

检测分析

引文格式:李冀辉,李蒙,刘琴,等. ICP-OES法测定镍硼中硼、铁、硅及铝[J]. 中国有色冶金, 2025, 54(1): 122-128.

LI Jihui, LI Meng, LIU Qin, et al. Determination of B, Fe, Si and Al in nickel boron by ICP-OES[J]. China Nonferrous Metallurgy, 2025, 54(1): 122-128.

ICP-OES法测定镍硼中硼、铁、硅及铝

李冀辉¹, 李蒙², 刘琴^{3,4}, 刘丽静⁵

(1. 江西理工大学, 江西 赣州 341000; 2. 内蒙古稀奥科贮氢合金有限公司, 内蒙古 包头 014030;

3. 白云鄂博稀土资源研究与综合利用全国重点实验室, 内蒙古 包头 014030;

4. 包头稀土研究院, 内蒙古 包头 014030; 5. 包头师范学院, 内蒙古 包头 014030)

[摘要] 镍硼合金中硼是主量元素, 含量高低将直接影响合金的力学性能, 合金中铁、硅及铝等元素也是重要的检测指标, 现有的分析检测方法存在干扰元素影响大、操作步骤复杂且分析测定时间长等问题。本文建立了 ICP-OES 法测定镍硼合金中硼、铁、硅及铝含量的方法, 对样品的溶解方法进行了探索, 并通过共存元素干扰及空白实验选择各元素的最佳分析波长, 得出以下主要结论。采用王水溶解+碱熔残渣方式分解试样, 样品溶解完全, 测定溶液盐分较低, 各元素的测定下限可满足分析要求; 在选定分析波长下对各元素进行检测, 铁、硅及铝的检出限分别为 $0.0090\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $0.039\text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $0.018\text{ }\mu\text{g/mL}$; 试验过程中硼、铁、硅及铝的回收率为 $88\%\sim 106\%$, 实际样品测定的相对标准偏差 (RSD, $n=11$) 为 $0.54\%\sim 9.6\%$; 同时使用实验方法和容量法、原子吸收光谱法、分光光度法及 ICP-MS 法测定硼镍合金中硼、铁、硅及铝量, 测定结果基本一致。本研究方法进行多元素同时测定, 方法简便、快捷, 测定结果准确、可靠, 可作为检测镍硼合金主量及重要杂质元素含量指标的主要分析方法。

[关键词] 镍硼合金; 硼、铁、硅、铝测定; ICP-OES 法; 样品分解; 王水溶解+碱熔残渣; 干扰元素; 分析波长

[中图分类号] O657.31; TF125 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 1672-6103(2025)01-0122-07
DOI:10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2025.01.014

镍硼合金因其优异的磁性能和耐腐蚀性能, 在航空、军事、电子、通讯等领域被广泛应用。将镍硼合金加入钢中, 可大幅改善钢的热强性能和淬透性; 采用镍硼合金对储氢合金进行表面处理, 可以有效

改善镍氢电池的性能。硼、铁、硅、铝量是镍硼合金重要检测指标, 这些元素含量高低会直接影响镍硼合金品质及下游应用, 因此快速、准确地测定镍硼中硼、铁、硅、铝量的含量对于其生产及应用具有重要的指导意义。

目前, 各类合金中主量元素硼及低含量的铁、硅、铝量的测定有容量法^[1-2]、分光光度法^[3-7]、原子吸收光谱法^[8-10]、X-荧光光谱法^[11-12]及 ICP-OES^[13-21]等方法。采用容量法和分光光度法测定镍基合金中各元素含量, 消除干扰元素对测定的影响难度较大、操作步骤复杂且分析测定时间较长。采用原子吸收光谱法和 X-荧光光谱法分析测定各

