

电感耦合等离子原子发射光谱法测定 钢丝帘线表面磷含量

梅瑶瑶,陶爱梅,汤建忠

(江苏兴达钢丝帘线股份有限公司,江苏 兴化 225721)

摘要:应用电感耦合等离子原子发射光谱仪测定钢丝帘线表面磷含量。试验结果表明:磷含量测定标准曲线线性相关因数为 0.999 931,检出限和检测下限分别为 0.007 8 和 0.026 0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$;0.8 和 1.5 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 磷标准溶液测定的相对标准偏差分别为 0.68% 和 0.31%;回收率为 101.17%~101.65%。此方法测定钢丝帘线表面磷含量结果可靠,重复性好。

关键词:电感耦合等离子原子发射光谱仪;钢丝帘线;磷含量

中图分类号:TQ330.38⁺9 **文献标志码:**B **文章编号:**1006-8171(2014)07-0444-02

钢丝帘线表面的磷主要是电镀工序磷化时带入的,拉拔过程中湿拉润滑剂也会引入微量磷。通过监测钢丝帘线表面的磷含量,可以有效指导过程控制,确保钢丝帘线粘合性能稳定。由于钢丝帘线表面的磷含量很低,很难用化学法测定,因此本工作研究电感耦合等离子原子发射光谱(ICP)法测定钢丝帘线表面磷含量。

1 实验

1.1 试剂

磷标准溶液,国家有色金属及其电子材料分析测试中心提供;浓盐酸(AR级)和浓硝酸(质量分数为 0.65~0.68,GR级),市售。

1.2 试验仪器及参数

ICP-720-OES型电感耦合等离子原子发射光谱仪,安捷伦科技(中国)有限公司产品。仪器参数:功率 1.20 kW,等离子气流量 18.0 $\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$,辅助气流量 2.25 $\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$,雾化器压力 200 kPa,一次读数时间 3 s,仪器稳定延时 15 s,ICP炬的观测方式 水平式。

1.3 试样制备

取 4 g 左右钢丝帘线截成小段,置于 250 mL

烧杯中,加入浓度为 0.012 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的盐酸 25 mL,用超声波清洗机超声清洗 90 s,用超纯水定容至 50 mL。

1.4 测定方法

点燃电感耦合等离子体,并在测量前预热 30 min。待预热完成后调出工作方法表格,依次测定标准曲线及试样,待测溶液的磷含量以 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 表示,换算成钢丝帘线表面磷含量,用 $\text{mg} \cdot \text{m}^{-2}$ 表示。

2 结果与讨论

2.1 谱线的选择

选择分析谱线要考虑干扰情况、灵敏度以及稳定性。铜和磷的干扰问题是非常经典的 ICP 干扰,177.434,178.222 和 213.618 nm 三条谱线下检测样品,每条谱线的铜和磷的峰图都是完全分开的,不影响检测结果。但是对于灵敏度和紫外吹扫的问题,177.434 和 178.222 nm 谱线灵敏度稍差,稳定性也不是很好,并且这两条谱线周边潜在干扰元素较多;213.618 nm 谱线检测强度最大,潜在干扰少,稳定性好,因此选用此条谱线进行试样检测。

2.2 标准曲线

用 1 000 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的磷标准溶液稀释配制 0,0.5,1 和 2 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的磷标准溶液。在试验

