

ICP-AES 法测定铁镍基体高温合金中的常微量元素

ICP-072

摘要: 本实验采用湿法前处理铁镍基高温合金样品, ICP-AES 法测定了高温合金标准物质 YSB C 11508-93 和 YSB C 11516-93 标准物质中的 8 种常微量元素的含量。实验结果表明, 该方法线性相关系数良好, 可同时测定高温合金中的常微量元素, 该方法精密度高, 分析结果与标准值相吻合。

关键词: 材料 高温合金 常微量元素

高温合金主要用于航空、航天、核反应堆和电站等领域, 其合金分配比直接影响到合金的性能。高温合金中的难溶金属元素 Mo、W、Ti 的分析测定难度大、要求精度高, 已有的方法多属于化学方法; 或者采用 HF 酸溶解样品, ICP-AES 测定, 但由于 HF 酸的存在必须利用灵敏度较低的 HF 进样系统, 这样既需要 HF 酸进样附件, 又难以测定含量较低的元素。

本文采用盐酸 + 硝酸湿法消解高温合金样品, 柠檬酸铵水溶液络合 Mo、W、Ti 等元素, 内标法定量, 采用岛津公司全谱型电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9000 (CCD 检测器) 灵敏度较高的无机进样系统, 轴向和纵向自动切换同时测定了高温合金标准物质 YSB C 11516-93 和 YSB C 11508-93 标准物质中的 8 种常微量元素的含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用; 实验所用 HNO₃ 和 HCl 试剂电子纯试剂, 柠檬酸铵为优级纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

精确称取 0.1000 g 样品置于聚四氟烧杯中, 加入 15 mL 混酸 (HCl:HNO₃=5:1), 烧杯上方放置表面皿回流, 低温 (100℃) 加热消解至样品澄清后, 趁热加入 3 mL 50% 柠檬酸铵水溶液, 混合均匀, 静置至室温, 加入 2.5 mL 内标元素 Y 标准溶液 (1000 mg/L), 用纯水定容至 100 mL。称取 0.1000 g 纯铁和纯镍 (1:1), 同法消解, 制备空白和基体。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向纵向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

结果与讨论

2.1 标准曲线配制

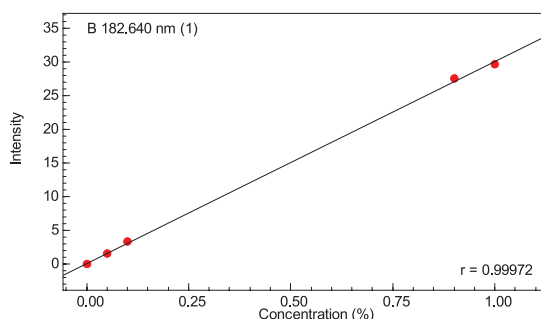
使用 1:1 的铁镍基体配制混合标准溶液, 如表 2。

表2 各元素标准曲线浓度及分析波长

元素	分析波长 (nm)	观测方式	标准曲线浓度 (%)							
			Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7
B	182.640	轴向	0	0.05	0.10	0.90	1.0	-	-	-
Mn	257.610	轴向	0	0.05	0.10	0.90	1.0	-	-	-
Si	251.611	纵向	0	0.05	0.10	0.90	1.0	-	-	-
Al	394.403	纵向	0	-	-	0.50	1.0	8.0	10	-
Mo	202.030	纵向	0	-	-	0.50	1.0	8.0	10	-
Ti	336.121	纵向	0	-	-	0.50	1.0	8.0	10	-
W	209.475	轴向	0	-	-	0.50	1.0	8.0	10	-
Cr	206.149	纵向	0	-	-	-	1.0	2.0	20	25

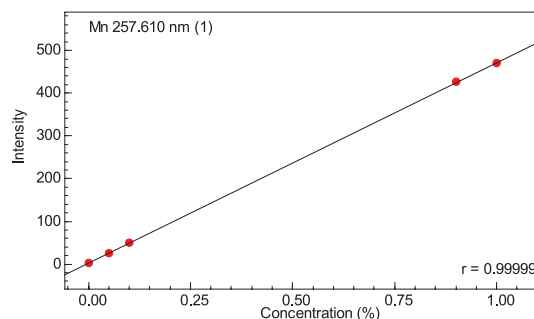
备注：标准曲线浓度值已换算为固体中的含量

2.2 部分元素的标准曲线



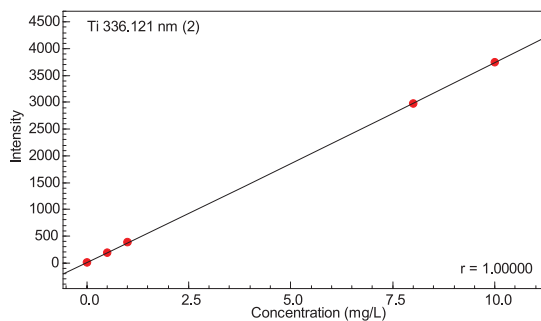
计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0333410 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0058389 零截距: 无

