

ICP-AES 测定铝合金中 Mg、Be、Mn、Mo、Fe、Ti、Si 和 Zn

周智勇^{①a, b} 张廷红^c 张 涛^a

a(绵阳市水务集团水质检测中心 四川省绵阳市顺河后街 7 号 621000)

b(西南交通大学环境学院 成都市 610031)

c(西南科技大学材料学院 四川省绵阳市 621000)

摘 要 采用 ICP-AES 同时测定铝合金中合金元素和杂质元素, 优化 ICP 光谱仪的工作条件, 测定回收率 96%—106%, RSD 0.28%—6.26%, 结果令人满意。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法, 铝合金, 镁, 铍, 锰, 钼, 硅, 钛, 铁, 锌。

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2008)04-0581-03

1 前言

铝镁合金广泛应用于各行各业, 在铝合金中添加不同的特殊金属元素如镁, 铍, 钛, 锌等元素以改善合金的性能, 以适应不同的需求; 但同时必须控制杂质元素铁, 钼, 锰, 硅来提高合金的质量。ICP-AES 法具有快速、准确、稳定、线性范围宽、重现性好的优点, 本文研究了铝合金中镁, 铍, 锰, 钼, 硅, 钛, 铁, 锌的分析方法, 优化前处理条件, 找出最佳工作条件, 测定回收率 96%—106%, RSD 0.28%—6.26%。

2 实验方法

2.1 仪器及工作条件^[1, 2]

Atomscan Advantage ICP-AES(美国热电公司);
AE-100 电子天平(瑞士梅特勒公司) 精度: $\pm 0.1\text{mg}$;
辅助气流量: $1.0(\text{L}/\text{min})$; 雾化气流量: $1.85(\text{L}/\text{min})$; 积分时间: $5(\text{s})$
仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

项目	元素						
	Mg	Be	Ti	Zn	Fe	Mn	Si
分析波长(nm)	285.2	234.8	336.1	213.8	259.94	257.6	251.6
RF 功率(W)	1150	1150	1150	1150	1150	950	1150

2.2 试剂及标准溶液

盐酸、硝酸均为优级纯; 试验室用水为二次去离子水(电阻率 $18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$)
标准储备溶液: 镁、铍、锌、钛、铁、锰、钼标准溶液($1000\mu\text{g}/\text{mL}$); 硅标准溶液($500\mu\text{g}/\text{mL}$)(国家

① 联系人, 电话: (0816) 2680227(办); E-mail: axatz@163.com
作者简介: 周智勇(1970—), 男, 四川省绵阳市人, 工程师, 主要从事化学和光谱分析工作。
收稿日期: 2008-01-12; 接受日期: 2008-02-01

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.c

钢铁材料测试中心)

标准溶液: 将标准储备溶液按合金中各组分的含量要求, 稀释成混合标准溶液, 各组分的浓度分别为: 镁 20.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、锌 5.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、钛 2.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、铍 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、铁 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、锰 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、钼 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、硅 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.3 样品处理

准确称取合金的样品 0.1—0.2g(准确至 0.0001g) 于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10mL 王水, 盖上表面皿。在电热板上加热消解 10min, 冷却至室温, 用二次去离子水定容至 1000mL。

2.4 测定

校准曲线绘制^[3]

由于 ICP-AES 对于许多元素的动态线形范围可达 4—6 个数量级, 因此采用两点校正法即可得到满意的结果。本实验采用试剂空白为零点校正, 标准溶液浓度值为标准校正点作出校准曲线。

样品测定

将处理好的样品直接上机测定。

3 结果与讨论

3.1 仪器条件选择

波长选择: 由于样品中各元素的含量差异很大, 因此波长的选择较为关键。根据样品中各元素的含量大小, 并对样品、标准、空白进行波长扫描, 按照对含量高的、选择无干扰次灵敏线作分析线, 含量低选择无干扰的最灵敏线作分析线。

功率选择: 实验表明, 当功率为 1150W 时测定镁, 铍, 硅, 钛, 铁, 锌; 功率为 950W 时测定锰; 功率为 1350W 时测定钼, 其发射强度大且稳定。

