

电感耦合等离子体发射光谱仪测定铝合金中硅、铁等 10 种元素含量

1 前言

铝合金广泛用于各行各业，是一种新型的结构材料和功能材料，与传统的结构材料相比，铝合金材料具有强度高、质量轻、抗腐蚀性强、污染少、成本低。在铝合金中添加不同的特殊金属元素以改善合金的性能，可适应不同的需求，但同时必须控制杂质元素来提高合金的质量。铝合金因其合金元素含量不同，性能不同。因此铝合金广泛应用于汽车、船舶、航空、航天、机械制造、轨道交通等行业中。

传统的铝合金中各元素含量分析的方法有分光光度法、原子吸收光谱法和光电直读光谱法。前两种方法分析元素单一，操作复杂，费时费力，工作效率低；光电直读光谱法可以多元素同时分析，操作简便，但只能分析块状样品。电感耦合等离子体原子发射光谱法具有灵敏度高、分析速度快、基体效应小、线性范围宽、多元素同时分析、对样品形状无特定要求等优点，广泛应用于冶金、化工地质等行业。

本文参考国家标准《GB/T 20975.25-2020 铝及铝合金化学分析方法 第 25 部分：元素含量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法》，对铝合金中 Mn、Mg、Cr、Fe、Ti、V、Zn、Cu、Si、Ni 采用谱育 EXPEC 6000R 电感耦合等离子体发射光谱仪对铝合金中无机元素进行方法验证。

关键词：ICP-OES，铝合金，元素含量

2 实验部分

2.1 仪器

EXPEC 6000R 型电感耦合等离子体发射光谱仪，电子天平，



图 1 电感耦合等离子体发射光谱仪 EXPEC 6000R 型

2.2 试剂及标准溶液

高纯铝：纯度大于 99.999%

硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

盐酸： $\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

超纯水：电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ (25°C)，其余指标满足 GB/T 6682 中一级标准。

标准溶液：Cr、Fe、Ti、V、Zn、Cu、Si、Mn、Mg、Ni 单元素标准溶液 1000mg/L (国家有色金属及电子材料分析测试中心)

氩气：高纯氩气、纯度 99.999%

纯水：18.2M Ω 去离子水

2.3 样品前处理

自购的带证书值的标准合金 ZBY5211 作为样品进行实验，按照表 1 称取样品，精确至 0.0001g。适量加入一定量王水，至试料完全溶解。冷却至室温定容。

铝基处理：称取 5 g 高纯铝粉置于聚四氟乙烯烧杯中，加入 15ml 逆王水置于电热板上加热 120°C ，直至样品消解完全，超纯水定容至 100 mL，配置成 5% 铝基体作为基体储备液使用。

表 1 样品溶样比列

质量分数/%	试料/g	试液体积/ml
<0.01	0.5	20
$\geq 0.01-5.0$	0.1	50

2.4 标液配置

根据试液中铝含量，移取适量的铝基体溶液于一组 100ml 容量瓶中，使标准溶液中的铝量与测试液中铝量基本一致，并制备 10 种元素混合标准储备液，按照逐级稀释方式，根据实际测试浓度配置标准溶液。

表 2 标准曲线浓度 (单位: $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)

元素编号	元素	标准溶液浓度	铝基体浓度
1	Cr、Fe、Ti、V、Zn、Cu、Si	0/0.1/0.2/1/2/4/10	2000
2	Mn、Mg	0/1/2/10/20/40/100	
3	Ni	0/0.25/0.5/2.5/5/10/25	25000

2.5 仪器参数

EXPEC 6000R 电感耦合等离子体光谱仪 (ICP-OES) 的工作参数见表 3。

表 3 ICP-OES 仪器参数

参数	设置
泵速(rpm)	50
RF 功率/W	1150
辅助气(L/min)	1.0
观测方式	径向
雾化气(L/min)	0.5
冷却气(L/min)	12
分析时间(s)	智能积分

