



## 客户文章分享

### 电感耦合等离子体发射光谱

作者：

何燕明

刘自平

王善飞

四川启明星铝业有限公司  
化验中心

# 铝硼合金的分析： 电感耦合等离子体发射光谱 法测定元素含量

## 摘要

铝硼合金经碱溶后，加硝酸酸化处理，加内标元素钇消除物理因素的影响。标准曲线通过加入铝基体校正基体效应的干扰，用电感耦合等离子体发射光谱法对铝硼合金中硼、硅、铁进行了分析。方法检出限小于 0.015，测定结果的相对标准偏差均小于 2% (n=11)，加标回收率在 98.75% -102.5 %。

铝硼合金是一种铝加工中间合金，其中硅、铁的测定多采用分光光度法，硼的测定多采用酸碱滴定法，存在分析过程长、应用试剂种类多、不能同时测定等缺点。采用电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-AES）对多元素进行快速测定是最佳的选择。

## 1. 试验部分:

### 1.1 主要仪器与试剂

电感耦合等离子体光谱仪

过氧化氢（30%）；氢氧化钠溶液（200g/L）：优级纯试剂配制。

硝酸（1.19），优级纯；硝酸（1+1），优级纯。

氦气（>99.99%）；高纯铝：纯度大于 99.999%。

铝基体溶液的制备（5.00mg/mL）：称取 5.000g 经酸洗过的铝置于 1000mL 聚四氟乙烯烧杯中，盖上表皿，分次加入总量为 200ml 的氢氧化钠溶液，待剧烈反应停止后，缓慢加热至完全溶解，然后加入数滴过氧化氢，煮沸数分钟，分解过量的过氧化氢，缓慢加入 500mL 硝酸（1+1）酸化，冷却，将溶液移入 1000mL 的容量瓶中，用水稀释到刻度，摇匀。储存于塑料瓶中。

硝酸钪溶液(每 ml 含钪 0.1mg)：称取 0.4308g 六水硝酸钪溶于水，定容 1000ml。

硅标准贮备溶液（0.2mg/mL）：准确称取 0.4279g 预先在 1000℃灼烧至恒重的二氧化硅（优级纯或基准）于铂坩埚中，加入 4g 碳酸钠混匀，覆盖 1g 碳酸钠，盖上铂表皿，与马弗炉中 950℃熔融 10 分钟，取出，冷却。用温水溶解熔块，移入聚乙烯杯中，移入 1000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 0.2mg 硅（贮存于聚乙烯瓶中）。

铁标准贮备溶液（0.2mg/mL）：称取 1.4505g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 于 100mL 烧杯中，加入少量水和 20mL 盐酸（3.2），待溶解后，将溶液移入 1000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液 1mL 含 0.2mg 铁

硼标准贮备溶液（2.5mg/mL）：准确称取 14.2993 已于真空干燥器中干燥过的硼酸（优级纯），于 400ml 的烧杯中，盖上表皿，加入 300mL 水，微热使其完全溶解，冷却，将溶液转移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 2.5mg 硼。

### 1.2 仪器工作参数

等离子体气体流量：15 升/分；辅助气气体流量：0.20 升/分

雾化器气体流量：0.80 升/分；等离子体功率：1300 瓦

观测距离：15.0

等离子体观测方向：径向

表 1：元素分析线及积分时间

元素	分析线 / nm	积分时间 (s)
Si	249.722	8-10
Fe	251.614	8-10
B	336.121	4-5
Y	371.029	4-5

### 1.3 实验方法

称取 0.2500g 铝硼合金于 250ml 聚四氟乙烯烧杯中，加氢氧化钠 10ml，加入少许水，待剧烈反应停止后，分次加入 2—5ml 过氧化氢，缓慢加热至试料溶解，煮沸分解过量的过氧化氢，冷却。用适量水将上述溶液稀释至约 100ml，一边搅拌一边加入 50ml 硝酸（1+1），加热使之完全溶解（无黑色杂质）。若有二氧化锰沉淀时（锰含量高时），加少许亚硫酸钠进行还原，冷却，将溶液移入 500ml 容量瓶中，冷却，加入 10.00ml 硝酸钪溶液，以水稀释至刻度，混匀。此为试验溶液。随同做试剂空白，待测。

### 1.4 校准曲线的绘制

基体匹配是校正基体干扰的有效方法，铝基体溶液的配制与样品处理方法一致。在 500ml 的容量瓶中各加入 50.0ml 铝基体溶液及 10.00ml 硝酸钪溶液，分别加入 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml 硅、铁、硼的标准溶液，用水稀释至刻度混匀。