[收稿日期] 2024-07-12 **[修订日期]** 2024-08-11

[录用日期] 2024-08-15 **[出版日期]** 2025-02-01

[第一作者] 李冀辉(2002—), 男, 河北易县人, 大学本科生在读, 研究方向为金属材料工程。

[通信作者] 刘丽静(1972—), 女, 内蒙古包头, 教授, 研究方向为稀土分析测试、光催化材料。

[基金项目] 国家自然科学基金(22065028); 内蒙古教育厅重点项目(NJzz23110); 包头师范学院科研项目(BSYKJ2022-ZY02)。

类合金中各元素含量,因方法对原子化装置及标准校正曲线的特殊要求而存在一定的局限性。采用 ICP-OES 方法测定各类合金中主量及杂质元素的文献较多,方法具有方便快捷、测定范围宽及分析结果准确可靠等优点,尤其适用于多元素同时测定。目前,镍硼合金各元素的测定方法研究文献较少,有“滴定法联合快速测定镍硼合金中的硼和铝”^[2]和“电感耦合等离子体原子发射光谱法测定镍硼合金中硼”^[16]。

本研究建立了 ICP-OES 法测定镍硼合金中硼、铁、硅及铝的分析方法,该方法采用王水溶解 + 碱熔残渣的方式分解样品,试验通过共存元素干扰及空白试验,选择各元素的最佳分析波长并确定了各待测元素检出限及测定下限。相对于已发表文献中的方法,该方法可以方便快捷、准确地测定镍硼中主量及重要杂质元素的含量。

1 试验介绍

1.1 仪器及主要参数

1) 仪器:电感耦合等离子体发射光谱仪(全谱直读型,5800VDV 型),美国安捷伦公司生产。

2) 仪器参数:RF 功率 1.1 kW;载气流量 0.72 L/min;辅助气流量 0.5 L/min;等离子气流量 15 L/min;观测高度 10 mm。

1.2 试剂及标准溶液

1) 试剂:碳酸钠(优级纯)、过氧化钠(优级纯)、氢氧化钠(优级纯)、盐酸(优级纯)、硝酸(优级纯)。

2) 硼、铁、铝标准贮存溶液(1 mL 含 1 000 μg),外购。

3) 硅标准贮存溶液:称取 0.214 0 g 二氧化硅(W > 99.9%,120 ℃烘干 2 h),置于铂坩埚中,加入 5 g 无水碳酸钠,于 950 ~ 1 000 ℃熔融至红色透明。稍冷后用热水浸出,冷却。移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 200 μg 硅。

4) 硼、铁、硅、铝标准溶液(1 mL 含 50 μg):由标准贮存溶液稀释而成,补加盐酸至 2%。

1.3 试验方法

1.3.1 试样溶液的制备

称取试料 1.0 g(精确至 0.000 1 g)于 300 mL 烧杯中,吹入少量去离子水,加 15 mL 盐酸及 5 mL 硝酸,低温加热溶解至试样尽量溶解完全,取下冷却,

滤液过滤于 250 mL 容量瓶中;以水洗涤残渣 5 ~ 6 次,将滤纸及残渣置于镍坩埚中灰化并于 950 ℃灼烧 20 min,取出坩埚冷却,加入 1.5 g 碳酸钠并捣碎灼烧残渣,上面覆盖 1 g 过氧化钠,将残渣于 750 ℃熔融 7 min;取出并冷却坩埚,将其置于 300 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸浸取熔块,低温加热至熔块溶解,将溶液合并滤液移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,待用。将试样溶液稀释 10 倍测铁、硅、铝量,稀释 50 倍测定硼量。

1.3.2 系列标准溶液的配制

将硼、铁、硅、铝标准溶液按表 1 分别移入 6 个 50 mL 塑料容量瓶中,并加入 1 mL 盐酸,以水稀释至刻度,混匀,制得 6 个标准系列溶液,待用。

表 1 标准系列溶液的配制
Table 1 Preparation of standard series solutions

溶液编号	μg/mL			
	B	Fe	Si	Al
1 [#]	0	0	0	0
2 [#]	5.00	1.00	1.00	0.50
3 [#]	10.00	2.50	2.50	1.00
4 [#]	15.00	5.00	5.00	2.00
5 [#]	20.00	7.50	7.50	3.00
6 [#]	25.00	10.00	10.00	5.00