作者简介:梅瑶瑶(1988—),女,江苏盐城人,江苏兴达钢丝帘线股份有限公司工程师,学士,主要从事钢丝帘线和胎圈钢丝的分析检测和实验室管理工作。

条件下,根据标准溶液测定结果绘制的标准曲线如图 1 所示,标准曲线线性关系方程为 $Y=1\,851.783X+37.4$,相关因数为 0.999 931。

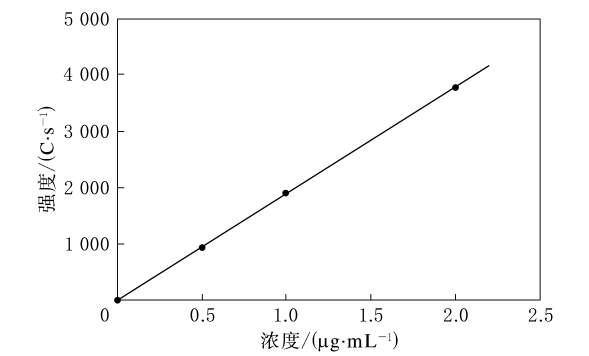


图 1 磷含量测定标准曲线

由图 1 可以看出,标准曲线的线性关系很好,标准溶液的实际测定值与理论值的相对偏差均小于 5%,符合仪器绘制标准曲线的要求。

2.3 检出限和检测下限的确定

用空白试剂在仪器最佳工作条件下进行测试,分别以 11 次测定结果标准偏差的 3 倍和 10 倍作为检出限和检测下限,得出标准偏差、检出限和检测下限分别为 0.002 6,0.007 8 和 0.026 0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

2.4 准确度和精密度试验

为考察 ICP 法测定钢丝帘线表面磷含量结果的精密度和准确度,配制 2 份在标准曲线范围内的不同浓度磷标准溶液,按照试验方法及选定的分析条件进行测试^[1],各测定 10 次,结果见表 1。由表 1 可以看出,磷含量测定结果的相对标准偏

表 1 准确度和精密度试验结果

项 目	溶液 1	溶液 2
标准值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	0.800 0	1.500 0
测定值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	0.809 5	1.501 3
	0.809 5	1.503 3
	0.805 3	1.494 7
	0.806 1	1.501 4
	0.809 3	1.505 6
	0.808 0	1.492 5
	0.797 5	1.503 4
	0.793 0	1.498 1
	0.804 6	1.493 2
	0.805 0	1.500 9
平均值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	0.804 8	1.499 4
标准偏差/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	0.005 5	0.004 6
相对标准偏差/%	0.68	0.31

差小于 1%,说明 ICP 法检测钢丝帘线磷含量的准确度和精密度很高。

2.5 重复性试验

将 3 种钢丝帘线样品各制备 10 份进行表面磷含量的测定^[2],测试结果见表 2。由表 2 可以看出,样品表面磷含量测定结果的相对标准偏差均小于 5%。

表 2 重复性试验结果

项 目	样品 1	样品 2	样品 3
磷含量测定值/ $(\text{mg} \cdot \text{m}^{-2})$	1.13	1.00	1.29
	1.15	0.99	1.30
	1.09	0.98	1.29
	1.17	0.96	1.27
	1.09	1.02	1.32
	1.09	0.98	1.28
	1.17	1.03	1.30
	1.16	0.96	1.28
	1.16	0.94	1.31
	1.09	1.04	1.26
平均值/ $(\text{mg} \cdot \text{m}^{-2})$	1.13	0.99	1.29
标准偏差/ $(\text{mg} \cdot \text{m}^{-2})$	0.034 7	0.032 4	0.017 0
相对标准偏差/%	3.07	3.28	1.32

2.6 回收率试验

配制 0.4,1.2 和 1.8 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 的磷标准溶液,进行回收率试验,测定结果见表 3。由表 3 可以看出,试验方法的回收率较高。

表 3 回收率试验结果

项 目	标准溶液浓度/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$		
	0.4	1.2	1.8
标准值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	0.400 0	1.200 0	1.800 0
测定值/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	0.406 6	1.218 3	1.821 0
回收率/%	101.65	101.52	101.17

3 结语

试验结果表明,采用电感耦合等离子原子发射光谱法测定钢丝帘线表面磷含量,方法稳定、可靠,测定结果重复性好。

参考文献:

[1] GB/T 6379.1—2004,测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第 1 部分 总则与定义[S].
[2] GB/T 6379.2—2004,测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第 2 部分 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法[S].