

电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法 测定铝合金中高含量硅

韩超¹ 孙国娟¹ 孙海霞²

(1 安徽国家铜铅锌及制品质量监督检验中心, 安徽 铜陵 244000;

2 安徽三联学院 计算机工程学院, 安徽 合肥 230601)

摘要 采用混合酸直接消解样品, 不分离析出的残渣硅元素, 将残渣直接溶解到原液中, 以电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定铝合金中高含量的硅, 通过基体匹配法配制标准溶液系列, 实验结果相对标准偏差小于0.3%, 回收率在95%~105%, 方法简化样品处理步骤, 适用于快速高效地测定铝合金中高含量的硅。

关键词 ICP-AES; 铝合金; 高含量硅; 酸溶

中图分类号: O657.31; TH744.11 **文献标志码**: A **文章编号**: 2095-1035(2019)03-0048-03

Determinating High-content Silicon in Aluminium Alloy by ICP-AES

HAN Chao¹, SUN Guojuan¹, SUN Haixia²

(1. Anhui National Copper, Lead and Zinc and Product Quality Supervision and Inspection Center,

Tongling, Anhui 244000, China; 2. College of Computer Engineering, Anhui Sanlian University, Heifei, Anhui 230601, China)

Abstract The samples are directly digested by mixed acid, without separating residual silicon. The residuals are directly dissolved into the solution, determining the high content silicon in aluminum alloys by inductively coupled plasma-atom emission spectrum (ICP-AES). Standard solution series are prepared by matrix matching method. The deviation of test result to the standard is within 0.3%, with recovery rate within 95%~105%. The method simplifies the treatment of samples. It is applicable to rapidly and efficiently determinate high content silicon in aluminum alloys.

Keywords ICP-AES; aluminium alloy; high content silicon; acid soluble

收稿日期: 2018-12-12 修回日期: 2019-03-13

基金项目: 安徽省大规模在线开放课程(MOOC)示范项目(2017mooc124)

作者简介: 韩超, 男, 工程师, 主要从事产品质量监督检验研究。E-mail: 1013762451@qq.com

本文引用格式: 韩超, 孙国娟, 孙海霞. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定铝合金中高含量硅[J]. 中国无机分析化学, 2019, 9(3): 48-50.

HAN Chao, SUN Guojuan, SUN Haixia. Determinating High-content Silicon in Aluminium Alloy by ICP-AES[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(3): 48-50.

前言

硅是冶金材料中最常见也是最重要的元素之一。硅系铝合金普遍有良好铸造性能和耐磨性能,热胀系数小,在铸造铝合金中品种最多,用量最大的合金,含硅量在6%~12%。

国家标准方法 GB/T20975.5—2008^[1]对高硅含量测定(0.3%~25%)采用的是重量法,氢氧化钠溶解,高氯酸酸化脱水,沉淀过滤并烧至恒重,再用氢氟酸挥发硅,烧至恒重,两者称量之差测定硅量。方法耗时长,过程复杂,须使用银器皿、铂坩埚,化验成本高。国家标准方法 GB/T20975.25—2008^[2]对高硅含量(0.5%~10%)铝合金样品处理步骤是用氢氧化钠溶液-过氧化氢溶解样品,蒸至浆状,再加水溶解,然后加硝酸和盐酸溶液溶解,最后定容。碱溶导致在配制标准溶液时必须考虑氢氧化钠基体匹配的问题,否则测定结果严重偏低。因此,寻找快速高效的测定方法有着一定的实践意义,人们也作出了多种探索^[3-7]。本文拟采用混合酸直接溶解样品,简化样品处理步骤,快速高效地测定高含量硅。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

ICAP6300 等离子体发射光谱仪(美国赛默飞世尔科技有限公司),采用蠕动泵进样,辅助气流量 0.5 L/min,雾化气流量 0.7 L/min,RF 功率 1 150 W,泵速 50 r/min。

1.2 试剂及标准溶液

硅标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$,国家有色金属及电子材料分析测试中心);

铝基体溶液(20 mg/mL):称取 2 g 经酸洗过的高纯铝($\omega_{\text{Al}} \geq 99.999\%$)于烧杯中,加入 30 mL HCl(1+1),盖上表皿,低温加热至完全溶解,冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀。

标准样品:BY2209-1,牌号 ZLD109,标示硅含量 8.58%,抚顺铝厂;铝合金 2#,牌号 ZL102,标示硅含量 12.88%,山东冶金科学研究院。

盐酸、硝酸、氢氟酸均为优级纯。

实验用水为去离子水。

1.3 样品处理

称取 0.10 g(精确至 0.000 1 g)样品于聚四氟

乙烯烧杯中,加入 10 mL HCl(1+1)、1 mL HNO₃,盖上聚四氟乙烯表面皿,待反应结束,可观察到液面有大量黑色的硅析出,尽量不要摇动烧杯,轻轻地将烧杯放在冰水浴中充分冷却降温,逐滴加入 HF,黑色硅逐渐溶解,溶解过程中可小心摇动烧杯,直至硅完全溶解,溶液变清亮透明。将溶液转移到 500 mL 塑料容量瓶中,以水定容,摇匀。