1.3.3 测定

将试样溶液(1.3.1)与标准溶液(1.3.2)同时进行氩等离子体光谱测定硼、铁、硅、铝。

2 结果与讨论

2.1 试样分解方法试验

采用盐酸、盐酸 + 少量硝酸、王水、王水溶解 + 碱熔残渣(称大样)、碱熔(氢氧化钠 + 过氧化钠)五种方式分解试样,测定镍硼合金样品中硼、铁、硅、铝含量,测定结果见表 2。试验结果表明,采用方式 1(盐酸)样品分解速度缓慢且溶解不完全,各元素的测定结果偏低。采用方式 2(盐酸 + 少量硝酸)和方式 3(王水)可将镍硼合金迅速溶解,试样分解较完全,但是硅的测定结果偏低。以方式 5(碱熔)处理样品,样品分解完全,但是若稀释倍数太小(< 10),测试溶液盐分太高,分析稳定性较差且易使等离子炬熄灭,样品中铝等微量杂质元素的测定下限很难达到分析要求。采用方式 4(王水溶解 + 碱熔残渣)

表 2 样品的分解
Table 2 Sample decomposition

分解方式	样品分解情况	B	Fe	Si	Al
方式 1(盐酸)	样品溶解缓慢,溶液中有少量不溶物	12.78	0.86	0.41	0.082
方式 2(盐酸+少量硝酸)	样品溶解迅速,试样分解较完全	14.10	1.02	0.48	0.096
方式 3(王水)	样品溶解迅速,试样分解较完全	14.21	1.10	0.51	0.098
方式 4(王水溶解+碱熔残渣)	样品溶解完全	14.15	1.00	0.59	0.10
方式 5(碱熔)	溶液澄清	14.22	0.97	0.58	0.11

分解试样(样品称样量 1.0 g),首先采用王水溶解样品的绝大部分,再以碱熔融(1.5 g 碳酸钠+1 g 过氧化钠)处理少量残渣,样品溶解完全后,测定溶液盐分较低,各元素的测定下限也可满足分析要求。综合考虑,本研究采用方式 4 分解样品。

2.2 共存元素对测定的影响

2.2.1 共存元素的干扰试验

上限量干扰元素对下限量测定元素的相对干扰量<10%时,认为共存元素相互之间无干扰。以 B 1 000 μg/mL、Ni 1 000 μg/mL、Fe 50 μg/mL、Al 50 μg/mL、Si 50 μg/mL 在各待测元素所选分析线做轮廓图,考察共存元素对待测元素分析波长的干扰情况,选择无干扰或干扰可忽略不计的谱线为最佳分析波长,结果见表 3。表中数据为共存元素在待测元素分析波长处产生相对干扰量,相对干扰量为干扰元素上限量所产生的干扰量占待测元素下限量的百分比。所选谱线干扰情况如下所述。

1)B。Ni 对 B 208.889 nm、B 208.956 nm 略有干扰,但相对干扰小于 10%;在 B 182.577 nm、B 249.678 nm、249.772 nm 处 Ni、Si、Al、Fe 的干扰可忽略不计,但 B 182.577 nm 处灵敏度较低。

2)Fe。Ni 对 Fe 234.350 nm 的干扰严重,相对干扰远远大于 10%;在 Fe 238.204 nm、Fe 239.563 nm、Fe 259.940 nm 处 Ni、B、Si、Al 的干扰可忽略不计。

3)Si。Fe 对 Si 251.432 nm 干扰严重,相对干扰远远大于 10%;Ni 对 Si 212.412 nm 略有干扰,但相对干扰小于 10%;在 Si 185.005 nm、Si 250.690 nm、Si 251.611 nm、Si 252.851 nm、Si 288.158 nm 处,Ni、B、Al、Fe 的干扰可忽略不计。

4)Al。Fe 对 Al 167.019 nm 有干扰,相对干扰大于 10%;Ni 对 Al 308.215 nm 干扰严重,相对干扰远远大于 10%;在 Al 237.312 nm、Al 396.152 nm

