

火焰原子吸收法直接测定电镀液中铜和铁离子

Determination of Impurity Cu and Fe in Electroplating Solution by FAAS

王亚军 (陕西宝鸡宝成航空电子公司, 宝鸡 721006)

WANG Ya-jun (Baocheng Electricity Company of Aviation of Shaanxi, Baoji 721006, China)

本研究采用火焰原子吸收法直接测定电镀槽液中铜、铁离子, 操作简便, 分析灵敏度高。用分析纯化学试剂, 按各镀种主要成分的含量, 配制空白溶液, 加入一定量的铜、铁标准溶液 (0.01mg/mL) 进行测量。

1 电镀溶液中铜、铁杂质离子的测定

镀铜、镀铬电镀液: 移取 5.00mL 镀铜电镀液于 50mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀后, 测量吸光度值, 从工作曲线上查出铜含量。取 2.00mL 镀铜电镀液于 200mL 容量瓶中, 测定铁含量。

碱性锌电镀液: 移取 5.00mL 镀铜电镀液于 50mL 容量瓶中, 测定铜的含量。移取 5.00mL 镀铜电镀液于 100mL 容量瓶中, 测定铁含量。

通过试验, 测量条件如下: 波长: Cu 324.7nm, Fe 248.3nm; 灯电流: Cu 4mA, Fe 15mA; 溶液提升量: 5.0mL/min; 乙炔流量: Cu 1.0L/min, Fe

1. 3L/min。

2 试样体积稀释倍数的选择

镀铜试液: 铜离子稀释 10 倍, 铁离子稀释 100 倍; 镀铬试液: 铜铁离子稀释 2000 倍的办法; 碱性锌试液: 铜离子稀释 10 倍, 铁离子稀释 20 倍; 试验表明: 通过稀释后的溶液可直接测量, 结果的准确度高并且满足要求。

3 误差的原因分析

本法采用火焰原子吸收法, 将试样稀释到一定浓度, 在标准曲线中加入了空白溶液, 即考虑到基体效应, 从而最大限度地消除了基体效应的影响, 结果的可信度高。

收稿日期: 2001-11-08; 修订日期: 2002-08-08

作者简介: 王亚军 (1970-), 男, 工程师, 联系地址: 陕西宝鸡宝成航空电子公司冶金处 (721006)。

ICP-AES 法测定高温合金中的 P

Determination of P in Refractory Alloys by ICP-AES

李汉超, 李 帆 (北京航空材料研究院, 北京 100095)

LI Han-chao, LI Fan (Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

本研究介绍用 ICP-AES 法直接测定高温合金中磷含量, 实验过程及结果如下。

样品的制备与溶解试验: 称取 0.3000g 试料, 放入 100mL 烧杯中, 加入 20mL 盐酸, 5mL 硝酸, 低温加热, 待试样完全溶解后, 加入 5mL 酒石酸, 低温加热至完全溶解。转移到 50mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。溶解过程中部分样品存在黑芯, 可能是盐酸和硝酸无法溶解的铌、钽等元素, 将溶液静置沉淀, 对测量 P 没有影响。

1 工作曲线的配制

根据不同牌号的高温合金中基体元素和共存元素的含量范围, 选择适当的基体与共存元素基本一致的标准物质, 按照样品制备方法进行样品溶解, 移入 50mL 容量瓶中, 并加入适量的 P 标准溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀, 制成工作曲线系列溶液。得到工作曲线的相关系数为 0.997。

2 光谱干扰的研究与分析线的选择

通过谱线轮廓的扫描进行基体元素与共存元素

对磷 4 条分析线 177.440nm, 178.229nm, 213.618nm, 214.914nm 的干扰研究, P177.440nm, P178.229nm 这两条分析线精密度和检出限都较差, 此外, 为了减少空气的吸收, 一般采用充气或真空系统。P214.914nm 这条分析线存在干扰元素较多, 检出限不灵敏, 无法满足要求。由于高温合金中基体元素和共存元素对 P213.618nm 没有显著的谱线重叠的光谱干扰, 存在背景干扰, 可以通过加入元素匹配来消除, 因此选择 P213.618nm 作为分析线。

3 精密度与准确度

在标准物质中加入和在样品中加入适量的 P 标准溶液, 当 $P \geq 0.009\%$ 范围内, 本方法的回收率在 96.0%~110.0% 之间, RSD 在 1.5%~8.1% 之间, 试验结果证明: 该方法准确、可靠, 可满足科研及生产测试的要求。

收稿日期: 2001-11-08; 修订日期: 2002-08-08

作者简介: 李汉超 (1977-), 男, 助理工程师, 联系地址: 北京市 81 信箱 19 分箱 (100095)。