图1 B的标准曲线



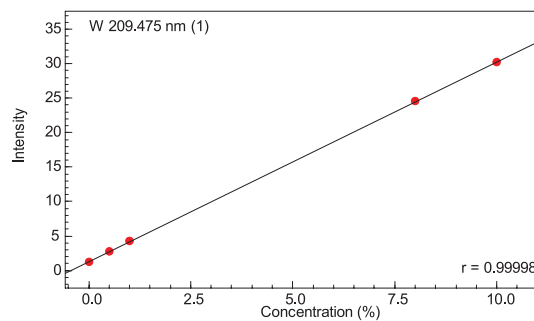
计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0021322 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.0059652 零截距: 无

图2 Mn的标准曲线



计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0027365 权重: 无
 b = -1.592596e-008 d = -0.0278775 零截距: 无

图3 Ti的标准曲线



计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.3447936 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.4495796 零截距: 无

图4 W的标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓图

B 182.640 Best

条件1

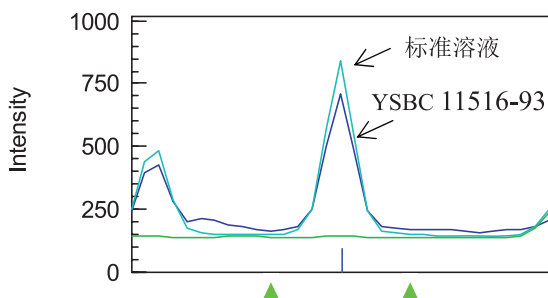


图5 B的谱峰轮廓图

Si 251.611 Best

条件2

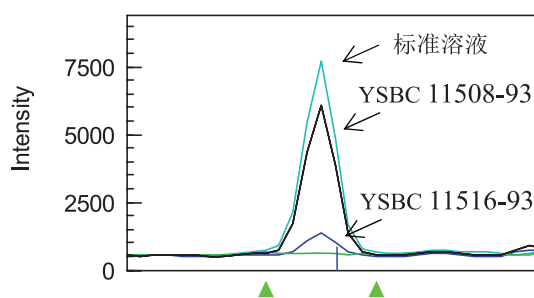


图6 Si的谱峰轮廓图

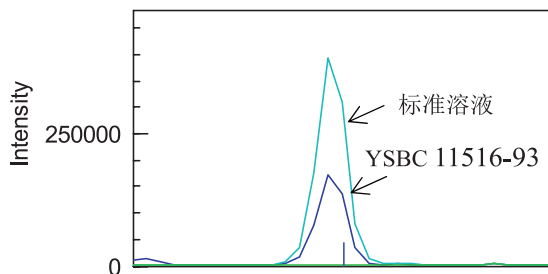
Ti 336.121 Best
 条件2


图7 Ti的谱峰轮廓图

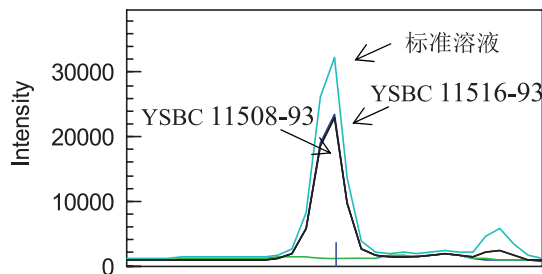
 W 209.475 Best
 条件1


图8 W的谱峰轮廓图

2.4 高温合金样品分析及检出限

使用 ICP-AES 法轴向和纵向直接测量高温合金标准样品中的常微量元素，同时对样品空白的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限。

表3 高温合金样品分析结果

元素	检出限 (mg/L)	YSB C 11508-93			YSB C 11516-93		
		标准值(%)	测定值(%)	RSD(%)	标准值(%)	测定值(%)	RSD(%)
B	0.004	-	-	-	0.1±0.04	0.097	0.89
Mn	0.002	0.73±0.02	0.74	0.36	0.044±0.003	0.043	0.50
Si	0.007	0.72±0.02	0.72	0.05	0.11±0.01	0.11	0.55
Al	0.015	-	-	-	1.82±0.03	1.83	0.43
Mo	0.012	2.96±0.03	2.98	0.20	-	-	-
Ti	0.001	-	-	-	3.58±0.04	3.56	0.17
W	0.14	5.66±0.05	5.67	0.30	5.75±0.03	5.78	0.40
Cr	0.018	20.94±0.05	20.90	0.31	14.91±0.05	14.91	0.11

结论

采用硝酸 + 盐酸湿法消解高温合金样品，柠檬酸氨络合 Ti、Mo、W 等元素，采用内标法进行定量分析，利用 ICP-AES 法测定了 YSB C 11516-93 和 YSB C 11508-93 标准物质中的 8 种常微量元素的含量。该方法线性范围宽，检出限低，精密度高，分析结果与标准值相吻合，适用于高温合金样品中常微量元素的快速定量分析。