

ICP-AES 测定铝-钛-硼合金中的 16 种元素

蒋苏琼^① 邓飞跃 易慧芝 刘燕

(中南大学化学化工学院 长沙市麓山南路 932 号 410083)

摘要 电感耦合等离子体-原子发射光谱法(ICP-AES)测定铝-钛-硼合金中钛、硼、铁、硅、镓、铜、锶、锆、锌、镁、锰、镍、铅、钒、镉和铬等 16 种元素含量。对分析线的选择、铝基体的干扰、样品的预处理过程进行了探讨。经实验,方法的回收率在 95%—110% 之间,测定结果的相对标准偏差($n=6$)在 0.4%—3.0% 之间。该方法准确、快速,具有良好的精密度和准确度,适用于日常生产检测。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法; 铝-钛-硼合金; 金属元素

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2011)02-0569-04

1 引言

铝-钛-硼合金是目前国际上广泛应用的细化效果最佳的铝合金晶粒细化剂,它对变形铝合金和铸造铝合金的颗粒有良好的细化效果。目前我国生产的铝-钛-硼合金已经能够满足国内生产的需要,并出口到国外,由于国内外市场竞争日益激烈,如何准确、快速测定合金中各元素的含量,以提高产品的质量和性能成为当务之急。

对于铝合金中各元素的测定有很多报道^[1-4],但对铝-钛-硼合金中多种元素的同时测定至今没有相关报道,本文研究了铝-钛-硼合金中 16 种元素同时测定的条件,对分析线的选择、铝基体的干扰、样品的预处理过程进行了探讨,建立了 ICP-AES 测定铝-钛-硼合金中 16 种元素的测定方法,该法准确,快速,简单。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

SPECTRO GENESIS 电感耦合等离子体发射光谱仪(德国斯派克公司)。

高纯氩气: $\geq 99.995\%$;

各元素标准储备液: 钛、硼、铁、硅、镓、铜、锶、锆、锌、镁、锰、镍、铅、钒、镉、铬等 16 种元素的单元素溶液标准物质,质量浓度均为 1000mg/L(国家钢铁测试中心),使用时逐级稀释;

高纯金属铝(99.999%,上海 TADE 公司);

实验所用其他试剂均为优级纯。实验用水为高纯水。

2.2 仪器工作条件

仪器的最佳工作条件需要综合考虑矩管寿命、气体消耗量、进样量、灵敏度和稳定性等各方面

^① 联系人,手机: (0) 15116451649; E-mail: jsq003@163.com

作者简介: 蒋苏琼(1986—),女,湖南省永州市人,在读硕士,主要从事原子光谱分析方法研究工作。

收稿日期: 2010-06-07; 接受日期: 2010-07-21

因素。通过分别实验高频发射器功率、辅助气流量、蠕动泵速度对各元素发射强度的影响,优化仪器分析条件,具体条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

工作条件	高频功率 (W)	辅助气流量 (L/min)	雾化器流量 (L/min)	蠕动泵速度 (r/min)	观测高度 (mm)
设定参数	1300	1	0.75	100	15

2.3 样品分析

称取 0.2000g 试样于 100 mL 四氟乙烯烧杯中,加入 25mL 盐酸(1+ 1),待剧烈反应停止后,低温加热溶解,逐滴加入 0.5mL 30% 过氧化氢至样品完全溶解,煮沸除去过氧化氢,待试液冷却至室温后用高纯水定容于 100 mL 容量瓶中。随同做样品空白试验,按仪器选定的工作条件进行测试。

3 结果与讨论

3.1 分析线的选择

根据试样中含量相对高低和可能存在互相干扰的元素,从谱线库中选出多条谱线,用自配的标准溶液进行多次重复测定,查出各元素的谱图,根据元素的灵敏度、强度、检出限、干扰情况、稳定性和校准曲线的线性,选择各元素的分析线及其相关系数见表 2。

表 2 分析线及相关系数

元素	波长(nm)	相关系数	元素	波长(nm)	相关系数
Ti	334.9	0.9989	Zn	213.9	0.9989
B	249.8	0.9999	Mn	257.6	0.9999
Fe	259.9	0.9999	Mg	279.6	0.9999
Si	251.6	0.9997	Ni	231.6	0.9979
Ga	417.2	0.9999	Pb	220.4	0.9999
Cu	324.8	0.9999	V	292.5	0.9999
Sr	407.8	0.9979	Cd	214.4	0.9979
Zr	339.2	0.9999	Cr	267.7	0.9999

