

ICP-Optical Emission Spectroscopy

作者:

Aaron Hineman

Ken Neubauer

PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT USA

使用 Avio 500 ICP-OES 根据伦敦金属交易所要求 测定纯镍中杂质

摘要

镍 (Ni) 由于其高温和低温下的耐腐蚀性和强度，是最广泛使用的金属之一。它最常用于钢的生产，也是各种其他合金中的重要成分。还用于电子，电镀和可充电电池中。这些不同的用途需要不同纯度的镍，在某些应用中需要高纯度的镍，而对于其他应用领域低等级的镍就能满足需求了。

伦敦金属交易所 (LME) 就不同金属杂质的镍发布了不同规格的要求。本文的重点是利用 PerkinElmer Avio[®]500 ICP 发射光谱仪 (ICP-OES) 对镍中的杂质进行分析，使用“原料镍要求”作为待测元素和所需浓度的指南。

伦敦金属交易所 (LME) 就不同金属杂质的镍发布了不同规格的要求。本文的重点是利用 PerkinElmer Avio[®]500 ICP 发射光谱仪 (ICP-OES) 对镍中的杂质进行分析，使用“原料镍要求”作为待测元素和所需浓度的指南。

实验部分

样品

所有分析在 1% Ni 溶液中进行，以模拟纯 Ni 消解液（介质为 5% 硝酸 (v/v)）。为了检查方法准确性，按照“镍标准规范”（99.80%），“原料镍要求”中规定的含量，进行加标回收实验。检测使用外标法进行，浓度水平为 0.25, 0.5 和 1.0 ppm 混合标准溶液，介质为 5% 硝酸。

仪器

使用 Avio 500 ICP-OES 进行测试，所有分析测试使用表 1 中的参数和表 2 中的波长。标准进样系统配置和参数用于所有分析。炬管位置设置为 -4。在考虑氩气成本时，Avio 500 的同步双向观测功能和低氩消耗（总共 9 升/分钟）可大大节省成本。

结果与讨论

表 3 显示了 99.80% (wt%) 的镍的 ASTM 标准规范，以及 1% Ni 溶液中各元素的浓度（相当于 100 倍稀释）。将混合标准溶液加入到 1% Ni 溶液中后的回收率如图 1 所示。所有回收率在 ±10% 以内，表明仪器能够在低浓度下准确测量这些元素。

Bi 和 Sn 受到 Ni 基体明显的光谱干扰。使用多谱线拟合 (MSF) 建立模型可将干扰的影响去除，从而满足测量准确度。

表 1. Avio 500 ICP-OES 的参数和条件

参数	规格型号 / 值
雾化器	Meinhard® K-1
雾化室	玻璃挡板雾化室
RF 功率	1500W
中心管	2.0mm 陶瓷中心管
等离子体气	8 L/min
辅助气	0.2L/min
雾化气	0.6L/min
炬管位置	-4
进样量	1ml/min
进样泵管	黑 / 黑 (0.76mm 内径)
内标泵管	绿 / 橙 (0.38mm 内径)
排液管	红 / 红 (1.14mm 内径)
重复测定	3 次
观测方式	轴向
积分时间	5 秒 (最小与最长)
积分范围	0.5-2 秒

表 2. 元素与波长

元素	波长 (nm)
As	188.979
Bi	306.766
Co	238.892
Cu	324.752
Fe	238.204
Mn	259.372
P	178.221
Pb	283.306
S	181.975
Sb	206.836
Si	288.158
Sn	283.998
Zn	206.200
Sc (int std)	361.383

表 3. 伦敦金属交易所 99.80% 纯镍

元素	浓度要求 wt%	1% Ni 溶液中浓度 (mg/L)
As	0.005	0.5
Bi	0.005	0.5
Co	0.15	15
Cu	0.02	2
Fe	0.02	2
Mn	0.005	0.5
P	0.005	0.5
Pb	0.005	0.5
S	0.01	1
Sb	0.005	0.5
Si	0.005	0.5
S	0.01	1
Sn	0.005	0.5
Zn	0.005	0.5

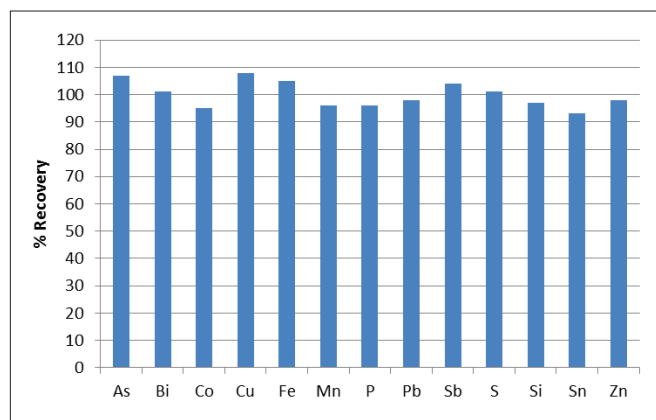


图 1. 各元素的加标回收率，1% Ni，浓度见表 3

溶液中的检出限定义为 1% Ni 连续七次测量的标准偏差的三倍。图 2 给出了各元素的检出限以及按 100 倍稀释后溶液中含量限制。

通过 1% Ni 的 6 小时连续分析时内标信号的变化确定了准确度与稳定性。结果见图 3，内标信号与第一次测定时的读数对比，在 ±5% 之间变动，证明了该方法的稳定性。

