

ICP-AES 法测定钛合金中多元素含量

ICP-039

摘要：采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 测定钛合金中铝 (Al)、铬 (Cr)、铁 (Fe)、钼 (Mo)、硅 (Si) 和锆 (Zr) 等 6 种元素的含量，该方法前处理简单，采用基体匹配制作标准曲线，克服了物理干扰和基体效应的影响，所测元素线性关系及重复性良好，定量准确，线性相关系数大于 0.99975，RSD 在 0.04% ~ 1.23% 之间。该方法可以满足钛合金样品中 Al、Cr、Fe、Mo、Si 和 Zr 等 6 种元素含量的测定要求。

关键词：ICP-AES 钛合金 材料 基体匹配

钛合金是以钛为基加入其他元素组成的合金。纯钛的强度接近普通钢的强度，一些高强度钛合金超过了许多合金结构钢的强度。因此钛合金的比强度（强度 / 密度）远大于其他金属结构材料，可制出单位强度高、刚性好、质轻的零、部件。在飞机的发动机构件、骨架、蒙皮、紧固件及起落架等都使用钛合金。其中铝是钛合金主要合金元素，它对提高合金的常温和高温强度、降低比重、增加弹性模量有明显效果。钼、铌、钒、铬、锰、铜、铁、硅等是稳定和降低相变温度的主要元素。因此准确快速测定钛合金中合金元素的含量对于材料的品质监控十分重要，本文采用基体匹配法对标准钛合金 GBW02501 进行了测定。

结果与讨论

2.1 仪器参数

仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	等离子气流速 (L/min)	辅助气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频功率 (kW)
轴向/纵向	同心	标准	旋流	14	1.2	0.7	27.12	1.2

2.2 分析线的选择及观测方式的选择

因采用标样制备工作曲线，因此只考虑光谱干扰和背景的影响，选择干扰少的谱线，且灵敏度能够满足测定要求。根据元素含量的多少，选择轴向观测和纵向观测。见表 2。

表 2 元素分析线

分析元素	Al*	Cr	Fe	Mo*	Si	Zr
分析波长 (nm)	396.153	205.552	234.349	277.540	251.611	343.823

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

因实验前处理使用了氢氟酸，故实验所用器皿均为聚四氟乙烯材料，并用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO₃、HF 为电子纯试剂，硼酸 99.9995%，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

准确称取 0.10 g (精确至 0.1 mg) 钛合金标准样品置于聚四氟乙烯烧杯中，加入 1 mL 超纯水，缓慢加入 0.5 mL HF，缓慢加入 2 mL HNO₃，待反应完全用超纯水清洗烧杯内壁，加入 25 mL 4% H₃BO₃ 溶液，转移至 100 mL 塑料容量瓶中，用超纯水定容至刻度。

Al、Mo 采用纵向观测，其余元素采用轴向观测。

2.3 标准曲线

使用高纯钛 (≥ 99.99%) 基体匹配方法，配制以下标准曲线溶液用于测试钛合金中铝、铬、铁、钼、硅和元素的含量。

元素	标准曲线浓度 (mg/L)			
Al	0	2	20	100
Cr	0	1	5	20
Fe	0	1	2	10
Mo	0	1	10	50
Si	0	1	2	5
Zr	0	1	2	5

