

ICP-AES 测定铸造锌合金中的金属元素

ICP-066

摘要: 本文参考《GB/T 12689.12-2004》方法标准, 使用 ICP-AES 测定了铸造锌合金 ZznAID5-1 和 ZznAID6-4 中的 7 种金属元素。实验结果表明, 该方法所测元素线性关系及重复性良好, 定量准确, 线性相关系数大于 0.9998, RSD 值均小于 1.0%。该方法可以满足铸造锌合金样品中 Al、Cu、Cd、Fe、Mg、Pb 和 Sn 等有效合金元素和有害杂质元素含量的测定要求。

关键词: 有色金属 材料 铸造锌合金 ICP-AES 有效合金元素 有害杂质元素 基体匹配

锌是一种重要的金属材料, 也是在金属工业中重点发展的金属之一, 锌合金可以取代铝合金、铜合金等等, 最主要可以节约能源降低原材料的合理使用, 降低成本。铸造锌合金主要适合于压力铸造与重力铸造的技术, 用来浇筑汽车、拖拉机等机电部门的仪表壳, 或者是浇筑各种起重设备, 机床水泵等轴地轴承等。铸造锌合金成分中, 有效合金元素: 铝、铜、镁; 有害杂质元素: 铅、镉、锡、铁。因此, 对铸造锌合金中化学成分的控制检测就非常重要, 对于指导生产、开发锌合金新品种、把握锌合金产品质量具有极其重要的意义。本文参考《GB/T 12689.12-2004 锌及锌合金化学分析方法 铅、镉、铁、铜、锡、铝、砷、锑、镁、镧、铈量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》方法标准, 建立了 ICP-AES 法测定铸造锌合金中有效合金元素和有害杂质元素含量的方法。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用; 实验所用 HNO₃ 试剂优级纯试剂, 实验用水为超纯去离子。

1.3 样品的前处理

称取约 0.5 g 高纯锌 (≥ 99.999%) 和铸造锌合金 ZznAID5-1、ZznAID6-4 样品于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10 mL 去离子水, 8 mL 硝酸, 低温加热至样品分解完全, 冷却至室温, 用纯水多次冲洗聚四氟乙烯烧杯, 转移定容至 100 mL 容量瓶中, 测定 Cd、Fe、Mg、Pb 和 Sn 元素; 样品稀释 50 倍后测定 Al 和 Cu 元素。

结果与讨论

2.1 测量参数和分析线的选择

仪器稳定后, 按表 1 仪器工作条件, 标准曲线法计算结果。

表1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	等离子气流速 (L/min)	辅助气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频功率 (kW)
轴向纵向	同心	轴向	旋流	10	0.6	0.7	27.12	1.2

因采用基体匹配法制备工作曲线, 因此只考虑光谱干扰和背景的影响, 选择干扰少的谱线, 且灵敏度能够满足测定要求。根据元素含量和灵敏度的高和低, 分别选择纵向观测和轴向观测同时进行测定, 提高分析效率。待分析元素的分析谱线及观测方式, 请见表 2。

表2 分析线及观测方式

元素	分析线 (nm)	观测方式	元素	分析线 (nm)	观测方式
Al	396.153	轴向	Mg	280.270	纵向
Cd	226.502	轴向	Pb	220.353	轴向
Cu	324.754	轴向	Sn	189.989	轴向
Fe	259.940	轴向			