3.2 铝基体的影响及消除

铝是样品中的主要成分,它属于原子谱线较多的元素,对待测元素谱线强度有抑制作用,存在谱线的重叠干扰,它的强发射杂散光使背景增强、信背比变小、精密度和检出限变差^[5]。本实验过程中,为消除干扰,采用基体匹配法。即在配制标准溶液时,加入与被测样品含量相当的高纯金属铝 0.1800g(样品中铝的质量分数约为 90%),并使所配制标准溶液的酸度与样品尽量一致,达到消除基体干扰,保证雾化效率一致的目的^[6]。

3.3 溶剂的影响

多数铝合金既可用酸溶也可用碱溶,而铝-钛-硼合金可以直接用盐酸溶解,加过氧化氢助溶。氢氧化钠则难以使样品完全溶解,会使一些元素(比如锰、铁、钛、镁)产生沉淀,从而导致测定结果偏低。并且引入大量钠离子后会对待测元素产生基体干扰,用酸溶则基本没有影响。

3.4 酸介质的比较

称取 0.2000g 样品分别用盐酸(1+ 1)和硝酸(1+ 1) 25mL 溶解,经过比较,用盐酸溶解样品只需要 5min,而用硝酸溶则要 30min,大大延长了样品的预处理时间,并且硝酸与铝合金易产生钝化作用使样品溶解不完全^[7]。因此本实验选用盐酸溶解试样。

3.5 盐酸的用量

称取 0.2000g 样品于四氟乙烯烧杯中,分别加入盐酸(1+ 1) 17、20、23、26、29、32mL,测定各元

素谱线强度。结果表明,大部分分析元素的谱线强度随加入盐酸的增大而减弱,加入量在 20—26mL 时,光强基本稳定。大于 26mL 时明显减弱,见表 3。因此,实验所加入盐酸量应尽量保持一致,考虑到溶液需保持一定的酸度,本实验选择加入盐酸 23mL。

表 3 盐酸加入量对各元素谱线强度的影响

元素	光强值(keps)					
	17mL	20mL	23mL	26mL	29mL	32mL
Ti	70160	71560	71210	70001	69720	69260
B	2380	2330	2350	2310	2275	2270
Fe	340	339	338	337	334	334
Si	92.61	93.37	93.29	93.97	91.83	91.12
Cr	10.1	10	9.9	9.9	9.8	9.8
Mg	2000	1900	1800	1800	1050	975
V	15.2	15.1	15.1	15.0	14.9	14.7
Zn	38.96	37.18	37.81	35.14	34.35	27.72
Zr	47.22	47.00	47.05	46.98	46.85	45.68
Ni	6.4	6.3	6.4	6.4	6.2	6.0
Ga	946	943	931	935	932	930
Cd	9.5	9.6	9.5	9.4	9.1	9.1
Cu	5.8	5.7	5.6	5.7	5.5	5.4
Mn	49.42	44.08	45.00	44.52	39.82	40.74
Pb	9.8	9.7	9.6	9.5	9.1	9.0
Sr	318	319	315	312	282	285

3.6 检出限、回收率和精密度实验

由于铝-钛-硼合金至今没有国家标准物或者是行业标准物,为了评价方法的精密度和准确度,在选定的仪器工作条件下,对样品进行了精密度以及加标回收实验,实验结果见表 4。连续进空白溶液 11 次,计算出各元素的标准偏差 σ ,以标准偏差的 3 倍值为仪器对该元素的检出限。可以看出,本方法具有较低的检出限,较高的回收率(95%—110%)和较好的精密度(相对标准偏差不大于 3%)。

表 4 方法的检出限、回收率和精密度

(n=6)