处,Ni、B、Fe、Si 的干扰可忽略不计。

2.2.2 基体浓度对各元素测定的影响

在不同基体(镍)浓度的溶液中加入 0.5 μg/mL 的 Fe、Si、Al 做回收试验,考察基体浓度分别为 0.5 mg/mL、1.0 mg/mL、2.0 mg/mL、5.0 mg/mL、10.0 mg/mL 时对 Fe、Si、Al 分析波长影响情况,结果见表 4。结果表明,基体浓度≤2.0 mg/mL 时,回收率为 94%~114%,基体浓度对 Fe、Si、Al 的测定影响可忽略。基体浓度>5.0 mg/mL 时,随着基体浓度增

表 3 共存元素相对干扰量
Table 3 The interference coexisting element

	%				
干扰元素	B	Ni	Fe	Si	Al
B182.577	—	3.2	<1.0	<1.0	<1.0
B208.889	—	6.4	<1.0	<1.0	<1.0
B208.956	—	6.0	<1.0	<1.0	<1.0
B249.678	—	3.2	<1.0	<1.0	<1.0
B249.772	—	3.2	<1.0	<1.0	<1.0
Fe234.350	1.0	290	—	<1.0	—
Fe238.204	1.0	7.3	—	<1.0	—
Fe239.563	<1.0	6.7	—	<1.0	—
Fe259.940	1.0	7.7	—	<1.0	—
Si185.005	2.0	2.1	6.3	—	1.6
Si212.412	2.2	3.8	6.1	—	1.6
Si250.690	2.6	2.2	5.4	—	1.6
Si251.432	2.5	1.5	73	—	1.7
Si251.611	1.8	2.4	5.6	—	1.6
Si252.851	1.9	2.3	5.2	—	1.6
Si288.158	2.0	1.8	5.6	—	1.5
Al167.019	<1.0	3.0	12.5	1.3	—
Al237.312	<1.0	5.0	7.5	1.3	—
Al308.215	<1.0	95	5.8	<1.0	—
Al396.152	<1.0	3.0	6.7	1.2	—

大,基体浓度对 Fe、Si、Al 的测定影响较严重。综合考虑测定下限和基体效应,根据镍硼合金中 Fe、Si、Al 含量的测定下限要求,基体浓度选择 0.5 ~ 1.0 mg/mL 即可满足要求。

2.3 分析波长的确定

在避开共存元素对待测元素的干扰的情况下,选择灵敏度高、基体浓度影响小的分析波长。各元素选用分析波长见表 5。

表 4 不同基体量标加回收试验
Table 4 Recovery experiments with different mer weight %

元素及分析波长	基体浓度				
	0. 5 mg/mL	1. 0 mg/mL	2. 0 mg/mL	5. 0 mg/mL	10. 0 mg/mL
Fe 238. 204 nm	106	106	104	98	88
Fe 239. 563 nm	106	107	102	94	84
Fe 259. 540 nm	106	106	106	100	92
Si 250. 690 nm	111	109	105	89	65
Si 251. 611 nm	112	110	107	92	70
Si 252. 851 nm	114	110	105	89	71
Si 288. 158 nm	112	109	106	91	74
Al 237. 312 nm	94	94	94	88	80
Al 396. 152 nm	94	94	94	92	74

表 5 分析波长
Table 5 Analysis wavelength nm

元素	B	Fe	Si	Al
分析波长		238. 204	251. 611	
	249. 772	239. 563	250. 690	237. 312
	249. 678	259. 940	252. 851	396. 152
			288. 158	

表 6 空白试验
Table 6 Blank test

测定元素	Fe	Si	Al
标准偏差/μg/mL	0. 003 0	0. 013	0. 006 0
检出限/μg/mL	0. 009 0	0. 039	0. 018
测定下限/μg/mL	0. 030	0. 13	0. 060

