

ICP-AES 法测定镁合金中的多种金属元素

ICP-085

摘要：本文参考了国家标准《GB/T 13748.20-2009 镁及镁合金化学分析方法第 20 部分 ICP-AES 测定元素含量》，ICP-AES 法测定了 GBW 02351 稀土镁合金 (Magnesium Alloy) 中的多种金属元素的含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好 $r > 0.99991$ ，方法检出限低，精密度高，RSD 小于 1.0%，测定结果与标准值吻合，可同时测定镁合金中的多种金属元素。

关键词：镁合金 金属元素 ICP-AES

镁合金是最轻的结构金属材料之一，镁合金比铝合金轻 36%、比锌合金轻 73%、比钢轻 77%，具有和钢一样的强度，却和塑料一样轻，而且加工成本低、加工能量仅为铝合金的 70%，并易于回收。镁合金广泛应用于汽车制造和航天工业，通过不同的元素配比能够得到不同物理性能特点的镁合金材料，比如镁-铝-锌为主要成分的镁合金的抗拉强度很高，而镁-锌-铝为主要成分的镁合金具有更好的抗疲劳性能。为了研究

镁合金中多种金属成分对镁合金性能的影响，对镁合金中的元素组成和含量准确测定是非常有意义的。本文参考了《GB/T 13748.20-2009 镁及镁合金化学分析方法第 20 部分 ICP-AES 测定元素含量》国家标准，使用选择合适测量波长和标准加入法消除了高含量镁的基体干扰和光谱干扰，建立了 ICP-AES 法测定镁合金中的多种金属元素含量的分析方法。

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 HCl、

HF 和 H_2O_2 均为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向纵向	同心	标准	旋流	1.2	14	0.7	27.12	1.2

结果讨论

2.1 样品的前处理及标准曲线

精确称取约 0.5 g 镁合金试样于聚四氟乙烯烧杯中，少量水润湿，加入 10 mL HCl (1+1)，待剧烈反应停止后，加入 1~2 滴 HF 酸，低温加热分解，直至完全消解为澄清透明溶液，转移至 50 mL 容量瓶，使用纯水配置 Cu, Mn, Ni 元素的不同浓度的标准溶液，如表 2。另外精确称取约 0.5 g 镁合金试样于聚四氟乙烯烧杯中，按上述方法消解完全后，纯水定容于 250 mL 容量瓶中，取 5 mL 样品溶液于 100 mL 容量瓶中，并以使用 1.0% (体积比) 盐酸溶液配制 Zn 元素的不同浓度的标准溶液，如表 3。

表 2 各元素标准液浓度 (单位: mg/L)

元素	波长 (nm)	MSA1	MSA2	MSA3	MSA4	MSA5
Cu	327.396	0	0.10	0.20	0.40	1.00
Mn	257.610	0	0.50	1.00	2.00	5.00
Ni	231.604	0	0.10	0.20	0.40	1.00

表 3 各元素标准液浓度 (单位: mg/L)

