

ICP-AES 法测定镍基体高温合金中的常微量元素

ICP-071

摘要：本实验采用湿法前处理铁镍基高温合金样品，ICP-AES 法测定了镍基高温合金 GBW 01641 标准物质中的 10 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、Ti、Nb 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 GBW 01641 中的 10 种常微量元素的含量。

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 10 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 2.0 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 纯镍，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	矩管类型	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

实验部分

1.1 仪器

结果与讨论

2.1 标准曲线配制

使用纯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	0.001	0.0025	0.005	0.0125	-	-	-
Zr	339.198	纵向	0	0.02	0.05	0.10	0.25	-	-	-
Fe	239.562	纵向	0	-	0.05	0.25	0.40	0.50	-	-
Mn	257.610	纵向	0	-	0.05	0.25	0.40	0.50	-	-
Si	212.412	轴向	0	-	0.05	0.20	0.40	0.50	-	-
Ti	334.941	纵向	0	-	0.10	0.40	0.80	1.0	-	-

Nb	316.340	纵向	0	-	-	0.10	0.50	2.0	3.0	-
Al	309.271	纵向	0	-	-	0.50	3.0	6.0	7.0	-
Mo	281.615	纵向	0	-	-	0.50	3.0	6.0	7.0	-
Cr	267.716	纵向	0	-	-	-	0.50	4.0	12	15