2.4 方法分析下限的确定

采用本分析方法测定 1.0 mg/mL 的基体溶液 11 次,进行数据统计,以 3 倍标准偏差所对应的浓度值为检出限,10 倍标准偏差对应的浓度值为测定下限^[39]。测定结果见表 6。以基体浓度(1.0 mg/mL)计算可得,铁、硅及铝的测定下限分别为 0.003 0%、0.013% 和 0.006 0%。

2.5 回收率试验

按照试验方法,在已知试样中进行加标回收试验,由于样品中硼的含量较高,只做了一个浓度的标加试验。铁、硅的标加范围为 0.50% ~ 2.50%,铝的标加范围为 0.10% ~ 0.50%。试验结果见表 7。对于不同待测元素的不同加入量,回收率在 88% ~ 106% 之间,满足镍硼合金中硼、铁、硅及铝量分析测定要求。

表 7 加标回收试验
Table 7 Recovery test of standard addition

元素	B		Fe		Si		Al			
含量/%	14. 15		1. 00		0. 59		0. 10			
加入量/%	5. 00	0. 50	1. 00	2. 50	0. 50	1. 00	2. 50	0. 10	0. 20	0. 50
測定値/%	19. 22	1. 46	2. 05	3. 56	1. 10	1. 53	3. 24	0. 188	0. 32	0. 57
回收率/%	101. 4	92	105	102	102	94	106	88	110	94

2.6 样品分析

按试验方法对某样品进行硼、铁、硅及铝量的

11 次测定,其结果见表 8。试验结果 RSD < 9.6%,表明该方法稳定性较好。

表 8 测定结果(n = 11)

Table 8 Measurement results(n = 11)

测定元素	B	Fe	Si	Al
测定值/%	14. 20, 14. 25, 14. 09,	0. 98, 1. 04, 0. 96,	0. 58, 0. 63, 0. 57,	0. 11, 0. 094, 0. 12
	14. 11, 14. 23, 14. 15,	1. 04, 0. 97, 1. 05,	0. 56, 0. 65, 0. 55,	0. 11, 0. 094, 0. 095
	14. 07, 14. 14, 14. 27,	1. 02, 1. 03, 0. 95,	0. 56, 0. 60, 0. 63,	0. 11, 0. 093, 0. 10
	14. 09, 14. 05	1. 00, 0. 96	0. 56, 0. 60	0. 091, 0. 11
平均值/%	14. 15	1. 00	0. 59	0. 10
RSD/%	0. 54	3. 7	5. 8	9. 6

2.7 对照试验

采用容量法测定 B 的含量和分光光度法测定 Si 量,操作步骤较复杂,分析速度较慢,且合金中镍的颜色干扰影响测定需要消除。采用原子吸收光谱法测定 Fe 量,由于线性范围较窄,该方法的应用存在一定的局限性。若用原子吸收光谱法测定 Al 量,因灵敏度的要求,需要换高温的原子化装置。采用电感耦合等离子体质谱法只适合测定镍硼合金中铝量,分析过程中要严格关注铝的沾污问题且分析成本较高。以实际样品为例,采用本方法与容量法、原子吸收光谱法、分光光度法及电感耦合等离子体质谱法进行不同方法对照试验,结果见表 9。试验结果表明,经与不同方法对照试验,比对结果的相对误差不大于 10. 0%,可知,本方法测定数据准确可靠,可满足镍硼合金中硼、铁、硅及铝含量的分析要求。

表 9 对照试验

Table 9 Contrast experiment

测定元素	B	Fe	Si	Al
测定结果/%	14. 15	1. 00	0. 59	0. 10
比对结果/%	14. 25	1. 03	0. 56	0. 11
相对误差/%	0. 71	3. 0	- 5. 1	10. 0

3 结论

针对目前现有镍硼合金各元素测定存在的问题,本研究建立了 ICP-OES 法测定镍硼合金中硼、铁、硅及铝的分析方法,对样品的溶解方法进行了探索,并通过共存元素干扰及空白实验选择各元素的最佳分析波长并确定各待测元素检出限及测定下限,得出以下主要结论。