标准曲线如下：

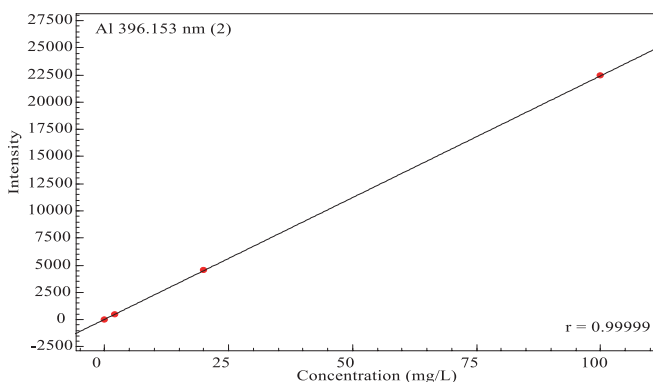


图1 铝元素的标准曲线

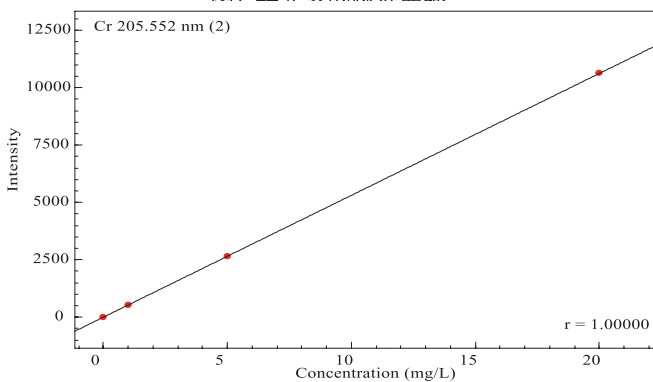


图2 铬元素的标准曲线

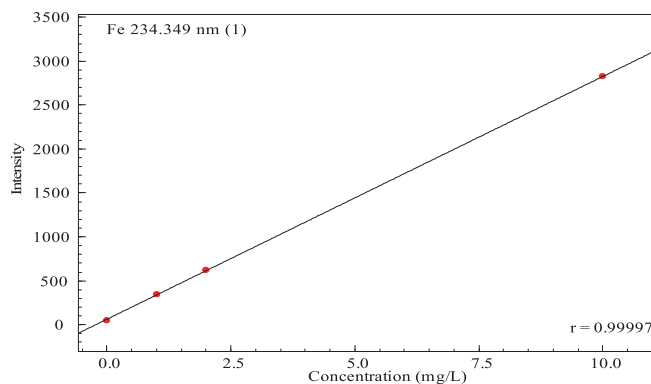


图3 铁元素的标准曲线

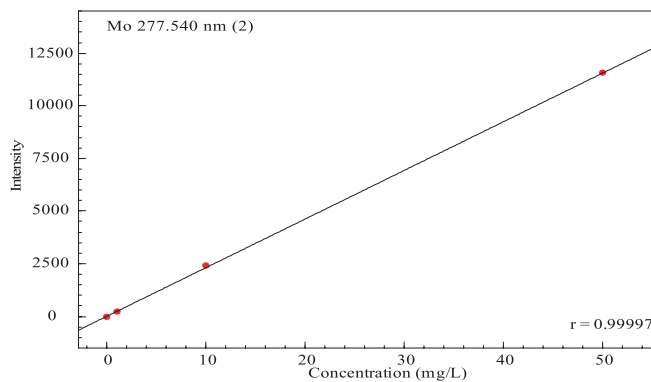


图4 钼元素的标准曲线

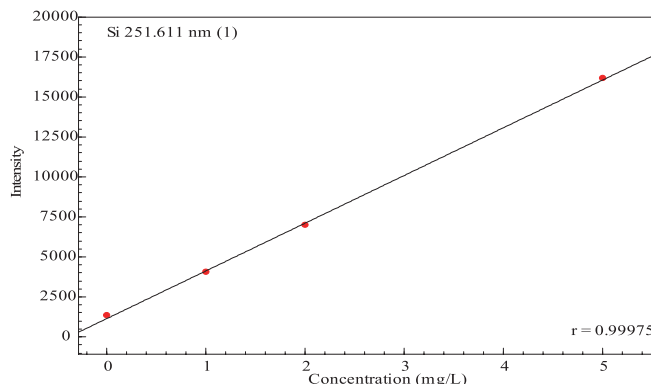
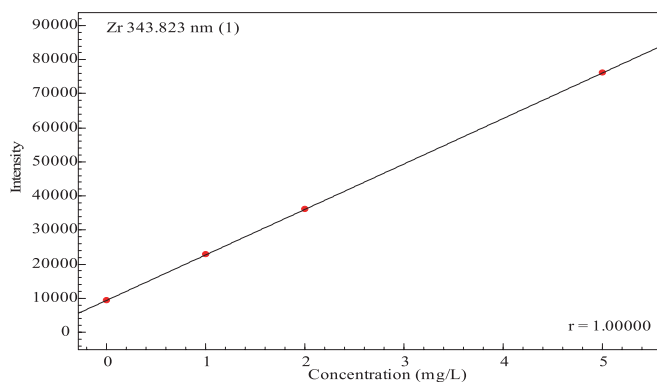


图5 硅元素的标准曲线



计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 7.496640e-005 权重: 无
 b = 0.0000000 d = -0.7155670 零截距: 无
 检出限 (3σ) = 0.0077500 定量下限 (10σ) = 0.0258332

图6 元素的标准曲线

2.4 谱线轮廓图

各元素的轮廓图如下:

