

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES) 测定 5XXX 系铝合金中的高镁含量

田永红 刘海生

(中国铝业 西北铝加工厂, 甘肃 陇西 748111)

摘 要 采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定 5XXX 系铝合金中的高镁含量, 选择 20 mL 稀王水溶液溶解试样, 以消除合金中的基体元素及其它共存元素的干扰为目标, 选择测定镁含量的分析谱线为 280.270 nm。分别称取与分析试样基体近似的三种铝合金标准物质 0.100 0 g, 按试样相同的溶解方法处理并定容至 100 mL, 选择仪器工作条件, 制作分析曲线, 进行曲线校准, 按照同样的方法对 4 个样品各测定 6 次, 测定值的相对标准偏差均不大于 0.59%, 用标准加入法测得加标回收率在 94.0%~104.0%, 测定值和环己二胺四乙酸分离络合滴定法测定的 5XXX 系铝合金中的镁量结果一致。

关键词 电感耦合等离子体原子发射光谱法; 5XXX 系铝合金; 高镁

中图分类号: O657.31; TH744.11 文献标志码: A 文章编号: 2095-1035(2015)02-0062-03

Determination of Magnesia in 5XXX Series Al Alloy by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

TIAN Yonghong, LIU Haisheng

(Chinalco Northwest Aluminum Processing Plant, Longxi, Gansu 748111, China)

Abstract In the present paper, the content of magnesia in 5XXX series aluminum alloy was determined by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES). The sample was digested by 20 mL dilute aqua regia medium to overcome the interference of matrix elements and other coexisting elements in the alloy then the content of magnesium was measured by ICP-AES at 280.270 nm as analytical spectral line. Three kinds of aluminum alloy standard materials, as well as the sample (with the similar matrix) were weighed to 0.100 0g for digestion, then the digestion solutions was kept at 100 mL. Instruments operating parameters were studied and calibration curves were made. The above-mentioned four samples were determined six times, respectively. The relative standard deviations (RSDs) were less than 0.59%. The recovery was in the range of 94.0%~104.0%. The measured values of magnesia obtained by the proposed method in 5XXX series aluminum alloy were consistent with those obtained by 1,2-diaminocyclohexane tetraacetic acid separation and complexometric titration method.

Keywords inductively coupled plasma atomic emission spectrometry; 5XXX series Al alloy; magnesia

0 前言

5XXX 系铝合金也称为铝镁合金, 其主要基体

元素为铝, 含镁量在 3%~6%, 主要特点是密度低, 抗拉强度高, 延伸率高, 广泛应用于在液体或气体介质中工作的低载荷零件, 如邮箱、汽油或润滑油导

收稿日期: 2014-12-03 修回日期: 2015-02-05

作者简介: 田永红, 男, 工程师, 主要从事材料分析研究。Email: yh_tian@xbl.chalco.com.cn

管,各种液体容器和其它用深拉制作的小负荷零件,也常用于机动车辆、船舶的钣金件,仪表、街灯支架与铆钉、五金制品、电器外壳等。目前,铝镁合金中高镁含量的分析检测主要采用环己二胺四乙酸(CDTA)分离络合滴定法、氰化钾掩蔽络合滴定法和光电直读光谱分析法三种分析方法。然而,环己二胺四乙酸分离络合滴定法分析速度慢,时间长,已跟不上炉前生产的需要;氰化钾掩蔽络合滴定法中所使用的氰化钾试剂为剧毒品,若浓度大于 10 mg/L 就会造成人员中毒,在市场上现已很难购到,且其废液对环境也造成了危害;光电直读光谱分析法虽然速度较快,但对试样的均匀性有较高的要求。所以,能否提高 5XXX 系铝合金中高镁含量的分析效率已成为一个亟待解决的问题。

近年来,随着光谱仪器的发展^[1],电感耦合等离子体原子发射光谱法已经成为合金中元素测定的重要方法^[2-5],为此,采用灵敏度更高、分析速度更快的电感耦合等离子体原子发射光谱仪进行 5XXX 系铝合金中镁元素含量的分析。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

iCAP6300 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪(赛默飞世尔科技公司);玻璃同心雾化室;GYA-4C 型氦气净化机;UPT 超纯水机。