1)采用王水溶解+碱熔残渣方式分解试样(样品称样量 1. 0 g),首先采用王水溶解样品的绝大部分,再以碱熔融(1. 5 g 碳酸钠+1 g 过氧化钠)处理

少量残渣,样品溶解完全,测定溶液盐分较低,各元素的测定下限可满足分析要求。

2)分析时选择灵敏度高、基体浓度影响小的分析波长,各元素选用分析波长为 B 249. 772 nm、249. 678 nm, Fe 238. 204 nm、239. 563 nm、259. 940 nm, Si 251. 611 nm、250. 690 nm、252. 851 nm、288. 158 nm, Al 237. 312 nm、396. 152 nm;在上述分析波长下进行检测,铁、硅及铝的检出限分别为 0. 009 0 μg/mL、0. 039 μg/mL、0. 018 μg/mL。

3)按照方法,对样品中硼、铁、硅及铝进行加标回收实验,回收率为 88%~106%;方法用于实际样品的测定,结果的相对标准偏差(RSD, n = 11)为 0. 54%~9. 6%。

4)采用本研究方法 ICP-OES 法与容量法、AAS 法、化学比色法及 ICP-MS 法对样品中硼、铁、硅及铝进行比对测定试验,测定结果基本一致。

5)ICP-OES 法可进行多元素同时测定,方法简便、快捷,测定结果准确、可靠,可作为检测镍硼合金主量及重要杂质元素含量指标的主要分析方法,对其生产及下游应用具有重要的指导意义。

[参考文献]

[1] 赵志刚,韦雪梅,赵华丽,等. 酸碱滴定法测定硼粉中硼[J]. 化学分析计量,2023,32(12):37-42.
ZHAO Zhigang, WEI Xuemei, ZHAO Huali, et al. Determination of boron content in boron powder by acid-base titration method [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2023, 32(12): 37-42.

[2] 蒋月娟,张学彬. 甘露醇酸碱滴定法测定镍硼铝合金中硼[J]. 理化检验(化学分册),2017,53(11):1348-1350.
JIANG Yuejuan, ZHANG Xuebin. Determination of boron in nickel boron aluminum alloy by mannitol acid base titration method[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2017, 53(11): 1348-1350.

[3] 张威. 水杨基荧光酮分光光度法测定聚乙烯中微量铝[J]. 当代化工,2015,44(7):1614-1617.
ZHANG Wei. Determination of trace aluminum in polyethylene by