1.4 标准曲线的绘制

根据样品中铝的含量,于系列标准溶液中加入适量的铝基体溶液,使标准溶液中铝含量与样品中铝含量基本一致,按表 1 加入适量的硅标准溶液,用水稀释至刻度,混匀。

表 1 标准溶液
Table 1 Standard solution

编号	0	1	2	3	4	5
标准溶液浓度/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	0.00	10	20	30	40	50

2 结果与讨论

2.1 称样量的选择

因铸造铝合金中硅含量较高,为使测定溶液的浓度落在 ICP-AES 法最佳的测试范围内,同时考虑到称量误差、稀释误差及测定范围,实验选择称样量 0.1 g。

2.2 样品消解及 HF 的加入量

硅不溶于单一的酸,但能溶于 HNO₃-HF,生成 SiF₄ 并迅速水解为硅酸和氟硅酸。由于 HF 的使用,实验避免使用玻璃器皿,溶样时,应逐滴加入氢氟酸,边摇边加,使产生的反应热迅速扩散,同时严禁将氢氟酸滴在试样集中的地方,防止局部温度过高,造成 SiF₄ 挥发损失。氢氟酸的加入量,根据样品中硅含量的多少,一般不超过 5 mL。

2.3 铝的干扰及分析线的选择

铝是样品中的主要成分,它的强发射杂散光使背景增强,需通过基体匹配法消除干扰。选用标准样品 BY2209-1 按实验方法进行测定,选用硅的各条灵敏线,选择发射强度最大的谱线作为最佳工作谱线,最后实验选择波长 251.6 nm 为硅的分析线。

2.4 精密度实验

对两个标准样品,按本方法连续测试 11 次,测试结果和相对标准偏差如表 2 所示。

表2 精密度实验

Table 2 The precision testing($n=11$)

/%

标准样品	标示值	测定值						平均值	RSD
BY2209-1	8.58	8.52	8.59	8.61	8.49	8.58	8.56	0.30	
		8.53	8.57	8.56	8.57	8.55			8.56
铝合金 2#	12.88	12.92	12.84	12.77	12.89	12.84	12.85	0.29	
		12.87	12.81	12.90	12.79	12.83			12.86

两个标准试样硅元素相对标准偏差 $RSD \leq 0.3\%$, 方法精密度高。

2.5 加标回收实验

为了验证方法的准确性, 进行加标回收试验, 结

果如表3所示。

两个标准样品中硅元素的加标回收率均在 $95\% \sim 105\%$, 说明方法具有较好的准确度。

表3 回收率实验

Table 3 The recovery testing($n=3$)

/%

标准样品	标示值	加入量	测量值			回收率
BY2209-1	8.58	4.00	12.52	12.59	12.55	98.5~100
铝合金 2#	12.88	2.00	14.86	14.91	14.83	97.5~102

3 结论

实验采用混合酸直接消解样品, 不分离析出的残渣硅元素, 将残渣直接溶解到原液中, 运用 ICP-AES 法测定铝合金中高含量硅, 该方法样品用量少, 溶样时间短, 测定结果令人满意, 适用于铝合金中高含量硅的快速测定, 同时也可用来测定铝合金中其它元素。

参考文献

- [1] 全国有色金属标准化技术委员会. 铝及铝合金化学分析方法 第五部分: 硅含量的测定: GB/T20975.5-2008 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [2] 全国有色金属标准化技术委员会. 铝及铝合金化学分析方法 第25部分: 电感耦合等离子体原子发射光谱法: GB/T20975.25-2008 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.

- [3] 陈建国, 应晓浒, 曹国洲. 微波消解 ICP-AES 法测定铝合金中高含量硅[J]. 冶金分析 (*Metallurgical Analysis*), 2001, 21(1): 59-60.
- [4] 赵永莉. 电感耦合等离子体发射光谱法测定石灰中二氧化硅和磷含量的研究[J]. 中国无机分析化学 (*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*), 2018, 8(5): 51-52.
- [5] 焦娜. 浅谈铝合金中高含量硅测定方法的应用与发展趋势[J]. 科学与信息化 (*Thechnology and Information*), 2018(6): 58-59.
- [6] 王丹. 电感耦合等离子体原子发射光谱 (ICP-AES) 法测定 NiCrAlYSi 合金中铝、硅、铁、钴、钛[J]. 中国无机分析化学 (*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*), 2018, 8(3): 45-49.
- [7] 喻梅, 刘智勇. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铸铝合金中硅含量[J]. 理化检验: 化学分册 (*Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis*), 2009, 45(8): 901-902.