3 结果与讨论

3.1 标准曲线与检出限

选择被测元素合适的分析谱线, 绘制标准曲线, 结果可知线性系数 $R > 0.9995$, 线性较好。检出限的测定采用最低稀释倍数绘制标准曲线, 并对其样品空白连续进行 11 次测定, 计算各个元素的方法检出限, 线性系数及方法检出限结果列于表 4。

表 4 待测元素分析线, 线性系数及检出限

元素	波长/nm	相关系数 R	检出限 (%)
Si	251.611	0.99998	0.00056
Fe	261.187	0.99996	0.00013
Cu	327.396	0.99999	0.00018
Mg	285.213	0.99999	0.00001
Mn	257.610	0.99998	0.00001
Cr	283.563	0.99997	0.00006
Ni	231.604	0.99990	0.00008
Zn	213.856	0.99998	0.00003
Ti	336.121	0.99996	0.00005
V	310.230	0.99998	0.00005

3.2 精密度测试

对样品进行连续 7 次测试, 其结果精密度 $RSD < 3\%$ 均比较理想, 表明该方法

适用于铝合金中不同含量的元素测定。

表 5 样品精密度数据 (%)

元素	1#	2#	3#	4#	5#	6#	7#	均值	RSD
Cu	4.30	4.32	4.31	4.33	4.28	4.32	4.33	4.31	0.42
Cr	0.0188	0.0190	0.0191	0.0198	0.0190	0.0197	0.0193	0.0192	1.96
Fe	0.345	0.339	0.345	0.342	0.340	0.339	0.342	0.342	0.75
Mg	1.55	1.54	1.55	1.54	1.54	1.54	1.53	1.54	0.45
Mn	0.561	0.565	0.562	0.562	0.554	0.552	0.553	0.558	0.94
Ti	0.0164	0.0163	0.0159	0.0158	0.0165	0.0160	0.0170	0.0163	2.55
V	0.0105	0.0103	0.0100	0.0101	0.0105	0.0105	0.0108	0.0104	2.63
Zn	0.504	0.511	0.507	0.508	0.507	0.510	0.504	0.507	0.53
Ni	0.0033	0.0032	0.0033	0.0034	0.0034	0.0035	0.0033	0.0033	2.92

3.3 铝合金标样测定

用 ICP-OES 分析铝合金标准样品，其测定值与加标回收率结果如表 5 所示：各分析元素重复测定平行两次测定计算其均值。并与标准值对比，其绝对差值满足标准 GB/T 20975.25-2020 要求的再现性限，各元素的回收率均在 98.2%-102.4%之间，测试结果准确度较高、重现性好。

表 6 铝合金中元素的测量结果

元素	测定值/%	测定均值/%	标准值/%	回收率/%	绝对差值/%	标准再现性限/%
Cu	4.31	4.30	4.22	98.2	0.080	0.170
	4.28					
Cr	0.0192	0.019	0.019	99.3	0.0000	0.0025
	0.0189					
Fe	0.344	0.342	0.340	102.4	0.002	0.022
	0.340					
Mg	1.54	1.54	1.53	101.3	0.010	0.070
	1.53					
Mn	0.564	0.562	0.552	99.8	0.010	0.033
	0.560					
Ti	0.0159	0.016	0.016	97.6	0.0000	0.0023
	0.0161					
V	0.0105	0.0105	0.010	98.3	0.0005	0.0020
	0.0104					
Zn	0.508	0.507	0.507	98.6	0.0000	0.030
	0.506					
Ni	0.0032	0.0033	0.0035	99.8	0.0002	0.0005
	0.0033					

结论

上述实验结果表明,采用标准配置 EXPEC 6000R 型电感耦合等离子体发射光谱仪测定铝合金样品中的元素含量,该方法对研究铝合金材料的性能具有重要意义。测定结果表明:待测元素的方法检出限为 0.00002~0.00064%,加标回收率为 98.2%-102.4%之间,其测定的绝对误差满足国标 GB/T 20975.25-202 要求再现性限。该方法快速、数据可靠性高,可以广泛的应用铝合金含量的检测工作中。