- salicyl fluorone spectrophotometry [J]. Contemporary Chemical Industry, 2015, 44(7): 1614–1617.
- [4] 胡晓荣, 刘健, 周莉. 紫甘蓝花青素分光光度法同时测定微量铝和铁[J]. 中国测试, 2013, 39(3): 38–41.
- HU Xiaorong, LIU Jian, ZHOU Li. Simultaneous spectrophotometric determination of trace aluminum and iron by using anthocyanin extracted from red cabbages [J]. China Measurement & Test, 2013, 39(3): 38–41.
- [5] 周平, 潘莉, 王伯涛. 二甲酚橙分光光度法测定硼砂中的微量铝[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(3): 54–56.
- ZHOU Ping, PAN Li, WANG Botao. Determination of aluminum in borax by xylenol orange (XO) spectrophotometric method [J]. Chinese Journal of Experimental Traditional Medical Formulae, 2012, 18(3): 54–56.
- [6] 张红, 于亚辉, 张秀艳, 等. 硫氰酸钾和 1, 10-二氮杂菲分光光度法测定高纯氧化锆中痕量铁[J]. 冶金分析, 2023, 43(12): 73–77.
- ZHANG Hong, YU Yahui, ZHANG Xiuyan, et al. Determination of trace iron in high purity zirconium oxychloride by potassium thiocyanate and 1, 10-phenanthroline spectrophotometry [J]. Metallurgical Analysis, 2023, 43(12): 73–77.
- [7] 李涛, 张力久, 栗生辰, 等. 硅钼蓝分光光度法测定氮化硼中 Si 含量[J]. 分析试验室, 2022, 41(8): 925–929.
- LI Tao, ZHANG Jiuli, LI Shengchen, et al. Determination of silicon content in boron nitride by silicon molybdenum blue spectrophotometry [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2022, 41(8): 925–929.
- [8] 中国有色金属工业协会. 锡铅焊料化学分析方法 第 9 部分: 铝量的测定电热原子吸收光谱法: GB/T 10574. 9—2017[S]. 2017.
- China Nonferrous Metal Industry Association. Methods for chemical analysis of tin-lead solders—Part 9: Determination of aluminium content-Graphite furnace atomic absorption spectrometric method: GB/T 10574. 9—2017[S]. 2017.
- [9] 袁晓月, 孙斌. 用原子吸收分光光度法测定钢中微量铝[J]. 新技术新工艺, 2005(5): 47–48.
- YUAN Xiaoyue, SUN Bin. Measuring tiny aluminum in steel by atomic absorption spectrophotometry [J]. New Technology & New Process, 2005(5): 47–48.
- [10] 马旭, 汤敏顺, 焦东江. 石墨炉吸收光谱法测定高纯锡中微量铝[J]. 中国卫生检验杂志, 2009, 19(5): 1021–1022.
- MA Xu, TANG Minshun, JIAO Dongjiang. Detection of trace aluminium in highly purified tin by GSAS Chinese Journal of Health Laboratory Technology [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2009, 19(5): 1021–1022.
- [11] 熊小庆, 李黠, 黄芝敏, 等. 熔融制样-X 射线荧光光谱法测定铌铁合金中铌、铁、硅、磷、钽、铝的含量[J]. 世界有色金属, 2023(9): 145–147.
- XIONG Xiaqing, LI Xie, HUANG Zhimin, et al. Determination of niobium, ferrum, silicon, phosphorus, titanium and aluminum in ferro-niobium by X-ray fluorescence spectrometry combined with melting method for sample preparation [J]. World Nonferrous Metals, 2023(9): 145–147.
- [12] 祁巍, 高延强, 宋苗, 等. 熔融制样-X 射线荧光光谱法测定钛铁中钛磷硅锰铝[J]. 冶金分析, 2022, 42(3): 66–71.
- QI Wei, GAO Yanqiang, SONG Miao, et al. Determination of titanium, phosphorus, silicon, manganese and aluminum in ferrotitanium by X-ray fluorescence spectrometry with fusion sample preparation [J]. Metallurgical Analysis, 2022, 42(3): 66–71.
- [13] 刘悦婷, 刘亮, 徐林, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定 Si-B-C-N 陶瓷材料中的硅和硼[J]. 化学分析计量, 2023, 32(7): 7–11.
- LIU Yueying, LIU Liang, XU Lin, et al. Determination of silicon and boron in Si-B-C-N ceramics by inductively coupled plasma atom emission spectrometry [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2023, 32(7): 7–11.
- [14] 吴超超, 王震, 王岩, 等. ICP-AES 光谱法测定硼铁中硼铝磷[J]. 南方金属, 2022(1): 30–32.
- WU Chaochao, WANG Zhen, WANG Yan, et al. Determination of boron, aluminum and phosphorus in ferrobore by ISP-AES [J]. SOUTHERN METALS, 2022(1): 30–32.
- [15] 郭英英, 焦凤菊. 拖拉机箱体和缸体铸造用硼铁中硼的测定[J]. 拖拉机与农用运输车, 2020, 47(4): 59–62.
- GUO Yingying, JIAO Fengjue. Determination of boron in boron iron for tractor box and cylinder casting [J]. Tractor & Farm Transporter, 2020, 47(4): 59–62.
- [16] 安中庆, 方海燕, 范兴祥, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定镍硼合金中硼[J]. 冶金分析, 2020, 40(2): 76–80.
- AN Zhongqing, FANG Haiyan, FAN Xingxiang, et al. Determination of boron in nickel-boron alloy by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis, 2020, 40(2): 76–80.
- [17] 刘丽静, 刘晓杰, 许涛, 等. 电感耦合等离子体光谱法测定 La₁₅(Fe₇₇)B₈ 型储氢合金中钕、铁、硼、铝、镍、锰的含量[J]. 稀土, 2015, 36(3): 100–104.
- LIU Lijing, LIU Xiaojie, XU Tao, et al. Determination of La, Fe, B, Al, Ni, Mn in La₁₅Fe₇₇B₈ type of hydrogen storage alloys by inductively coupled plasma- atomic emission spectrometry [J]. Chinese Rare Earths, 2015, 36(3): 100–104.
- [18] 白焕焕, 李剑, 罗策, 等. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高铬合金铸铁中铬、锰、硅、磷[J]. 化学分析计量, 2022, 31(7): 43–47.
- BAI Huanhuan, LI Jian, LUO Ce, et al. Determination of Cr, Mn, Si and P in high chromium alloy cast iron by microwave digestion-inductively coupled plasma optical emission spectrometry [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2022, 31(7): 43–47.
- [19] 马晓芹, 佺云, 崔博程. 碱熔试样-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铌铁中硅、磷、钛[J]. 中国有色冶金, 2022, 51(3): 80–83, 127.