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

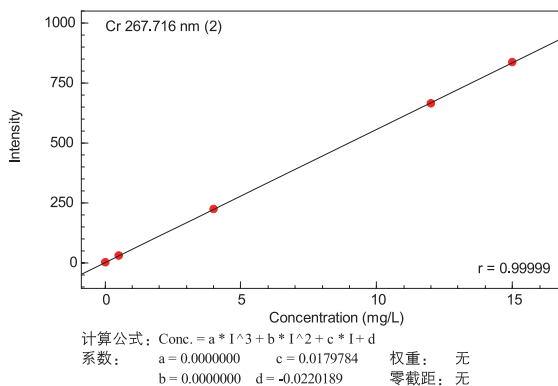


图1 Cr的标准曲线

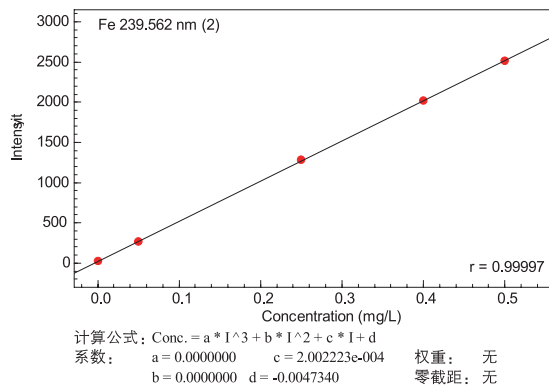


图2 Fe的标准曲线

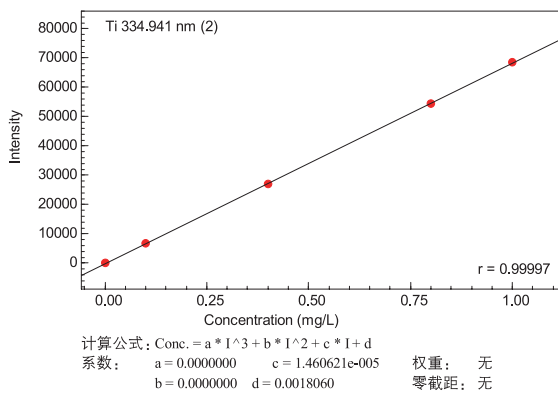


图3 Ti的标准曲线

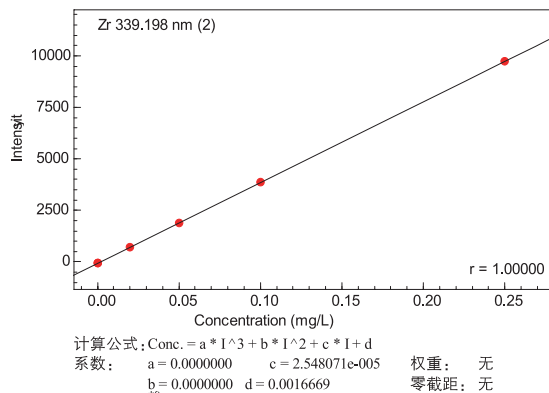


图4 Zr的标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓图

Cr 267.716 Best
条件2

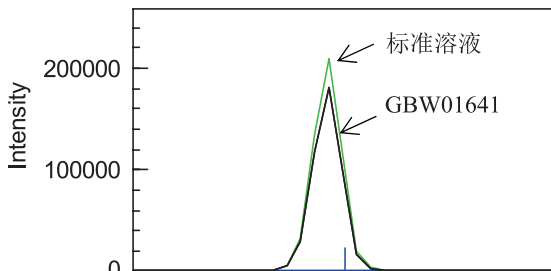


图5 Cr的谱峰轮廓图

Mo 281.615 Best
条件2

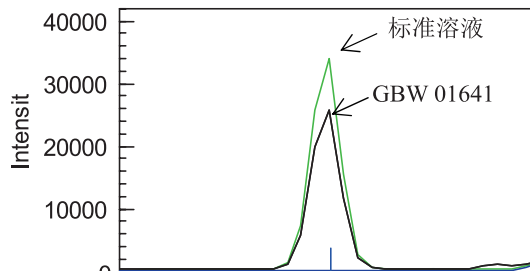


图6 Mo的谱峰轮廓图

Ti 334.941
条件2

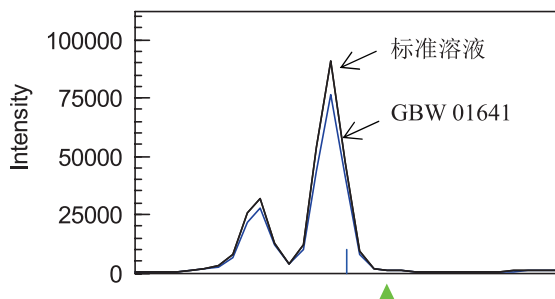


图7 Ti的谱峰轮廓图

Zr 339.198 Best
条件2

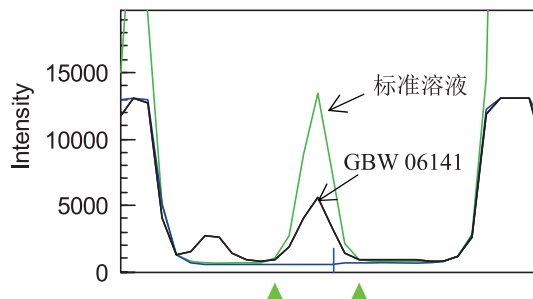


图8 Zr的谱峰轮廓图

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)	GBW01641		
		标准值(%)	测定值(%)	RSD(%)
B	0.005	0.011±0.01	0.011	2.26
Zr	0.001	0.094±0.004	0.094	0.23
Fe	0.014	0.454±0.005	0.456	0.12
Mn	0.004	0.276±0.003	0.275	0.24
Si	0.027	0.249±0.003	0.252	0.89
Ti	0.004	0.850±0.005	0.854	0.19
Nb	0.004	2.15±0.02	2.15	0.64
Al	0.022	6.14±0.03	6.11	0.64
Mo	0.005	4.53±0.04	4.52	0.39
Cr	0.004	12.81±0.02	12.82	0.30

结论

采用硝酸 + 盐酸湿法消解高温合金样品，柠檬酸氨络合 Mo、Ti、Nb 等元素，采用内标法进行定量分析，利用 ICP-AES 法测定了高温合金标准物质 GBW 01641 中 10 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，适用于镍基高温合金样品中常微量元素的快速定量分析。