第 11 卷第 1 期
2021 年 2 月

中国无机分析化学
Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry

Vol. 11, No. 1
73～75

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2021.01.015

电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定 ZL101 铸铝合金中硅的含量

翟声明　冯霖　王翔*　赵立亚

(山西银光华盛镁业股份有限公司,山西 闻喜 043800)

摘　要　采用氢氧化钠溶解样品,建立了电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定 ZL101 铸铝合金中硅含量的分析方法。实验过程中优化了仪器的工作条件,选择硅测定最佳分析谱线。用含被测元素的标准样品绘制工作曲线,代替常用的内标工作曲线来校正方法,以消除共存元素和基体物质的影响。实验表明,硅测定的相关系数大于 0.999,相对标准偏差为 0.92%(n=10)。方法准确快速、精密度高,分析结果完全能够满足工业化生产控制要求。

关键词　电感耦合等离子体原子发射光谱;铸铝合金;硅

中图分类号:O657.31;TH744.11　　**文献标志码**:A　　**文章编号**:2095-1035(2021)01-0073-03

Determination of Silicon in Cast Aluminium Alloy ZL101 by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry(ICP-AES)

ZHAI Shengming, FENG Lin, WANG Xiang*, ZHAO Liya

(*Shanxi Yinguang Huasheng Magnesium Co., Ltd, Wenxi, Shanxi 043800, China*)

Abstract　Using sodium hydroxide to dissolve the sample, an analytical method for determining the silicon content of cast aluminium alloy ZL101 by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) was established. During the experiment, the working conditions of the instrument were optimized, and the best analytical line for silicon determination was selected. In order to eliminate the influence of coexisting elements and matrix substances, the method was corrected by the standard sample containing the tested elements, which instead of the usual internal standard working curve. The experiment data indicates that the correlation coefficient of silicon determined is greater than 0.999, and the relative standard deviation is 0.92%(n=10) in this method. The method is accurate, fast and high precision, and completely satisfy the requirements of industrial production and control.

Keywords　ICP-AES; cast aluminium alloy; silicon content; standard working curve

前言

我国作为世界上有色金属铸件的生产和消费大国之一,有色金属铸造已成为支撑国民经济发展的重要新兴产业,而铸铝合金的生产更是其中强有力的支柱,以其优越的性能广泛应用于航空工业及民用工业中。

收稿日期:2020-04-02　　**修回日期**:2020-05-10

作者简介:翟声明,男,工程师,主要从事矿产品、冶金产品的分析研究。

* **通信作者**:王翔,男,助理工程师,主要从事铝、镁合金产品的检验研究。E-mail:2399388578@qq.com

本文引用格式:翟声明,冯霖,王翔,等.电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定 ZL101 铸铝合金中硅的含量[J].中国无机分析化学,2021,11(1):73-75.

ZHAI Shengming, FENG Lin, WANG Xiang, et al. Determination of Silicon in Cast Aluminium Alloy ZL101 by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2021, 11(1): 73-75.

现代铸造铝合金按主要加入元素可分为四个系列，即铝硅系、铝铜系、铝镁系及铝锌系。对于绝大多数的铸铝合金，硅元素的添加于材料本身的各种性能都有着不容忽视的作用。所以，准确、快速地测定铸铝合金中硅的含量，将直接影响车间能否及时生产出合格优质的产品。

对于铸铝合金中高含量硅的测定，一般采用重量法[1]，适用范围是 0.30%～25.00%，该法虽测定范围较宽，具有较高的准确度，但是操作繁琐费时费力且不适用于较大批量试样的分析。低含量硅的测定通常采用硅钼蓝分光光度法[2]，适用范围为 0.0010%～0.40%，此方法虽灵敏度较高，但对其测定条件 pH 值及温度的要求又较为苛刻。与经典的化学分析法相比，电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法具有检出限低、准确度高、线性范围灵活可调，试样用量少且多种元素可同时测定等优点，是当前适用范围较广的分析方法[3-4]。本文利用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，探究试样溶解条件及加酸量对铸铝 ZL101 合金中硅含量测定的影响，确定电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定铸铝 ZL101 合金中硅含量的工作参数。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