E236 标准物质:镁质量百分数为 3.93%;E233 标准物质:镁质量百分数为 6.33%;E235 标准物质:镁质量百分数为 9.96%。

镁标准溶液(1.000 g/L):购自国家钢铁材料测试中心。

盐酸、硝酸为优级纯。实验用水为超纯水。

1.2 仪器工作参数

仪器的最优工作参数:射频功率为 1 150 W,雾化器气体流量为 0.70 L/min,辅助气流量为 0.5 L/min,蠕动泵转速为 45 r/min。

1.3 实验方法

1.3.1 标准样品及待测试样溶液的制备

分别准确称取标准物质 E233、E235、E236 和待测试样各 0.100 0 g 于 100 mL 干净的烧杯中,缓慢加入稀王水 20 mL,待剧烈反应缓和后,用 10 mL 水冲洗杯壁,并冷却至室温,转移至 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

1.3.2 样品的测定

设定仪器工作条件,以标准物质 E233、E235、E236 中镁元素含量为标准建立工作曲线,并运行校正标准,完成曲线的校准,在此曲线下测定样品,得出此样品溶液中镁元素含量。

2 结果与讨论

2.1 分析线的选择

电感耦合等离子体原子发射光谱仪在分析镁元素时,基体铝及其它共存元素会对镁元素产生光谱干扰,为优选镁元素分析谱线,首先为镁元素初选灵敏度满足测定要求的 4 条较强的镁元素谱线,并进行干扰实验,同时测得镁质量百分数为 4.98% 的同一标准物质对比结果见表 1。

表 1 同一标准物质分别在 4 条谱线下连续 6 次的分析结果

Table 1 Analytical results of the same standard material of four spectral line of the analysis of six times in a row(n=6) /%

波长/nm	分析结果						平均值	标准偏差	RSD
	1	2	3	4	5	6			
202.582	4.966	4.965	5.017	4.977	4.967	5.019	4.985	0.026	0.52
279.079	4.974	4.965	4.956	5.000	4.985	5.007	4.981	0.012	0.24
280.270	4.978	4.982	4.977	4.983	4.980	4.989	4.981	0.004	0.088
285.213	4.980	4.992	4.971	4.974	4.988	4.956	4.977	0.013	0.26

由表 1 可知:镁在谱线 279.079 nm 和 280.270 nm 下连续 6 次测得的平均值均为 4.981%,更接近 4.98% 的真值,但在谱线 279.079 nm 下分析的数据的相对标准偏差为 0.24%,而在谱线 280.270 nm 下分析的数据的相对标准偏差为 0.088%,相比之下谱线 280.270 nm 下的分析结果更好,故本实验选择谱线 280.270 nm 作为分析谱线。

2.2 溶样酸的选择

分别使用盐酸(1+1)、硝酸(1+1)和稀王水对

铝镁合金样品进行溶解实验,结果发现:使用以上 3 种酸进行溶解试样,所得的测定值与理论值均相接近,但溶解速度以稀王水最快,且个别试样中的杂质不易溶于盐酸(1+1)及硝酸(1+1)中,所以实验选用稀王水作为溶解酸。

2.3 曲线校准

分别用溶解好的标准样品 E233、E235、E236 进行曲线校准,以发射强度为纵坐标,镁元素含量为横坐标绘制曲线,得出其线性相关系数为 0.999 992,

其曲线图见图 1。

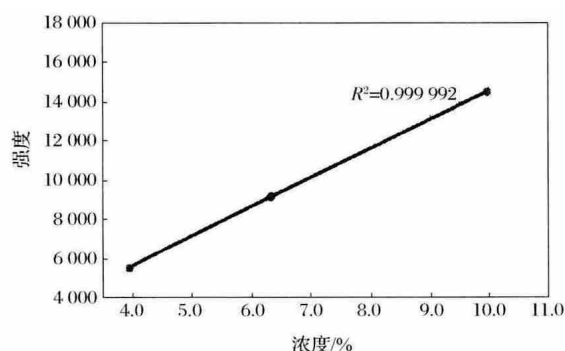


图 1 铝合金中镁元素曲线校准图

Figure 1 Curve graph of magnesium in aluminum magnesium alloy.

