

# 碱熔-ICP-AES 法测定铝合金中的多种金属元素

## ICP-130

**摘要：**本文参考《SN/T 2264-2009 铝合金中铜、铁、镁、锰、硅、钛、钒、锌和锆的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法》，采用氢氧化钠、过氧化氢和硝酸溶解铝合金试样，结合基体匹配法，使用 ICP-AES 测定了铝合金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  $r > 0.99995$ ，方法检出限低，精密度高，RSD 小于 3.0%，测定结果与标准值吻合，加标回收率 94%~107%，可同时测定铝合金中大于 0.5% 以上的硅及其他多种金属元素。

**关键词：**铝合金 金属元素 硅 ICP-AES 基体匹配

铝合金是工业中应用最广泛的一类有色金属结构材料，在航空、航天、汽车、机械制造、船舶及化学工业中已大量应用。工业经济的飞速发展，对铝合金焊接结构件的需求日益增多，使铝合金的焊接性研究也随之深入。目前铝合金是应用最多的合金。本文参考《SN/T 2264-2009 铝合金中铜、铁、镁、锰、硅、钛、钒、锌

和锆的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法》，采用氢氧化钠、过氧化氢和硝酸溶解铝合金试样，结合基体匹配 ICP-AES 法测定了铝合金中的多种金属元素的含量。建立了可同时测定铝合金中大于 0.5% 以上的硅及其他多种金属元素含量的分析方法。

### 实验部分

#### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 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 NaOH、HNO<sub>3</sub> 和 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 均为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

#### 1.3 仪器参数

岛津全谱直读型 ICPE-9820 (CCD 检测器) 采用真空型光室设计以及轴向和径向自动切换功能，可高通量低成本的实现全元素高低含量同时分析。实验采用适合高含量分析的径向观测及低灵敏度模式，可大大提高分析效率，节省分析时间。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	炬管类型	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)
径向	同心	标准	旋流	1.2	14	0.7	27.12	1.2

#### 1.4 样品的前处理

精确称取约 0.1 g 铝合金样品置于聚四氟乙烯中，加入 10 mL 50 g/L 的氢氧化钠溶液，电热板上缓缓加热至样品反应完全，液体呈粘稠状，取下冷却，加入 20 mL 水，再加入 10 mL (1+1) 硝酸，稍加摇动，加热至大部分盐溶解，滴加过氧化氢溶液 (3+97, V/V) 至沉淀溶解，微沸赶走多余的过氧化氢，继续加热至溶液澄清，冷却至室温，转移至 100 mL 容量瓶中，去离子水定容至刻度，混匀待测。

## 1.5 工作曲线的配制

称取 0.5000 g 高纯铝 (>99.99%) 置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 25 mL 100 g/L 的氢氧化钠溶液, 加热反应缓缓进行, 直至铝完全溶解, 并浓缩至粘稠状, 冷却, 加入 25 mL 浓硝酸, 摇匀继续加热至溶液澄清, 冷却后用少量水冲洗, 转移定容至 100 mL 容量瓶中。作为基体匹配母液, 配制元素混合标准溶液, 各元素标准曲线如表 2。

表2 工作曲线(mg/L)

元素	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Cr	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00
Cu	0.00	10.0	20.0	40.0	80.0
Fe	0.00	3.00	5.00	10.0	30.0
Mg	0.00	3.00	5.00	10.0	30.0
Mn	0.00	3.00	5.00	10.0	30.0
Si	0.00	3.00	5.00	10.0	30.0
Ti	0.00	0.50	1.00	3.00	5.00

## 结果讨论

### 2.1 部分元素的标准曲线

由于已进行基体匹配, 只考虑光谱干扰和背景影响确定分析谱线。选择灵敏度高且无共存元素干扰的谱线作为分析线。岛津 ICPESolution 软件具有独特的“最佳波长优化”功能, 可根据各元素波长灵敏度和信噪比以及谱线间相互干扰情况, 自动选择最佳波长。