6300 型电感耦合等离子体原子发射光谱仪(美国赛默飞世尔公司)；电子天平(梅特勒-托利多(上海)有限公司)；摩尔(MoLecular)纯水机。

高纯氩气(大于 99.99%)；氢氧化钠溶液(GR，400 g/L)；盐酸(AR，1+1)；硝酸(AR)；铸造铝合金 ZL105A 标准物质(山东省冶金设计研究院)；实验用水为去离子超纯水。

1.2 仪器参数

ICP-AES 仪的工作参数：观测模式为垂直，高度 12 mm，射频功率 1 150 W，等离子气体压力 0.55～0.7 MPa，等离子体气流速 12 L/min，雾化气体流量 0.6 L/min，辅助气流量 0.5 L/min，蠕动泵速度 50 r/min。

1.3 实验方法

样品测定根据样品中的硅含量，称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)样品(厚度小于 1 mm)置于 350 mL 聚乙烯塑料烧杯中，加水约 15 mL，加 6 mL 氢氧化钠溶液，盖表面皿，待剧烈反应停止，于低温(低于 80 ℃)处小心缓慢溶解至完全(温度过高，可使烧杯变形损坏。为防止溶液迸溅干涸，导致试样溶解不完全，溶样约 25 min)，放置 3～4 min，加 12 mL 盐酸和 3 mL 硝酸并加热至溶液清亮，待溶液冷却至室温后转入 100 mL 容量瓶定容，摇匀(必要时，可分取部分试液并补加 3 mL 盐酸)，随同试样处理方法做空白实验。调整好 ICP-AES 仪，待测。

1.4 标准工作曲线绘制

称取 ZL105A 铝合金标准物质 0.1、0.12、0.14 g(精确至 0.000 1 g)分别置于三个 350 mL 聚乙烯塑料烧杯中，加约 15 mL 水、6 mL 氢氧化钠溶液，下同实验方法操作，制作标准工作溶液。选定仪器测定硅工作谱线为 288.158 nm，将标准工作溶液引入仪器测定并绘制工作曲线，硅测定线性相关系数为 0.999 5。

2 结果与讨论

2.1 标准物质的选择

绘制工作曲线选用的标准系列样品，必须是国家一级标样，其组成成分与被测试样一致或相近，方便较长时间保存和保证其化学性质稳定。所用其它试剂等级，应根据生产对测定物质的精确度要求而定。综合考虑，实验中选取分析纯试剂。

2.2 元素分析谱线的选择

因为 Al、Na 是待测溶液中高含量的基体元素，故对本方法的测定有影响的主要是 Al、Na 两种元素。因为所选择的含有被测元素的标准物质样品与试样有相同的基质和相同的溶样条件，所以可以消除 Al、Na 基体带来的干扰。第二方面的干扰来自于光谱干扰，分析应该选择灵敏度高、干扰元素少、干扰程度低、线性范围宽的谱线，同时参照仪器和文献的推荐，本方法选取硅激发谱线为 288.158 nm。

2.3 试样前处理对测定结果的影响

根据相关资料报道，若试样中硅的含量高于 0.5%，一般都会采用碱熔的方式，将试液蒸煮至糊状，反复碱熔 2～3 次，手续相对繁琐，用时过长(大于 2 h)。实验采用较低温(＜80℃)缓慢加热充分溶解，一次操作可完成样品的溶解，将溶液酸化后即可测定，节省了时间，简单且容易掌握。两种处理方法测定的结果基本一致，详见表 1。

表 1 样品处理方法实验

Table 1 Sample processing method experiments /%

样品	元素	碱溶 1 次测定结果	碱溶 2 次测定结果	碱溶 3 次测定结果	本方法测定结果
ZL105	Si	5.66	5.61	5.69	5.67

2.4 盐酸用量对测定结果的影响

以购买的 ZL105A 标准物质为例，用氢氧化钠

溶解完全后，加盐酸使溶液酸化。此时，盐酸的用量将对测定结果有直接的影响。为了得出对于本方法合适的盐酸用量，分别实验不同盐酸用量下的测定值。相关数据对比见表 2。

表 2　盐酸的加入量对测定结果的影响

Table 2　The effect of the amount of hydrochloric acid added on the measurement results

