

解决方案|原子吸收法测定氮化硅材料中的铝、铁、钙含量

氮化硅是一种特殊的耐高温材料，以高纯氮化硅粉末材料制备的氮化硅精细陶瓷材料具备系列优异的性能，其作为先进结构材料在发动机、机械加工、微电子学等尖端领域具有良好的应用前景。

现有的氮化硅中微量元素分析主要采用原子吸收光谱法和等离子体发射光谱法。对于氮化硅陶瓷粉末中铝、钙和镁测定，国家标准 JY/T016-1996 中使用的是波长色散型 X 射线荧光光谱法。样品前处理主要为高温碱熔或微波消解法。本文查阅文献建立微波消解原子吸收光谱法测定氮化硅粉中铝、铁、钙含量的方法，可供相关人员参考。

实验部分

仪器设备与试剂

AA-7020 原子吸收分光光度计；

微波消解仪；

氢氟酸；

硝酸；

Fe、Al、Ca 标准物质。

实验条件

石墨炉原子吸收法测定 Fe、Al 元素仪器条件

元素	波长 nm	灯电流 mA	氙灯电流 mA	光谱通带宽度 nm	背景扣除
Fe	248.30	3.00	80	0.2	氙灯
Al	309.30	2.00	80	0.2	氙灯

火焰原子吸收测试 Ca 元素仪器条件

元素	测量波长 nm	狭缝 nm	灯电流 mA	燃烧头高度 mm	乙炔流量 L/min	火焰类型
Ca	422.70	0.2	3.0	8.0	1.6	空气-乙炔

[Fe石墨炉温度曲线]

序号	步骤	开始温度 (°C)	结束温度 (°C)	升温时间(s)	内气路	辅助气路	模式	报警
1	干燥	40	100	30	开	关	功率	开
2	干燥	100	120	20	开	关	功率	开
3	灰化	120	500	15	开	关	功率	开
4	灰化	500	500	10	开	关	功率	开
5	灰化	500	500	6	关	关	功率	开
6	原子化	2500	2500	5	关	关	功率	
7	清除	2600	2600	3	开	关	功率	开
8	冷却	0	0	30	开	关	功率	开

[Al石墨炉温度曲线]

序号	步骤	开始温度 (°C)	结束温度 (°C)	升温时间(s)	内气路	辅助气路	模式	报警
1	干燥	40	90	30	开	关	功率	开
2	干燥	90	140	10	开	关	功率	开
3	灰化	140	800	15	开	关	功率	开
4	灰化	800	800	10	开	关	功率	开
5	灰化	800	800	6	关	关	功率	开
6	原子化	2800	2800	3	关	关	功率	
7	清除	2850	2850	2	开	关	功率	开
8	冷却	0	0	30	开	关	功率	开

样品前处理

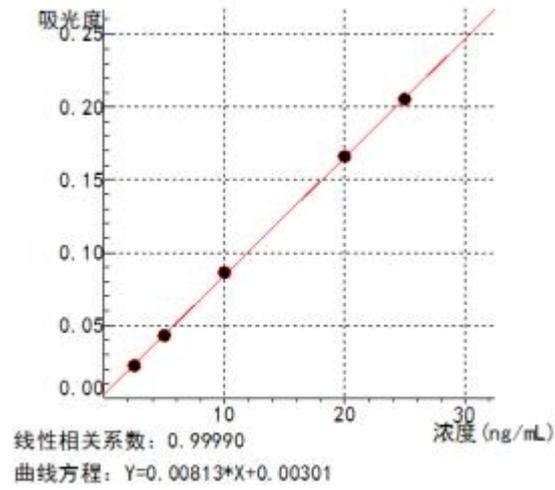
称 0.2 g 样品（精确至 0.0001g）于微波消解罐中，加少量纯水润湿，依次缓慢加入 9mL 氢氟酸，1 mL 硝酸，按照设定的升温程序进行微波消解，消解完成冷却后，转移至聚四氟乙烯罐中，加入 2mL 硝酸进行赶酸，赶至近干，最后定容至 10mL，按需求进行稀释后测定（稀释倍数在报告中给出）。

实验结果

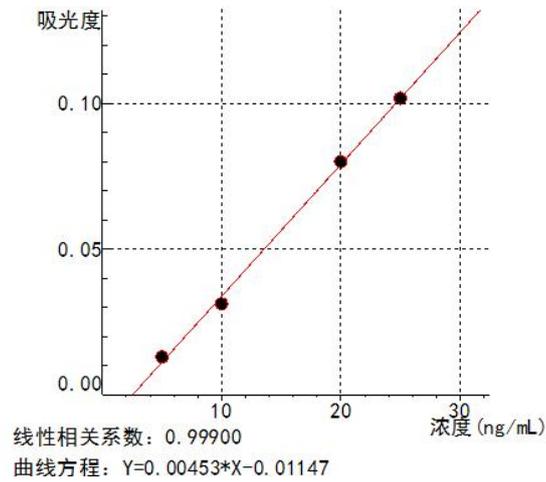
标准曲线

元素	浓度					
Fe	0.00	2.5	5.0	10.0	20.0	μg/L
Al	0.00	5.0	10.0	20.0	25.0	μg/L
Ca	0.00	0.2000	0.5000	1.000	2.000	mg/L

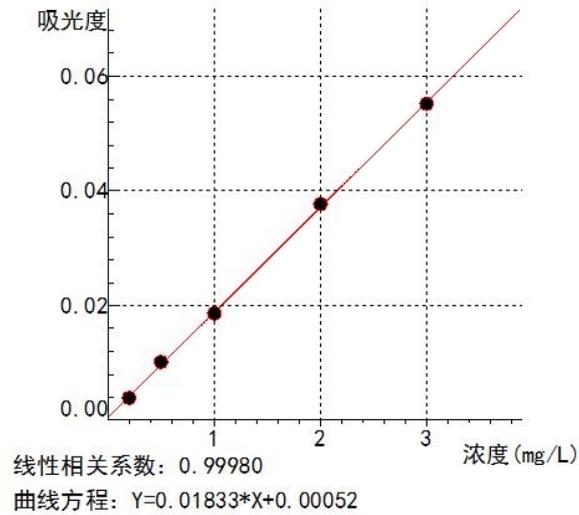
Fe 标准曲线



Al 标准曲线



Ca 标准曲线



样品测试

单位: mg/kg(ppm)

样品 \ 元素	Fe	Al	Ca
样品-1	4.876	11.462	样品溶液浓度<0.2
样品-2	4.468	10.424	样品溶液浓度<0.2
结果	4.672	10.943	样品溶液浓度<0.2

实验总结

本文利用东西分析AA-7020原子吸收分光光度计建立原子吸收法测定氮化硅粉

中铁、铝和钙元素含量的方法。在实验中我们不仅考察了样品前处理中氢氟酸与硝酸的比例、微波消解等条件，以期硅及氟等元素处理殆尽。同时还在检测过程中考察了是否需要加入释放剂等来保证检测结果的正确性等。最后实验结果表明，该方法操作简单、分析方便、结果准确，可以满足如产品质量控制、科研等需求，可供相关人员参考。