元素	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测得值 (%)	加标量 (%)	测得总量 (%)	回收率 (%)	RSD (%)
Ti	7.6	4.922	2.5	7.464	102	1.1
B	3.0	0.992	0.50	1.513	104	0.9
Fe	5.1	0.187	0.25	0.434	99	0.6
Si	5.4	0.124	0.25	0.366	97	1.5
Ga	3.7	0.379	0.25	0.640	104	0.8
Cu	5.4	0.173	0.25	0.425	101	0.7
Sr	5.1	0.063	0.10	0.165	102	1.1
Zr	2.2	0.053	0.10	0.151	98	0.5
Zn	6.6	0.026	0.025	0.052	104	0.4
Mg	8.1	0.013	0.025	0.039	104	0.8
Mn	12	0.012	0.025	0.039	108	1.4
Ni	11	0.009	0.020	0.028	95	1.6
Pb	14	0.003	0.010	0.014	110	3.0
V	3.9	0.004	0.010	0.014	100	2.7
Cr	7.1	0.001	0.010	0.012	110	2.5
Cd	7.8	0.001	0.010	0.011	100	2.8

4 结论

采用 ICP-AES 测定铝-钛-硼合金中 16 种元素,方法简单可行,准确可信,能够满足日常生产中快速检测的要求。

参考文献

- [1] 何建国. 电感耦合等离子体-原子发射光谱法测定铝合金中 7 种元素含量[J]. 光谱实验室, 2007, **24**(3): 444—446.
- [2] 陶俊. 电感耦合等离子体发射光谱法测定铝合金中多元素[J]. 理化检验(化学分册), 2007, **43**(9): 769—770.
- [3] 赵爱东, 陈洪利. 等离子体发射光谱法测定铝合金中的杂质元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2001, **21**(5): 647—648.
- [4] 周志勇, 张延红, 张涛. ICP-AES 测定铝合金中 Mg、Be、Mn、Mo、Fe、Ti、Si 和 Zn[J]. 光谱实验室, 2008, **25**(4): 581—583.
- [5] 费浩, 卢菊生. ICP-AES 法测定铝及铝合金中 7 种杂质元素[J]. 冶金分析, 2004, **24**(4): 28—30.
- [6] 陈乔华, 郑艳明, 王继才等. ICP-AES 测定铝合金中的锰、镁、铬、铜、镍、铁、钛、锌[J]. 河北化工, 2009, **23**(1): 55—56.
- [7] 钟志光, 张海峰, 谢燕良等. 回流冷凝试样消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝合金中铅、镉、铬和汞[J]. 理化检验(化学分册), 2006, **42**(12): 1000—1002.

Determination of Sixteen Elements in Al-Ti-B Alloys by ICP-AES

JIANG Su-Qiong DENG Fei-Yue YI Hui-Zhi LIU Yan

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Central South University, Changsha 410083, P. R. China)

Abstract The amounts of sixteen elements (Ti, B, Fe, Si, Ga, Cu, Sr, Zr, Zn, Mn, Mg, Ni, Pb, V, Cd and Cr) in Al-Ti-B alloys were determined simultaneously by ICP-AES. The analytical lines, matrix effect of aluminum and the pretreatment were studied. The relative standard deviation and the recovery of the method were in the range of 0.4%—3.0% ($n=6$), 95%—110%, respectively. The method is accurate and simple with satisfactory precision and accuracy, and is suitable for routine control analysis.

Key words ICP-AES; Al-Ti-B Alloys; Metal Elements

上网查阅核心期刊的方法

1. 在浏览器的地址栏上输入“核心期刊”。当出现菜单后,点击“核心期刊目录”,再点击“中文核心期刊要目总览(2008版)”,即可查阅各学科的“核心期刊”。若要查阅《光谱实验室》,请查第4编:自然科学,再查06/07—化学/晶体学,第21号即是。

也可以在浏览器的地址栏上输入 www.google.cn 或 www.baidu.com,再输入“核心期刊”后,点击“中文核心期刊要目总览(2008版)”,即可查阅各学科的“核心期刊”。

2. 上中国期刊网,点击“核心期刊导航”。

1) 在浏览器上输入“www.cnki.net”然后回车,进入中国知网(即中国期刊网)首页。

2) 找到“学术文献总库特色导航”,点击“期刊大全(9268种)”,进入“中国学术文献网络出版总库”。

3) 点击左侧“核心期刊导航”,首页出现后,找到“第四编自然科学(351种期刊)”,即可查阅自然科学各学科的“核心期刊”。若要查阅《光谱实验室》,请点击“化学/晶体学类”,出现期刊的“图形方式”(即期刊的封面)后,在第1页的第3排左起第2图即为《光谱实验室》。点击《光谱实验室》即可查阅有关内容。

论文一般在发表两个月之后,上网才能检索到。