

# 金属材料元素化学分析方法及注意事项

苗继伟 杨 婷 崔婧夷

内蒙古北方重工业集团有限公司 内蒙古 包头 014030

**摘要:**金属材料元素化学分析是保障材料质量的重要手段,涵盖重量分析法、容量分析法及多种仪器分析方法。每种方法适用于不同分析需求,从常量到微量成分均可实现准确测定。操作流程包括样品采集与制备、仪器校准与参数设置等环节。实验过程中需严格遵循安全规范,加强试剂与仪器管理,确保数据真实可靠。通过科学的分析技术和严谨的操作流程,为金属材料性能评估和质量控制提供有力支撑。

**关键词:**金属材料;化学分析;仪器分析;样品前处理;质量控制

引言:金属材料在工业生产中具有广泛应用,其化学成分直接影响材料性能与使用效果。为确保产品质量,必须对金属材料中的元素组成进行准确分析。化学分析方法种类多样,各有适用范围与操作特点。分析过程涉及样品处理、仪器操作及数据记录等多个环节,要求操作人员具备专业知识与规范意识。建立系统的分析流程和质量控制体系,有助于提升分析结果的准确性与重复性。

## 1 常用化学分析方法

### 1.1 重量分析法

#### 1.1.1 方法原理

重量分析法是一种基于化学反应生成沉淀的定量分析技术。其基本原理是将被测元素通过特定试剂转化为难溶化合物,形成沉淀后进行过滤、洗涤、干燥或灼烧,最终通过称量沉淀的质量来计算该元素的含量。此方法依赖于精确的称量操作和稳定的沉淀形式,适用于对测定结果要求较高的场合。

#### 1.1.2 适用范围

重量分析法主要适用于常量组分的测定,尤其适合金属材料中氧化物、盐类等成分的含量分析。由于其不需要复杂的仪器设备,仅依靠天平与常规实验器皿即可完成,因此在实验室基础分析中仍具一定应用价值。该方法多用于高纯度样品或已知组成物质的分析,在工业原材料检测中也有一定使用空间。

### 1.2 容量分析法

#### 1.2.1 酸碱滴定法

酸碱滴定法利用酸与碱之间的中和反应进行测定。通过向待测溶液中逐滴加入浓度已知的标准酸或碱溶液,借助指示剂颜色变化或电位变化确定反应终点,从而计算出被测物质的浓度<sup>[1]</sup>。该方法广泛应用于金属腐蚀产物、表面处理液以及电解质溶液中的酸碱成分分析。

#### 1.2.2 络合滴定法

络合滴定法以金属离子与络合剂之间形成的稳定络合物为基础。常用的络合剂如EDTA可与多种金属离子形成1:1的配合物,适用于合金、矿石及水处理药剂中钙、镁、铁、铜等元素的测定。该方法具有选择性好、灵敏度高的特点,尤其适合复杂体系中金属离子的定量分析。

#### 1.2.3 氧化还原滴定法

氧化还原滴定法基于被测物质与滴定液之间的电子转移反应进行测定。通常采用强氧化剂(如高锰酸钾、重铬酸钾)或强还原剂(如硫代硫酸钠)作为标准溶液,适用于金属材料中变价元素的测定,如铁、铬、锰等。该方法反应迅速,终点易判断,常用于冶金分析和环境监测等领域。

## 1.3 仪器分析法

### 1.3.1 原子吸收光谱法

原子吸收光谱法通过测定基态原子对特征辐射的吸收强度来确定元素含量。该方法需将样品转化为原子蒸汽状态,通常采用火焰或石墨炉方式实现。不同元素对应不同的特征波长,通过测量吸收值并与标准曲线比对,即可得出被测元素的浓度。原子吸收光谱法适用于低至微量级别的金属元素分析,具有良好的重复性和准确性。

### 1.3.2 电感耦合等离子体发射光谱法

电感耦合等离子体发射光谱法利用高温等离子体激发样品中的原子或离子,使其发射出特征光谱,通过检测光谱强度进行定量分析。该方法具有多元素同时测定能力,适用于复杂金属材料中多种元素的同时检测。相较于原子吸收法,其检测效率更高,且对样品前处理的要求相对较低,适合批量样品的快速分析。

### 1.3.3 X射线荧光光谱法

X射线荧光光谱法基于X射线激发样品产生二次荧光

的原理,通过检测各元素发出的特征X射线荧光强度,分析样品的元素组成。该方法无需破坏样品,适用于固态、粉末或液体样品的直接分析。由于其非破坏性和操作简便,X射线荧光光谱法广泛应用于金属板材、铸件、矿石及涂层材料的成分检测中。还可用于现场快速筛查和在线质量监控。

