bi	ICP	0.00010	0.00008	0.00030	0.00029
	MS	0.00012	0.000056	0.00023	0.00021
Pb	ICP	<0.0001	<0.0001	<0.0001	<0.0001
	MS	0.000054	0.000047	0.000045	0.000069
Sb	ICP	<0.0005	<0.0005	<0.0005	<0.0005
	MS	0.00041	0.00034	0.00029	0.00045
Si	ICP	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001

6 结论

采用 ICP- AES 测定钨系列产品中的 V、Ti、Sb、Pb、As、Co、Mg、Ca、Mn、Al、Sn、Na、K、Ni、Cr、Cd、Si、Cu、Co、Zn 等 20 种元素，能够满足各元素测定的精密度和准确度要求，该方法快速、高效、简便，可一次性完成对多种元素的测定，适用于各级检验机构进行多批次、多项目产品的元素检测。