元素	盐酸/mL	测定值/%	标准值/%
Si	2	3.66	5.68
	4	4.02	
	6	4.96	
	8	5.56	
	10	5.69	
	12	5.71	

表 2 说明，盐酸用量 2～12 mL，测定结果从负偏差逐渐转向正确，本方法选择加入 10 mL 盐酸，可以获得准确的测定结果，同时又不致造成浪费和有利于环境保护要求。

2.5　方法的精密度实验

为了考察方法的精密度，按照实验方法对 ZL101 铸铝合金中硅平行测定 10 次，分析数据见表 3。从表 3 看出，测定结果的相对标准偏差 RSD 为 0.92%，有较高的测定精密度。

表 3　方法的精密度

Table 3　Precision ofthe method(n=10)　/%

元素	测定值					平均值	标准偏差	相对标准偏差
Si	6.99	7.11	7.14	6.98	7.11	7.10	0.065	0.92
	7.12	7.17	7.12	7.14	7.15			

2.6　方法检出限

在相同条件下，对试样按实验方法以空白溶液测定 10 次，求得测定的标准偏差 SD，以 3 倍标准偏差作为本方法对硅测定检出限，结果见表 4。

2.7　准确度实验

为了验证本方法的准确度，取用铸造铝合金 ZL114A、ZL105A、ZL101 试样，分别采用拟定实验方法和重量法测定硅的含量，测定结果见表 5。

表 4　方法的检出限

Table 4　Detection limits of the method　/%

元素	测定值										平均值	标准偏差	检出限
Si	7.02	7.04	7.04	6.98	7.03	7.00	6.98	7.05	7.03	6.99	7.01	0.026	0.078

表 5　准确度实验

Table 5　Accuracy experiments　/%

试样名称	元素	本方法测定值	重量法测定值
ZL114A	Si	6.76	6.73
ZL105A		5.61	5.68
ZL101		7.05	7.00

从表 5 可知，采用本方法与国家标准方法测定的结果基本吻合，结果准确可靠。

3　结论

建立的电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定 ZL101 铸铝合金中硅含量的方法，硅测定的标准偏差为 0.065%，相对标准偏差为 0.92%，标准系列中硅测定相关系数在 0.999 5～0.999 8。由于采用了组成与试样基本一致的标准样品制作标准工作曲线，消除传统的常用方法中因基体元素匹配带来的不便，基本排除了基体对试样测定的影响。此方法在使用上具有操作简单、快速和准确等优点，完全满足了生产配料方案设制和生产过程控制分析要求，表现出在检验过程更多方面的灵活性和实用性。

参考文献

[1] 刘永琴. 有色金属工业分析丛书[M]. 北京：冶金工业出版社，1992：120.
LIU Yongqin. Nonferrousmetals industry analysis series[M]. Beijing：Metallurgical Industry Press，1992：120.

[2] 毛端平，何西平，杜建侠，等. 硅钼蓝分光光度法测定湿法磷酸中的二氧化硅[J]. 中国无机分析化学，2017，7(1)：72-74.
MAO Duanping，HE Xiping，DU Jianxia，et al. Determination of soluble silica content in wet-process phosphoric acid by silicon-molybdenum blue spectrophotometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry，2017，7(1)：72-74.

[3] 蒲雪萍. 复合熔剂熔融-ICP-AES 法测定萤石中钾钠硅铁磷[J]. 中国无机分析化学，2019，9(3)：28-32.
PU Xueping. Determination of K，Na，Si，Fe and P in fluorite by ICP-AES with compound flux fusion sample preparation[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry，2019，9(3)：28-32.

[4] 李佳，黄永庆. 磷酸三丁酯萃取分离磷-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高纯黄磷中铁锌硅铝[J]. 冶金分析，2017，37(11)：52-58.
LI Jia，HUANG Yongqing. Determination of iron，zinc，silicon and aluminum in high-purity yellow phosphorus by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry after extraction and separation of phosphorus with tributyl phosphate[J]. Metallurgical Analysis，2017，37(11)：52-58.