## 2 分析方法操作流程

### 2.1 样品采集与制备

#### 2.1.1 采样原则与方法

金属样品采集需遵循代表性原则,确保所取样品能真实反映整体材料的元素组成。对于形状规则、成分均匀的金属制品,可在其不同部位按网格布点法选取多个采样点,如长方体金属块,在六个表面中心及四条棱边的中点处取样;若材料呈粉末状或颗粒状,需采用圆锥四分法,将样品堆成圆锥体,压平后通过十字分样,取对角部分混合,重复操作直至获取合适量的样品<sup>[2]</sup>。对于大型金属构件,应在其应力集中区、焊接部位等关键区域多点采样,避免因局部成分差异导致分析结果偏差。采样时使用清洁的不锈钢刀具、镊子等工具,防止引入外来杂质,采集后的样品立即装入密封容器,标注样品名称、来源、采样时间等信息。采样完成后,需对样品进行唯一性标识,建立样品流转记录,确保样品从采集到分析全过程可追溯,避免因样品混淆影响分析结果的准确性。

#### 2.1.2 样品前处理

样品粉碎是前处理的基础步骤,针对块状金属,先用颚式破碎机粗碎至合适粒度,再通过球磨机或研钵进一步研磨,使样品粒度均匀且符合分析要求。溶解过程需根据金属特性选择适宜的溶剂,对于活泼金属如铁、铝,可用盐酸、硫酸等强酸溶解;对于难溶金属如钨、钼,需采用王水或混合酸体系。溶解时在通风橱内进行,缓慢加入溶剂,控制反应速率,避免剧烈反应导致样品飞溅。溶解完成后,通过过滤去除不溶物,选择合适孔径的滤纸或滤膜,确保滤液清澈。若溶液中存在干扰离子,还需进行分离富集操作,如采用离子交换树脂或萃取剂去除杂质,为后续分析提供纯净的样品溶液。在样品前处理过程中,每一步操作完成后需及时清理仪器和台面,防止不同样品之间交叉污染,对处理后的样品溶液进行妥善保存,根据溶液性质选择合适的容器和储存条件。

## 2.2 分析仪器操作要点

### 2.2.1 仪器校准与调试

不同分析仪器的校准方法各有特点。原子吸收光谱

仪校准需使用标准溶液,通过测定不同浓度标准溶液的吸光度,绘制工作曲线,确保仪器响应的准确性。在调试过程中,检查雾化器的雾化效率,调节燃气与助燃气的比例,使火焰状态稳定;同时校准波长准确度,保证检测到的特征谱线位置正确。电感耦合等离子体发射光谱仪校准前,需对雾化系统、等离子体炬管进行清洁,使用多元素标准溶液校准仪器的灵敏度和线性范围。调试时优化射频功率、载气流量等参数,使等离子体处于最佳激发状态。X射线荧光光谱仪校准主要针对探测器能量分辨率和峰位,使用标准样品进行能量校正,确保仪器能准确识别不同元素的特征X射线荧光。调试过程中,检查样品室的密封性,调整X射线管的管电压和管电流,保证激发效果稳定。仪器校准与调试完成后,需进行空白试验,确认仪器本底信号在正常范围内,避免仪器自身因素对分析结果产生干扰。

#### 2.2.2 分析参数设置

原子吸收光谱法分析时,需根据待测元素选择合适的空心阴极灯,设置灯电流大小,过高的灯电流会缩短灯的使用寿命且导致谱线变宽,过低则信号强度减弱<sup>[3]</sup>。应确定原子化温度和时间,火焰原子化器需调节火焰类型(如空气-乙炔火焰的富燃、贫燃状态),石墨炉原子化器要设定干燥、灰化、原子化和净化阶段的温度和时间程序。电感耦合等离子体发射光谱法参数设置包括选择待测元素的分析谱线,避免谱线干扰;调节雾化气流量,影响样品的雾化效率和进入等离子体的量;设置积分时间,确保信号采集的准确性。X射线荧光光谱法需根据样品性质和元素含量,选择合适的X射线管靶材和滤光片,优化探测器的脉冲高度分析参数,以提高分析的灵敏度和分辨率,不同元素和样品基体需针对性地调整参数,保证分析结果的可靠性。在设置分析参数时,需参考仪器操作手册和相关标准方法,结合样品特性进行优化,完成参数设置后需进行预实验,观察仪器响应和分析结果,根据实际情况对参数进行微调,确保分析过程的稳定性和结果的准确性。

## 3 化学分析注意事项

### 3.1 实验安全规范

实验安全贯穿化学分析全过程,个人防护装备是保障实验人员安全的第一道防线。进入实验室前,必须穿戴符合标准的防护装备。防护手套需根据接触试剂特性选择,接触腐蚀性试剂如浓硫酸、浓硝酸时,佩戴丁腈橡胶手套,其具有良好的耐化学腐蚀性;处理有机溶剂则选用氯丁橡胶手套,防止溶剂渗透。防护口罩用于过滤实验过程中产生的有害气体与粉尘,在使用易挥发有