Al 396.153 Best

条件2

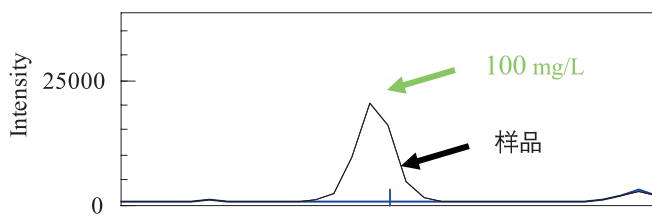


图7 铝元素的标准曲线

Cr 205.552

条件1

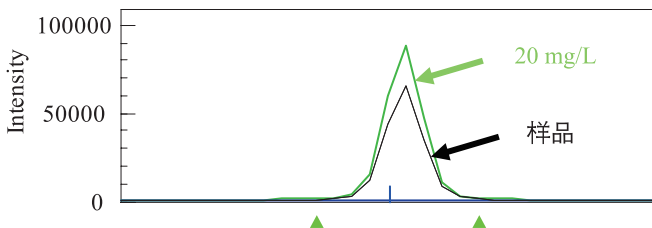


图8 铬元素的标准曲线

Fe 234.349

条件2

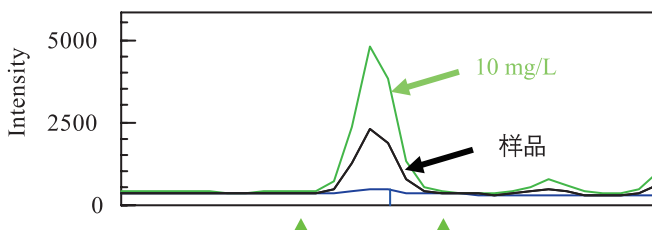


图9 铁元素的标准曲线图

Mo 277.540

条件2

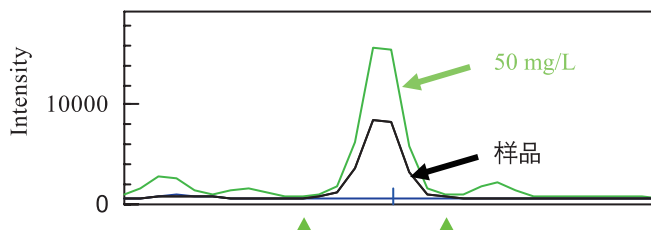


图10 钼元素的标准曲线

Si 251.611 Best

条件1

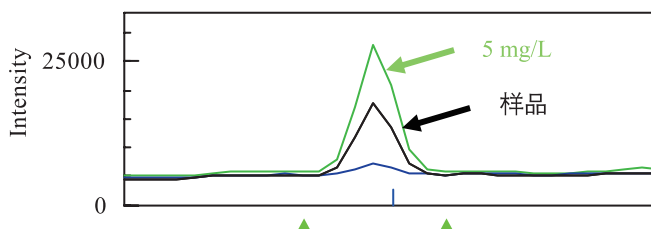


图11 硅元素的标准曲线图

Zr 343.823

条件1

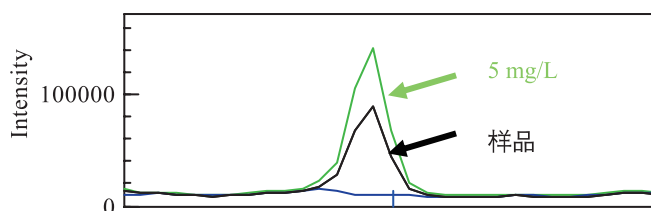


图12 锆元素的标准曲线

2.5 方法检出限

利用工作曲线对样品空白溶液进行 10 次测定, 3 倍空白溶液浓度的标准偏差即为此次方法的元素检测限, 其结果见表 3。

表3 检出限 (mg/L)

元素	Al	Cr	Fe	Mo	Si	Zr
检出限	0.019	0.0009	0.005	0.009	0.32	0.006

2.6 钛合金标准样品测定结果

应用本方法测定 GBW 02502 钛合金标准品, 其结果见表 4。

表4GBW 02502 钛合金标准品分析结果及给定值

元素	Al	Cr	Fe	Mo	Si	Zr
测定结果 (%)	6.45	1.48	0.458	2.58	0.27	0.298
标准值 (%)	6.42	1.55	0.473	2.53	0.28	0.276
RSD (%)	0.54	0.04	1.23	0.14	1.47	0.35

■ 结论

采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 测定钛合金中 6 种元素的含量，该方法前处理简单，采用基体匹配制作标准曲线，所测元素线性关系及重复性良好，定量准确，线性相关系数大于 0.99975，RSD 在 0.04% ~ 1.23% 之间。该方法可以满足钛合金样品中 Al、Cr、Fe、Mo、Si 和 Zr 等 6 种元素含量的测定要求。