3.2 样品处理方法研究

本实验分别采用了盐酸、硝酸、王水等 3 种消解方法处理样品。结果表明, 采用王水处理效果最好, 优于 HCl-HNO₃。

3.3 检出限及测定下限

按照国际理论与应用化学联合会(IUPAC) 的规定, 测定空白溶液 11 次, 用 3 σ 计算检出限, Mg: 8 $\mu\text{g}/\text{L}$; Be: 0.6 $\mu\text{g}/\text{L}$; Ti: 2 $\mu\text{g}/\text{L}$; Zn: 2 $\mu\text{g}/\text{L}$; Fe: 3 $\mu\text{g}/\text{L}$; Mn: 1 $\mu\text{g}/\text{L}$; Si: 15 $\mu\text{g}/\text{L}$; Mo: 9 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

3.4 样品回收率实验及相对标准偏差

对铝镁合金样品加入一定量的被测元素的标准溶液进行回收实验, 结果见下表 2。

表 2 回收率实验结果					($\mu\text{g}/\text{mL}$)
元素	样品含量	加入标准量	测定结果	回收率(%)	RSD(%, n= 6)
镁	6.95	5.0	12.26	106	0.67
锌	1.32	1.0	2.373	105	0.96
钛	0.211	0.1	0.327	116	0.72
铍	0.028	0.1	0.129	101	0.28
铁	0.134	0.1	0.231	97	1.49
锰	0.002	0.1	0.100	98	6.26
硅	0.157	0.1	0.260	103	4.80
钼	0.009	0.1	0.105	96	1.37

3.5 样品分析

对绵阳市某厂的铝镁合金样品进行分析, 测试结果如下表 3。

表 3 样品分析结果 (%)

元素	Mg	Be	Ti	Zn	Fe	Mn	Si	Mo
结果	6.95	0.028	0.208	1.32	0.134	0.001	0.119	0.009

参考文献

[1] 邓跃全,董发勤,马铃,周智勇.纤维矿物粉尘与生物物质作用液中 Ca、Mg、Zn、Mn、Al、K、Si、Fe、P 元素的 ICP-AES 测定[J].光谱实验室,2003,20(6):880—883.

[2] 邓跃全,马铃,周智勇.生活饮用水中微量元素的 ICP-AES 测定[J].国外分析仪器技术与应用,2001,(1):74—76.

[3] 李帆,邹斌.ICP-AES 测定镁合金中的痕量 Zr、Fe、Ni[J].光谱实验室,2002,19(6):762—764.

Determination of Mg, Be, Mn, Mo, Fe, Ti, Si, Zn in Aluminum Alloy by ICP-AES

ZHOU Zhi-Yong^{a,b} ZHANG Ting-Hong^c ZHANG Tao^a

^a(Mianyang Municipal Water Works Corporation, Mianyang, Sichuan 621000, P. R. China)

^b(School of Environmental, Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, P. R. China)

^c(School of Materials, Southwest University of Science and Technology, Mianyang, Sichuan 621000, P. R. China)

Abstract Elements and impurity elements in aluminum alloy were determined by ICP-AES. The work conditions of ICP spectrometer were optimized. The recovery is in the range of 96%—106% with RSD of 0.28%—6.26%. The result are satisfactory.

Key words ICP-AES, Aluminum Alloy, Mg, Be, Mn, Mo, Si, Ti, Fe, Zn.

《卢嘉锡纪念馆》
(后语)

《光谱实验室》编辑部

著名科学家、教育家和社会活动家卢嘉锡，离开我们已有六七年了，但他的音容笑貌仍经常浮现在我们心中。

我们《光谱实验室》杂志不是由国家或单位投资，而是由科技人员自筹经费，在有关单位领导同志和科技人员的支持下，经国家批准创办的。这一“民间”性质的刊物，争议较多，但得到卢嘉锡同志充分肯定和支持。他为本刊两次题写刊名，向国家有关部门推荐本刊，并称赞《光谱实验室》是：“自力更生…勇攀高峰”的刊物。同卢嘉锡同志不多的接触中，我们感到：他不仅是德高望重的师长，而且也是和蔼可亲、平易近人的朋友。

为了纪念和发扬卢嘉锡同志的光辉业绩，我们决定自筹经费，自行选编，在北京郊区《北京天科邮票展览馆》内建立《卢嘉锡纪念馆》，以卢嘉锡从事教学、科研和社会活动的照片为主，相关说明为辅，免费参观。馆舍是比较简陋的。

著名教育家、清华大学老校长梅贻琦说过：“失学者，非谓有大楼之谓也，有大师之谓也。”同理，纪念馆者，非谓有大楼之谓也，有大师之谓也。”我们坚信这一理念。

卢嘉锡活在我们心中！

(原载 2001 年第 4 期《光谱实验室》，本馆 2008 年 4 月 6 日有增删)