结论

本文证明了 PerkinElmer Avio 500 ICP-OES 可对高纯 Ni (1% Ni 溶液模拟) 的杂质进行准确分析，符合伦敦金属交易所规定的纯镍要求。通过使用 MSF 克服了高基体样品的光谱干扰，所有元素检出限都在规定的范围以内。

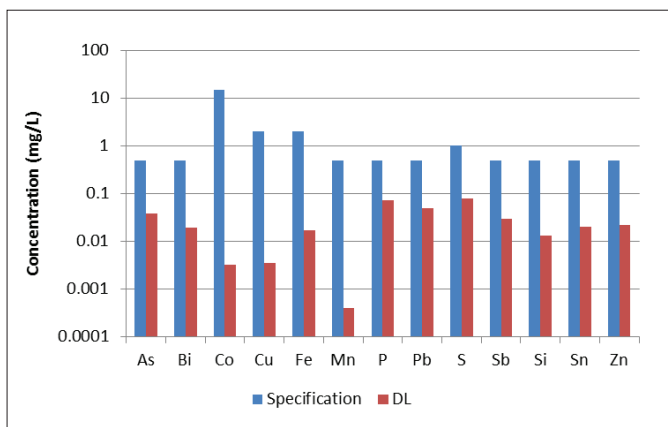


图 2. 1% Ni 溶液中各元素检出限与限量值。按 100 倍稀释 99.7% 纯镍计算

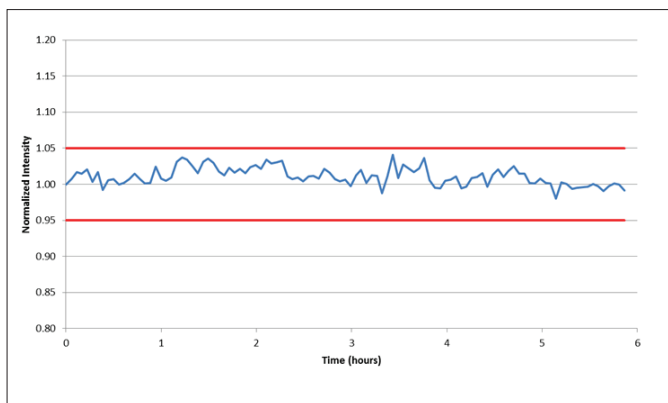


图 3. 1% Ni 溶液中内标 Sc 6 小时的稳定性

参考文献

1. "Special Contract Rules for Primary Nickel", The London Metal Exchange.
2. "Multicomponent Spectral Fitting", Technical Note, PerkinElmer, 2016.

试剂及耗材

Component	Part Number
Sample Uptake Tubing, Black/Black (0.76 mm id), PVC	N0777043 (flared) 09908587 (non-flared)
Drain Tubing, Red/Red (1.14 mm id), PVC	09908585
Internal Standard Tubing, Orange/Green (0.38 mm id), PVC	N0773111 (flared)
Antimony Standard, 1000 mg/L	N9300207 (125 mL) N9300101 (500mL)
Arsenic Standard, 1000 mg/L	N9300180 (125 mL) N9300102 (500 mL)
Bismuth Standard, 1000 mg/L	N9303761 (125 mL) N9300105 (500 mL)
Cobalt Standard, 1000 mg/L	N9303766 (125 mL) N9300113 (500 mL)
Copper Standard, 1000 mg/L	N9300183 (125 mL) N9300114 (500 mL)
Iron Standard, 1000 mg/L	N9303771 (125 mL) N9300126 (500 mL)
Lead Standard, 1000 mg/L	N9300175 (125 mL) N9300128 (500 mL)
Manganese Standard, 1000 mg/L	N9303783 (125 mL) N9300132 (500 mL)
Phosphorus Standard, 1000 mg/L	N9303788 (125 mL) N9300139 (500 mL)
Scandium Standard, 1000 mg/L	N9303798 (125 mL) N9300148 (500 mL)
Silicon Standard, 1000 mg/L	N9303799 (125 mL) N9300150 (500 mL)
Sulfur Standard, 1000 mg/L	N9303796 (125 mL) N9300154 (500 mL)
Tin Standard, 1000 mg/L	N9303801 (125 mL) N9300161 (500 mL)
Zinc Standard, 1000 mg/L	N9300178 (125 mL) N9300168 (500 mL)
Autosampler Tubes	B0193233 (15 mL) B0193234 (50 mL)

珀金埃尔默企业管理(上海)有限公司
地址: 上海张江高科技园区张衡路1670号
邮编: 201203
电话: 021-60645888
传真: 021-60645999
www.perkinelmer.com.cn

要获取我们全球办公室的完整列表, 请访问 www.perkinelmer.com/ContactUs

©2017, PerkinElmer, Inc. 版权所有。保留所有权利。PerkinElmer® 是 PerkinElmer, Inc. 的注册商标。所有其他商标均为其各自所有者的财产。所有解释权归PerkinElmer。

013469_CHN_01 PKI



欲了解更多信息,
请扫描二维码关注我们的
微信公众号