

铝中间合金金属元素的 ICP 分析方法研究

骆帝兴

(河南中孚实业股份有限公司技术中心, 河南 巩义 451200)

摘要: 通过试验, 提出了用电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP) 分析铝中间合金中的金属元素 Zn、Ti、Si、Mg、Ni、Cr、Fe、Mn、Cu 的分析方法, 分析研究了样品的溶样条件, 各元素选用的最佳分析谱线, 以及光谱仪的工作条件。试验结果表明, 该方法测定铝中间合金中的 Zn、Ti、Si、Mg、Ni、Cr、Fe、Mn、Cu 元素的分析误差及精密度满足 GB/T20975.25-2008 技术要求, 分析结果令人满意, 方法准确、快速, 效率高。

关键词: ICP; 分析谱线; 工作条件; 精密度

前言

随着铝产品在人们生活中的应用逐渐普及, 人们对其产品质量的要求也越来越高, 杂质元素的控制也越来越严。在铝行业, 对铝中间合金成分的控制通常所采用的分析手段是化学分析和原子吸收光谱法, 该分析方法是逐个对元素成分进行测定, 分析流程长, 比较繁琐, 分析效率较低。因此, 电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP) 是较为理想的分析设备, 该设备主要用于对各类样品中主量、微量及痕量元素进行定性、半定量和定量分析。具有灵敏度高、精密度好、线性范围宽, 无电极污染, 可同时测定多种元素的优点。近年来, 在冶金、地质、化工、环保等领域得到广泛应用。

铝中间合金是铝加工中重要的基础原料, 为了控制铝加工中的杂质成分, 需要对铝中间合金中杂质元素的含量进行分析。本文根据我公司生产情况, 从分析样品的仪器、试剂、系列标准溶液、仪器工作条件和分析谱线等方面, 分析研究铝中间合金中 Zn、Ti、Si、Mg、Ni、Cr、Fe、Mn、Cu 元素在 ICP 上分析的溶样条件、工作条件等, 并建立测定铝中间合金上述元素的分析方法。

1、分析仪器

分析设备为美国 PE 公司生产的 OPTIMA8000, 频率 40-68MHZ, 功率 1500W, 波长范围 165~850nm, 检测器为 CCD 检测器。动态范围 $\geq 10^6$, 能准确分析出中量 (1%以上)、常量 (0.01%) 和微量 (1ppm 以下) 元素, 及分析主量 (50%以上) 和常量 (0.01%) 元素的功能。精密度: 1ppm 混合多元素溶液, $CV < 0.5\%$ 。稳定性: 1 小时 $RSD < 1\%$, 4 小时

RSD<2%。分辨率：在 200nm 处，像素分辨率：≤0.003nm。雾化器：标配耐 HF 酸耐高盐分的雾化器，耐：50% (v/v) HCl、HNO₃、H₂SO₄、H₃PO₄，20% (v/v) HF，30% (w/v) NaOH 以及 30% 的高盐样品，炬管为可拆卸式结构。

2、主要试剂

高纯铝（99.99%以上），盐酸、硝酸均为优级纯，多元素标准溶液，硅标准溶液。

盐酸（1+1）溶液：优级纯盐酸与水按 1 比 1 的比例进行配制；

硝酸（1+1）溶液：优级纯硝酸与水按 1 比 1 的比例进行配制；

混合酸：盐酸（1+1）溶液与硝酸（1+1）溶液按 3 比 1 的比例混合；

3、系列标准溶液

配制系列标准溶液浓度，建立工作曲线（见表 1）。

表 1 系列标准溶液浓度

系列标准溶液浓度 (ug/ml)	0	1	5	10
多元素标液体积 (ml)	0	1	5	10
Si 标液体积 (ml)	0	1	5	10
混合酸体积 (ml)	8			
铝基体体积 (ml)	12.5			

系列标准溶液的配制应保证所分析试样的结果，落在系列标准溶液所建立的曲线之内。

铝基体：用量需与称样量中的 AL 含量保持一致，使标液中各元素所处的环境和试样中元素的环境保持一致。

4、仪器工作条件

4.1 光谱仪：读取时间 1~5s；45s 延迟时间，重复 2 次测量。

4.2 取样器：等离子气体流量 15L/min，辅助气体流量 0.2L/min，雾化气流量 0.55L/min，观测高度 15mm，光源稳定延迟 15s，试样流量 2ml/min，冲洗时间 45s。

5、元素分析谱线（见表 2）