2.4 精密度实验

按实验方法分别对镁质量百分数为 1[#] (3.93%), 2[#] (4.98%), 3[#] (5.44%) 和 4[#] (6.82%) 的四个铝镁合金样品平行测定 6 次, 计算其相对标准偏差, 结果见表 2。

表 2 精密度实验结果

Table 2 Precision tests of the method ($n=6$) /%

样品	测定平均值	标准偏差	RSD
样品 1 [#]	3.931	0.023	0.59
样品 2 [#]	4.982	0.017	0.34
样品 3 [#]	5.440	0.010	0.18
样品 4 [#]	6.819	0.008	0.12

由表 2 可见, 镁含量在 5.44%~6.82% 范围内时, $RSD < 0.2\%$; 镁含量在 3.93%~5.44% 范围内时, $RSD < 0.6\%$ 。表明该方法操作性强, 精密度和重现性较好, 可以满足 5XXX 系铝合金中高镁含量测定的需要。

2.5 加标回收实验

为评估方法测定结果的准确性, 分别称取 6 份同一标准物质 0.100 0 g, 缓慢加入 20 mL 稀王水, 待剧烈反应缓和后, 冷却至室温, 转移至 100 mL 容量瓶中, 分别加入 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 和 3.0 mg 镁标准溶液 (1.000 g/L) 进行加标回收实验, 结果见表 3。

表 3 加标回收实验结果

Table 3 Recovery tests of the method /%

测定值	加标量	测定总量	回收率
4.981	0.5	5.451	94.0
4.981	1.0	5.941	96.0
4.981	1.5	6.541	104.0
4.981	2.0	6.941	98.0
4.981	2.5	7.431	98.0
4.981	3.0	8.041	102.0

由表 3 可知: 本方法测定铝镁合金中镁元素的加标回收率在 94.0%~104.0%, 说明方法结果准确、可靠。

2.6 方法对比

用 CDTA 分离络合滴定法对镁含量为 3.93%、4.98%、5.44% 和 6.82% 的四个铝合金样品进行测定, 并将测定结果与实验方法所测得结果进行对比, 结果见表 4。

表 4 铝合金样品对比分析结果

Table 4 Compasion of determination of Mg in aluminum alloy samples /%

分析方法	测定值			
	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]
ICP-AES 法	3.931	4.982	5.440	6.819
CDTA 分离络合滴定法	3.927	4.980	5.443	6.824

3 结论

采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定 5XXX 系铝合金中的高镁含量, 于试样同等处理条件下溶解试样相近标准物质作为曲线校准标准溶液, 有效地消除了基体和共存元素的干扰, 通过精密度实验、加标回收实验和方法对比实验可知, 该方法安全可靠, 简便快捷, 能准确测定 5XXX 系铝合金中的高镁含量, 综合指标达到了预期目标, 完全能满足快速分析的需要。与过去一直沿用的氰化钾络合滴定法相比较, 具有低毒低耗、分析重复性更好、分析结果更加准确的特点, 并减少了安全隐患、管理成本和环境污染, 也缩短了炉前高镁合金的分析时间, 提高了生产效率。

参考文献

- [1] 李佗, 杨军红. 次灵敏线火焰原子吸收光谱法测定镍镁合金中镁[J]. 中国无机分析化学, 2012, 2(1): 67-69.
- [2] 阮桂色. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)技术的应用进展[J]. 中国无机分析化学, 2011, 1(4): 15-18.
- [3] 谢丽云, 张敏. ICP-AES 法测定铝及铝合金中 24 种元素[J]. 有色金属加工, 2006, 35(3): 20-21.
- [4] 李帆, 田丹华, 张宝松, 等. ICP-AES 法测定铝合金中主量元素和杂质元素的方法[J]. 材料工程, 2002(12): 19-21.
- [5] 鲍叶琳, 刘鹏宇. 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定稀土镁合金中钕[J]. 中国无机分析化学, 2013, 3(增刊): 83-85.