- MA Xiaohui, XIAN Yun, CUI Bocheng. Determination of silicon, phosphorus and titanium in ferroniobium by alkali fusion-inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES)[J]. China Nonferrous Metallurgy, 2022, 51(3): 80-83, 127.
- [20] 王丹, 王春浩, 李辉. 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定镍基/钴基高温合金中硼磷硅[J]. 中国无机分析化学, 2021, 11(1): 60-63.
- WANG Dan, WANG Chunhao, LI Hui. Determination of boron, phosphorus and silicon in nickel-based or cobalt-based super alloys by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical, 2021, 11(1): 60-63.
- [21] 生态环境部. 环境监测分析方法标准制定技术导则: HJ 168—2020[S]. 2020.
- Ministry of Ecology and Environment. Technical guideline on drawing environmental monitoring analytical method standards: HJ 168—2020[S]. 2020.

Determination of B, Fe, Si and Al in nickel boron alloy by ICP-OES

LI Jihui¹, LI Meng², LIU Qin^{3,4}, LIU Lijing⁵

(1. Jiangxi University of Science and Technology, Ganzhou 330013, China;

2. Inner Mongolia Rare Earth Ovonic Metal Hydride Co., Ltd., Baotou 014030, China;

3. State Key Laboratory of Baiyunobo Rare Earth Resource Researches and Comprehensive Utilization, Baotou 014030, China;

4. Baotou Research Institute of Rare Earths, Baotou 014030, China;

5. Baotou Teachers College, Baotou 014030, China)

Abstract: The existing analysis methods have problems such as significant interference from elements, miscellaneous steps, and long time. The method was established to determine the content of B, Fe, Si and Al in nickel boron alloys by ICP-OES. We explored the dissolution method of the sample and selected the optimal wavelength for each element through coexisting element interference and blank experiments. The following main conclusions were drawn. The sample was decomposed using aqua regia dissolution and alkali melting residue method, and the sample was completely dissolved. The measured solution had low salt content, and the lower limit of each element could meet the analysis requirements. Detecting each element at the selected wavelength, the determination limit of Fe, Si and Al were 0.009 0 μg/mL, 0.039 μg/mL and 0.018 μg/mL. According to the method, the recovery rates of B, Fe, Si and Al are 88% to 106%. The relative standard deviations (RSD, $n=11$) of actual sample were between 0.54% and 9.6%. Meanwhile the content of B, Fe, Si and Al in nickel boron alloys was also determined by volumetric method, atomic absorption spectroscopy, spectrophotometry and ICP-MS method, the results were basically consistent with those obtained by the experimental method. This research method can be used for simultaneous determination of multiple elements, which is simple, fast, accurate, and reliable. It can be used as the main analytical method for detecting the main content and important impurity element content indicators of nickel boron alloys.

Key words: nickel boron alloy; determination of B, Fe, Si and Al; ICP-OES; sample decompose; dissolve in aqua regia and alkali melting residue; interference element; analyze wavelength