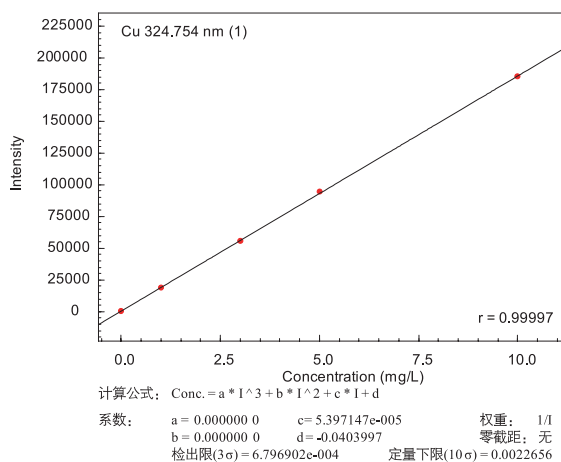
2.2 标准曲线

分别采用基体匹配法配制 Al、Cu 和 Cd、Fe、Mg、Pb、Sn 元素的标准溶液。

表3 各元素标准曲线浓度

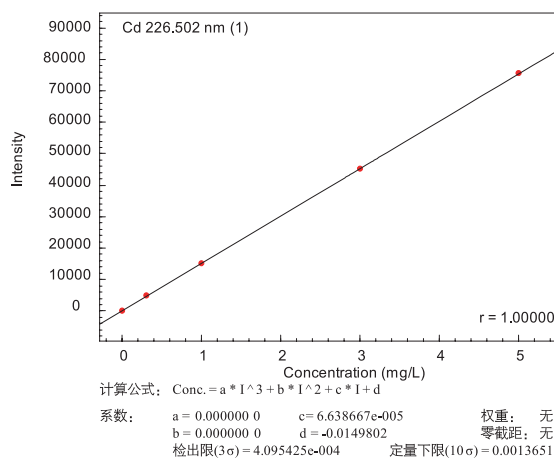
元素	标准曲线浓度 (mg/L)				
Al	0.0	1.0	3.0	5.0	10.0
Cd	0.0	0.3	1.0	3.0	5.0
Cu	0.0	1.0	3.0	5.0	10.0
Fe	0.0	1.0	3.0	5.0	10.0
Mg	0.0	1.0	3.0	5.0	10.0
Pb	0.0	0.50	1.0	3.0	5.0
Sn	0.0	0.30	1.0	3.0	5.0