元素	波长 (nm)	MSA6	MSA7	MS8	MSA9	MSA10
Zn*	213.856	0	1.00	3.00	5.00	10.00

* 为纵向观测方式。

2.2 元素的标准曲线

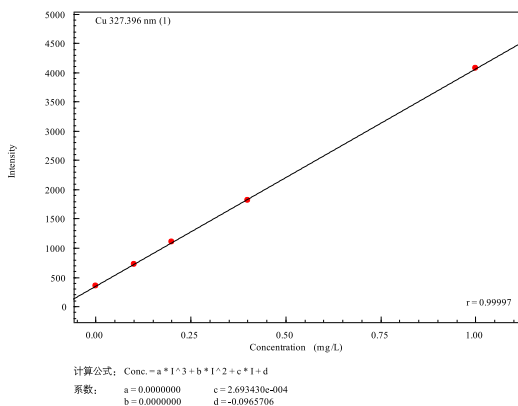


图 1 Cu 元素标准曲线

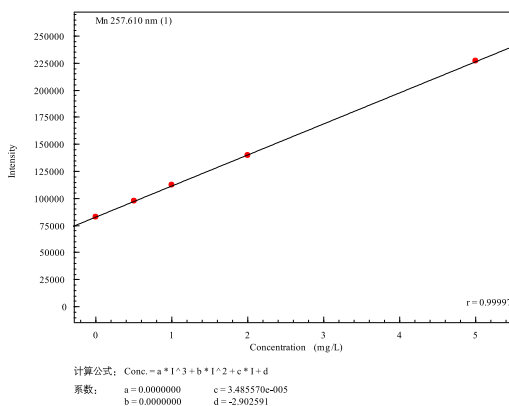


图 2 Mn 元素标准曲线

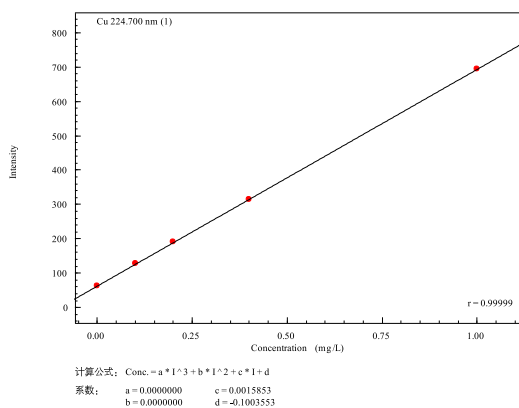


图 3 Ni 元素标准曲线

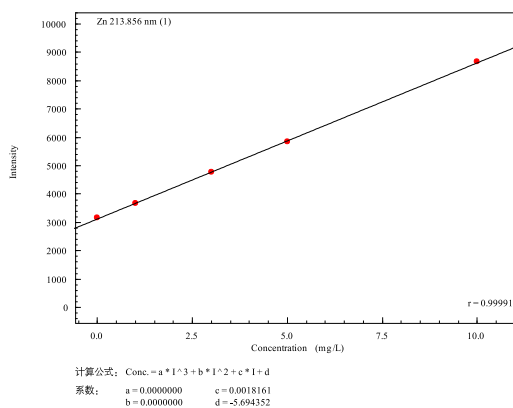


图 4 Zn 元素标准曲线

2.3 元素的谱峰轮廓

Cu 327.396 Best
条件1

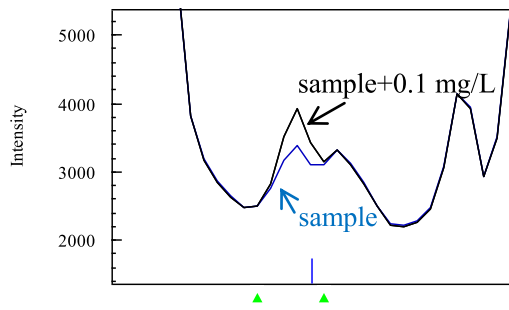


图 5 Cu 元素谱峰轮廓

Mn 257.610 Best
条件1

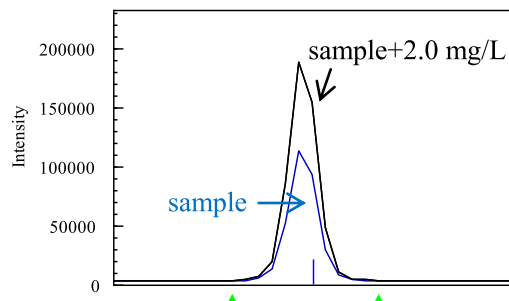


图 6 Mn 元素谱峰轮廓

Ni 231.604 Best
条件1

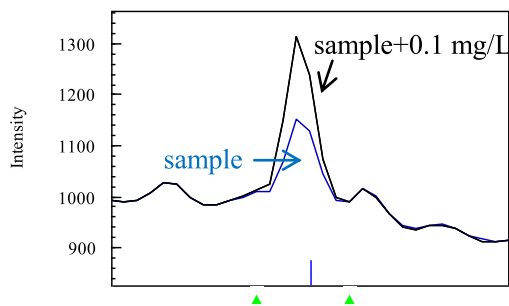


图 7 Ni 元素谱峰轮廓

Zn 213.856 Best
条件1

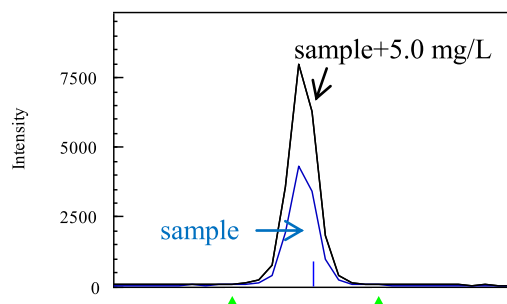


图 8 Zn 元素谱峰轮廓

2.4 镁合金样品分析结果

使用 ICP-AES 标准加入法测定 GBW 02351 稀土镁合金中的 4 种金属元素含量，测量结果如表 4。

表4 GBW02351稀土镁合金分析结果

测定元素	波长 (nm)	GBW02351 标准值	GBW02351 测定结果	单位	RSD (%)
Cu	327.396	8.9±0.7	9.56	mg/Kg	0.61
Mn	257.610	280±10	287.00	mg/Kg	0.33
Ni	231.604	9.3±0.8	99.01	mg/Kg	0.47
Zn	213.856	57600±200	57500	mg/Kg	0.26

结论

本文参考镁合金国家标准，采用 ICP-AES 标准加入法测定了 GBW 02351 稀土镁合金 (Magnesium Alloy) 中的 4 种金属元素的含量。实验结果表明，该方法线性相关系数良好 $r > 0.99991$ ，精密度高，RSD 均小于 1.0%，方法检出限低，测定结果准确，分析结果与标准值吻合，可准确测定镁合金中的多种金属元素。