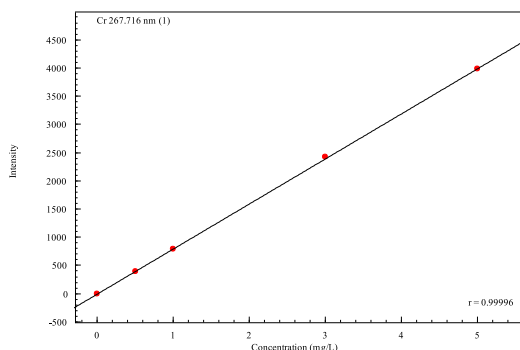


图1 Cr 元素标准曲线图

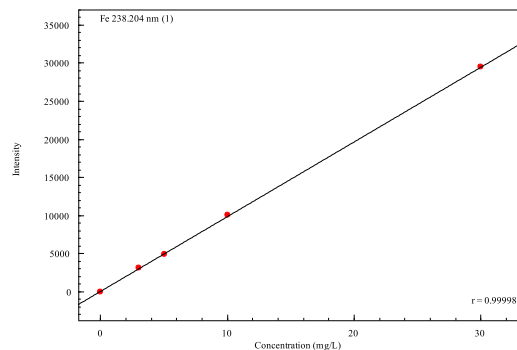


图2 Fe 元素标准曲线

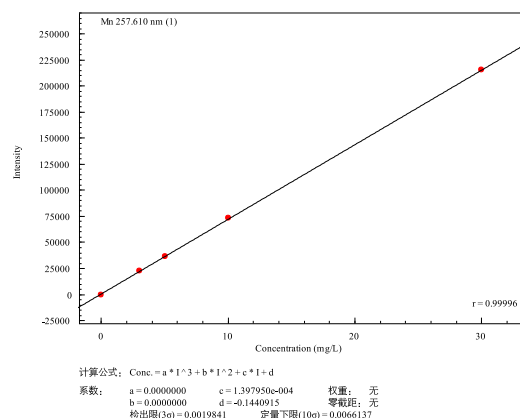


图3 Mn 元素标准曲线

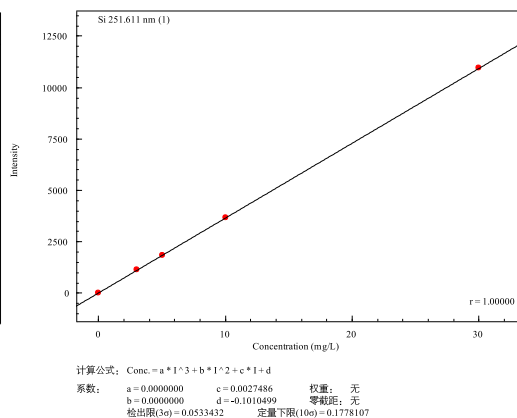


图4 Si 元素标准曲线

## 2.2 元素的谱峰轮廓

Cr 267.716 Best

条件1

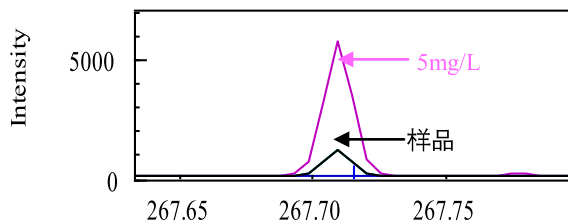


图5 Cr 元素谱峰轮廓

Fe 238.204 Best

条件1

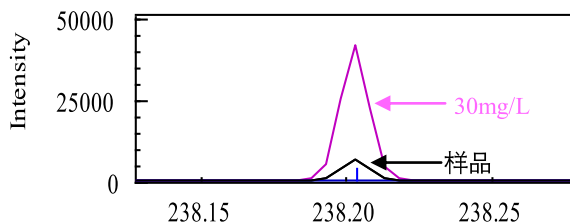


图6 Fe 元素谱峰轮廓

Mn 257.610 Best

条件1

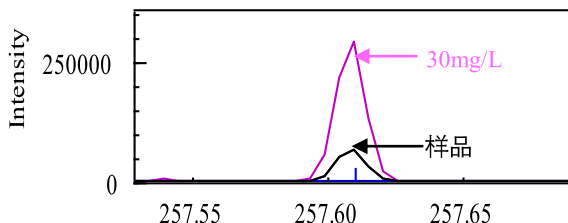


图7 Mn 元素谱峰轮廓

Si 251.611 Best

条件1

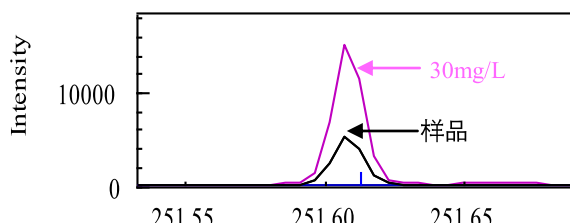


图8 Si 元素谱峰轮廓

## 2.3 铝合金样品分析结果

使用 ICPE-9820 直接测定了铝合金样品 (LD6 冶金工业部情报标准研究所) 中的多种金属元素的含量。对样品空白的分析元素进行 10 次测定, 软件中设置 [显示定量下限], 标准曲线自动计算各元素的检出限 ( $3\sigma$ )。实验结果见表 3。

表3 铝合金分析结果

测定元素	观测方向	分析波长 (nm)	检出限 (mg/L)	LD6 标准值 (%)	测定结果 (%)	回收率 (%)	RSD (%)
Cr	径向	267.716	0.017	0.098	0.099	94.2	2.53
Cu	径向	324.754	0.005	2.37	2.35	102.5	2.58
Fe	径向	238.204	0.017	0.52	0.50	100.8	1.89
Mg	径向	285.213	0.012	0.67	0.67	99.6	2.23
Mn	径向	257.610	0.002	0.69	0.70	101.1	2.11
Si	径向	251.611	0.05	1.06	1.06	107.3	1.74
Ti	径向	334.941	0.004	0.066	0.064	98.1	2.41

## ■ 结论

采用氢氧化钠、过氧化氢和硝酸溶解铝合金试样，结合基体匹配法，使用岛津 ICPE-9820 测定了 LD6 铝合金中的多种金属元素的含量。岛津 ICPE-9820 采用独家设计的等离子体光室，实现高通量低成本的多元素同时分析；垂直炬管设计，可有效减少样品残留和防止炬管积盐。操作软件自动推荐最佳波长功能，保证了测定结果准确度和精密度。该方法线性相关系数良好  $r > 0.99995$ ，方法检出限低，精密度高，RSD 小于 3.0%，测定结果与标准值吻合，加标回收率 94%~107%，可同时测定铝合金中大于 0.5% 以上的硅等多种金属元素含量。