部分元素的标准曲线如下



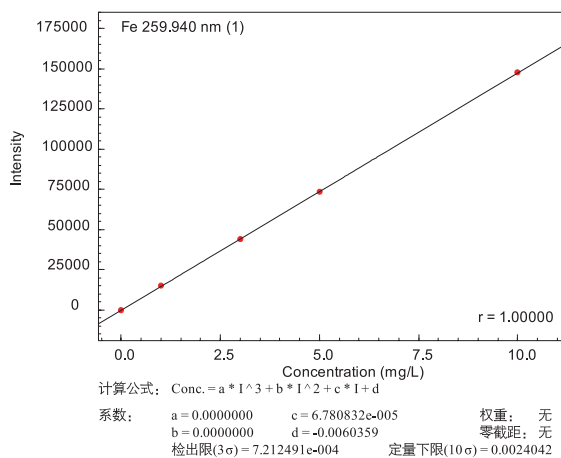
R=0.99997

图1 Cu的标准曲线



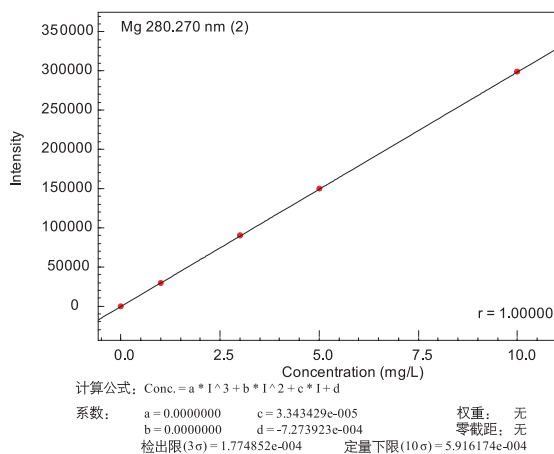
R=1.00000

图2 Cd的标准曲线



R=1.00000

图3 Fe的标准曲线



R=1.00000

图4 Mg的标准曲线

2.3 部分元素的谱峰轮廓

Al 396.153 Best
条件1

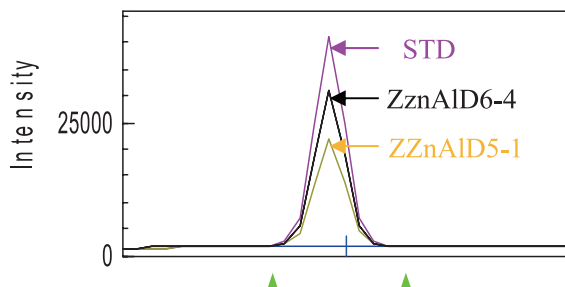


图5 Al元素谱峰轮廓图

Cu 324.754 Best
条件1

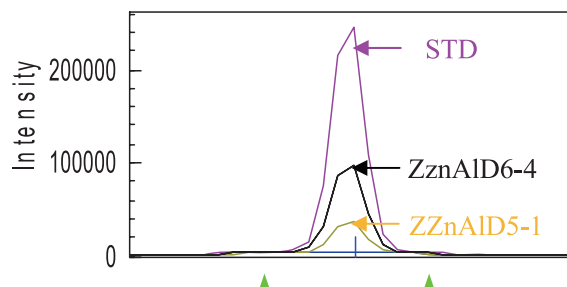


图6 Cu元素谱峰轮廓图

Fe 259.940 Best
条件1

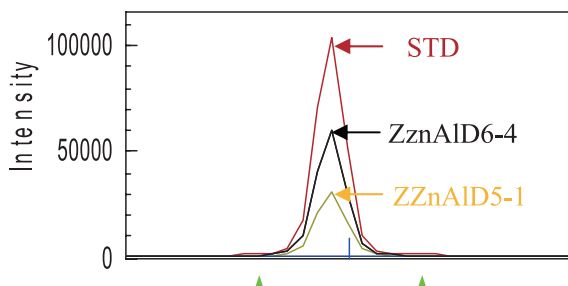


图7 Fe元素谱峰轮廓图

Mg 280.270 Best
条件2

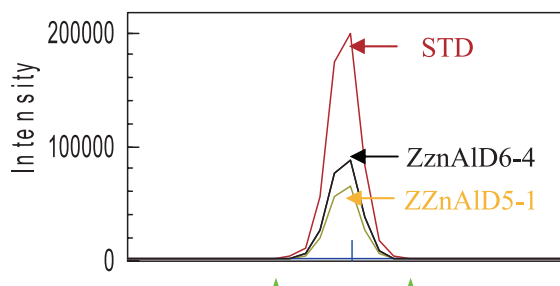


图8 Mg元素谱峰轮廓图

2.4 方法的检出限

高纯锌 (≥ 99.999%) 空白溶液连续测定 10 次, 3 倍空白溶液浓度的标准偏差计算此方法的各元素检测限, 其结果见表 4。

表4 各元素检出限

元素	检出限(mg/L)	元素	检出限(mg/L)
Al	0.002	Mg	0.0002
Cd	0.0004	Pb	0.007
Cu	0.0007	Sn	0.005
Fe	0.0007		

2.5 分析结果

以铸造锌合金 ZznAID5-1 和 ZznAID6-4 为质控样品进行测定, 该铸造锌合金标准品中给定所有元素推荐值的测定结果, 请见表 5。

表5 铸造锌合金样品分析结果

元素	ZznAID5-1			ZznAID6-4		
	测定值 (%)	标准推荐值 (%)	RSD (%)	测定值 (%)	标准推荐值 (%)	RSD (%)
Al	5.13	5.13	0.34	7.45	7.49	0.33
Cd	0.0052	0.0056	0.37	0.0050	0.0056	0.21
Cu	1.34	1.34	0.37	3.95	3.93	0.45
Fe	0.030	0.033	0.33	0.058	0.058	0.16
Mg	0.033	0.037	0.73	0.045	0.048	0.66
Pb	0.018	0.018	0.24	0.0094	0.0092	0.66
Sn	0.0031	0.0031	0.39	0.0048	0.0049	0.81

■ 结论

本文参考《GB/T 12689.12-2004 锌及锌合金化学分析方法 铅、镉、铁、铜、锡、铝、砷、锑、镁、镧、铈量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》方法标准，建立了 ICP-AES 法测定铸造锌合金中金属元素的方法。文中使用岛津全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 测定了铸造锌合金 ZnAlD5-1 和 ZnAlD6-4 中 7 种金属元素的含量，该方法前处理简单，采用基体匹配法建立标准工作曲线光谱干扰和背景影响小，所测元素线性关系及重复性良好，定量准确，测定元素线性相关系数均大于 0.9998，RSD 值均小于 1.0%。该方法可以满足铸造锌合金样品中 Al、Cu、Cd、Fe、Mg、Pb 和 Sn 等有效合金元素和有害杂质元素含量的测定要求。