毒试剂如苯、四氯化碳时,必须佩戴防毒口罩。实验全程应穿着长袖实验服,避免皮肤直接接触试剂,必要时佩戴防护面罩,防止试剂飞溅造成伤害。危险化学品操作规范是实验安全的核心。取用强腐蚀性试剂,如氢氟酸,需在通风橱内进行,使用专用的聚四氟乙烯器具,避免与玻璃器皿接触发生反应。稀释浓硫酸时,遵循酸入水原则,将浓硫酸沿器壁缓慢注入水中,并不断搅拌,使热量均匀散发,防止液体飞溅。易燃易爆试剂如乙醚、汽油,储存时远离火源与热源,取用后立即密封,剩余试剂严禁随意丢弃,需按照规定程序回收处理。对于剧毒品,如氰化物,实行双人双锁管理,取用过程严格登记,确保试剂流向可追溯。

### 3.2 试剂与仪器管理

试剂储存需依据其化学性质分类存放。遇光易分解的试剂,如硝酸银、高锰酸钾,应保存在棕色试剂瓶中,置于阴暗处;易潮解的试剂,如氢氧化钠、氯化钙,密封保存于干燥器内,定期检查干燥剂状态。强氧化性试剂与还原性试剂分开存放,避免发生剧烈反应,如浓硫酸与硫化钠需隔离储存。液体试剂与固体试剂分区存放,防止交叉污染。试剂取用遵循少量多次原则。固体试剂使用干净的药匙或镊子取用,避免试剂洒落与污染,取用完后立即盖紧瓶塞。液体试剂采用倾倒或移液管吸取方式,倾倒时试剂瓶标签朝向手心,防止试剂流下腐蚀标签;使用移液管时,确保移液管垂直,吸取和释放液体操作规范,避免试剂残留影响浓度准确性。仪器维护保养对分析结果准确性至关重要<sup>[4]</sup>。玻璃仪器使用后及时清洗,去除残留试剂,对于顽固污渍,采用合适的洗涤剂浸泡清洗,洗净后倒置晾干或烘干,避免水渍残留。精密分析仪器如原子吸收光谱仪、电感耦合等离子体发射光谱仪,每次使用后进行必要的清洁与校准。定期检查仪器气路密封性,防止气体泄漏影响分析结果或引发安全事故;对仪器内部的关键部件,如原子吸收光谱仪的空心阴极灯、电感耦合等离子体发射光谱仪的雾化器,按照规定的使用时长及时更换,确保仪器性能稳定。

### 3.3 数据处理与质量控制

数据记录要求真实、准确、完整。实验过程中,原始数据直接记录在专用的实验记录本上,禁止事后誊写

或修改。记录内容包括实验日期、样品编号、分析方法、仪器型号、操作条件、测量值等信息。书写清晰规范,使用法定计量单位,避免书写模糊或错误。若记录过程中出现笔误,采用划线更正法,在错误数据上划单横线,在旁边注明正确数据并签名,保留原始记录痕迹。有效数字处理遵循相关规则。在数据记录和计算过程中,根据测量仪器的精度确定有效数字位数。如使用万分之一天平称量样品,质量记录到小数点后四位;使用滴定管读取体积,记录到小数点后两位。计算过程中,加减法以小数点后位数最少的数据为准保留结果的小数位数,乘法以有效数字位数最少的数据为准确定结果的有效数字位数。质量控制通过多种方式实现。平行样分析是常用手段,对一样品进行多次重复测定,计算测定结果的相对偏差,评估分析结果的精密度。空白试验用于扣除试剂、器皿等引入的干扰,在不加样品的情况下,按照与样品分析相同的操作步骤进行实验,所得结果为空白值,样品测定结果需扣除空白值。应定期使用标准物质进行分析,将测定结果与标准物质的参考值进行对比,判断分析方法的准确性与可靠性,确保化学分析数据真实可信,为金属材料元素分析提供有效依据。

### 结束语

金属材料元素化学分析是一项技术性强、操作要求高的工作,需要结合样品特性选择合适的分析方法,并严格按照操作规程执行。从样品前处理到仪器分析,再到数据处理与质量控制,每一个环节都影响最终结果的可靠性。同时实验安全与规范管理不可忽视,只有在科学指导下开展分析工作,才能有效保障分析质量,为金属材料的研发与应用提供坚实的数据支持。

### 参考文献

- [1]颜忠国.金属材料元素化学分析方法注意要点探讨[J].世界有色金属,2021(17):158-159.
- [2]杨洁懿.矿石中金属元素化学分析方法研究[J].世界有色金属,2021(17):123-124.
- [3]王婷.矿石样品中金属元素化学分析方法的应用研究[J].世界有色金属,2021(15):192-193.
- [4]邓连逢.浅谈矿石中金属元素检测方法[J].世界有色金属,2024,(18):204-206.