## 2. 结果与讨论

### 2.1 仪器工作参数的优化

美国 PE 公司的仪器不仅提供了各分析元素的谱线库、参考灵敏度、BEC、谱线强度、还提供了各分析线的干扰元素及干扰强度，对每个元素选择 2-3 条谱线进行试验，保留无干扰且信号强度合适的谱线作为分析谱线。

在 ICP 信号采集中，等离子体观测方向为轴向时，虽强度大，但背景干扰也大；而等离子体观测方向为径向时，干扰小，信号稳定。通过实验，采取径向观测方式，三个元素的强度适中，故优先选择径向观测。

### 2.2 氢氧化钠用量影响

ICP 中尽量减少对钠离子的引入，是为了避免进样中心氧化铝管的堵塞及对石英炬管的腐蚀，但铝硼合金中的硼有酸溶硼及酸不溶硼，且铝合金中硅与铝很少以化合物形式存在，而是以单质硅的形式存在，实验证明，用酸不能完全溶解铝硼合金，不溶杂质需用铂金坩埚用碳酸钠熔融才能把样品分解完全，操作繁琐。实验了用强碱加双氧水助溶，碱溶解过程尽量加最少量的水，效果较好，且氢氧化钠大于 8 毫升能溶解完全，本试验采用 10 毫升。

### 2.3 硝酸用量影响

HNO<sub>3</sub>、HCl、HClO<sub>4</sub>、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 均使谱线强度减小，并依次硝酸到磷酸顺序加剧，铝硼合金经碱溶后用硝酸酸化效果较好，加入量为 50 毫升硝酸（1+1）。

### 2.4 内标加入量试验

试液表面张力不同，粘度也不同，结果导致样品提升量的不同引起的雾化效率不一致，若不加内标元素，同一溶液连续测量，硼、硅、铁含量变化较大，精密度差，不能满足测量要求，但加了硝酸钪做内标元素后，内标元素校正物理干扰的影响，同一溶液连续测量多次，精密度好，能满足测量要求。试验证明 1-10mg/l 钪能消除物理干扰，本方法采用 2mg/l 钪。

2.5 样品精密度试验（无标准样品，从大块产品的不同点位钻取样品，混合均匀）的 11 次测定，结果列入表 2

表 2 ： 样品精密度试验

序号	B(%)	Fe(%)	Si(%)
1	2.996	0.2964	0.2804
2	3.027	0.2940	0.2799
3	3.023	0.2942	0.2803
4	3.060	0.2907	0.2829
5	3.010	0.3026	0.2830
6	3.006	0.2888	0.2770
7	3.063	0.2927	0.2824
8	3.002	0.2923	0.2840
9	3.057	0.2938	0.2825
10	3.041	0.2926	0.2824
11	3.013	0.2920	0.2772
平均值	3.027	0.294	0.281
标准偏差	0.0244	0.0036	0.0024
相对标准偏差	0.8071	1.2150	0.8383
重复性	0.0691	0.0101	0.0067

## 2.6 方法准确度试验

按实验方法操作测定铝硼合金中硅、铁、硼，同其它经典方法比较，结果见表 3

表 3: 不同方法测定结果比较

样品编号	本法测定值			其它方法测定值 (%)		
	B%	Si%	Fe%	B (容量法)	Si (分光光度法)	Fe (分光光度法)
1	3.12	0.076	0.219	3.10	0.073	0.219
2	3.05	0.104	0.555	3.06	0.108	0.565
3	2.85	0.054	0.168	2.80	0.055	0.171
4	2.72	0.054	0.165	2.76	0.052	0.164
5	4.18	0.074	0.257	4.13	0.074	0.252

本法测定结果与其它方法结果一致，方法快速准确，可用于企业常规分析。

## 2.7 回收率试验

由于国内没有含硼较高的标准样品，以铝合金标准样品为基体，在样品中加入硼标准溶液 3.00ml，硅、铁标准溶液各 1.00ml 进行回收率试验，回收率在 98.75 % - 102.5 %之间，测定结果见表 4

表 4 : 回收率试验 (n=3)

元素	标样值 (%)	加标量 (%)	测定总量 (%)	回收率 (%)
B	0	3.00	3.027	100.9
Fe	0.304	0.08	0.386	102.5
Si	0.288	0.08	0.367	98.75

### PerkinElmer, Inc.

大中华区总部  
地址: 上海张江高科园区李冰路67弄4号  
邮编: 201203  
电话: (021) 3876 9510  
传真: (021) 387 91316  
[www.perkinelmer.com.cn](http://www.perkinelmer.com.cn)



要获取全球办事处的完整列表，请访问 <http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

©2009 PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer徽标和外观设计是PerkinElmer的注册商标。文中提及的其它非PerkinElmer及其子公司所有的其它商标均为其各自所有者的财产。PerkinElmer保留随时更改此文档的权利，恕不另行通知。对于编辑、图片或排版错误概不承担任何责任。