

ICP-AES 法测定膨胀合金中的常微量元素

ICP-076

摘要: 本实验采用湿法前处理铁膨胀合金样品, ICP-AES 法测定了膨胀合金 GBW01502 标准物质中的 6 种常微量元素的含量。实验结果表明, 各元素方法检出限 $<0.08 \text{ mg/L}$, 精密度 $\text{RSD}<1.1\%$, 分析结果与标准值相吻合, 适用于膨胀合金样品中常微量元素的快速定量分析。

关键词: 膨胀合金 ICP-AES

具有反常热膨胀特性的一种精密合金, 又称热膨胀合金, 广泛用于电子工业、精密量具、精密仪表和低温工程等领域。其合金分配比直接影响到合金的强度、耐腐蚀性、膨胀系数等性能。本文参照中国金属学会推荐技术和方法: CSM 07 06 94 01-2003《金属功能材料—硅、锰、磷、铬、镍、钴、铜、钼、钒、钛、铝、铁含量的测定—电感耦合等离子体发射光谱法》, 采用盐酸+硝酸湿法消解, 内标法定量, 利用全谱型电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9000 测定了膨胀合金标准物质 GBW 01502 中的 6 种常微量元素的含量。在此实验中, 利用了 ICPE-9000 的轴向、纵向观测自动切换功能, 同时得到了轴向、纵向测定数据。

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 HNO_3 和 HCl 试剂均为电子纯试剂, 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 ($\text{HCl}:\text{HNO}_3=5:1$), 烧杯上方放置表面皿回流, 150°C 加热消解至样品澄清后, 静置至室温, 0.5 mL 内标元素 Y 标准溶液 (100 mg/L) 和 2.0 mL 内标元素 Rh (标准溶液 (1000 mg/L)), 用纯水定容至 100 mL。称取 0.07 g 纯铁 (99.999%) 和 0.03 g 纯镍 (99.999%), 同法消解制备试剂空白和标准溶液用基体溶液。

1.4 仪器参数

对于常量元素, 如 Co, 适合采用纵向观测, 可在较大线性范围内准确定量分析; 对于微量的元素, 如 Cu, Si 等, 适合采用轴向观测, 可提高检测灵敏度。利用 ICPE-9000 的轴向、纵向观测自动切换功能, 可同时得到轴向、纵向测定数据。仪器工作条件如表 1 所示。

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

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	STD8
Co	340.512	纵向	0	-	-	-	-	1	10	15	20
Cr	267.716	轴向	0	0.025	0.1	0.25	0.3	-	-	-	-
Cu	324.754	轴向	0	0.01	0.04	0.1	0.12	-	-	-	-
Mn	257.610	轴向	0	0.05	0.2	0.50	0.6	-	-	-	-

Mo	202.030	轴向	0	0.005	0.02	0.05	0.06	-	-	-	-
Si	251.611	轴向	0	0.0125	0.05	0.125	0.15	-	-	-	-

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

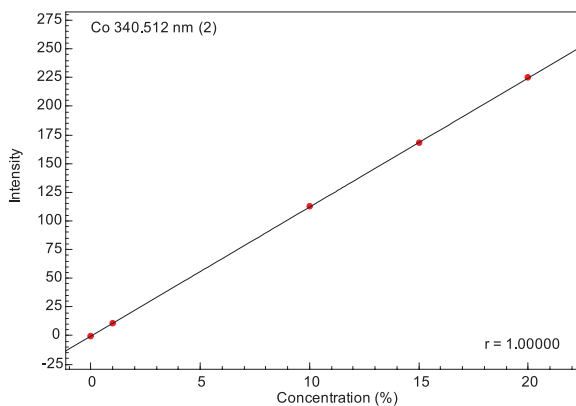


图1 Co的标准曲线

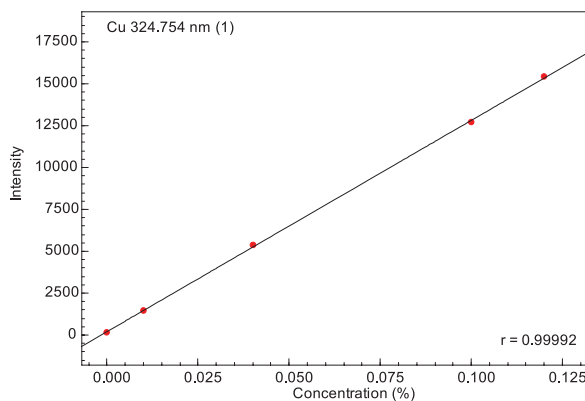


图2 Cu的标准曲线

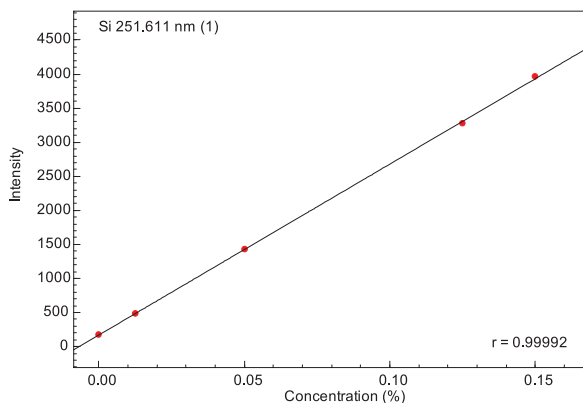


图3 Si的标准曲线

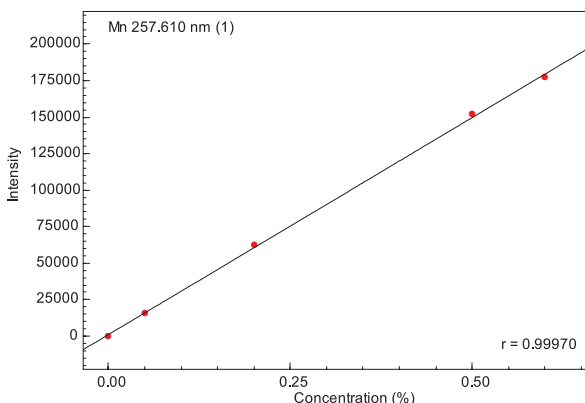


图4 Mn的标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓图

Co 340.512 Best

条件2

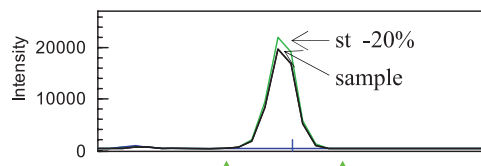


图5 Co的谱峰轮廓图

Cr 267.716 Best

条件1

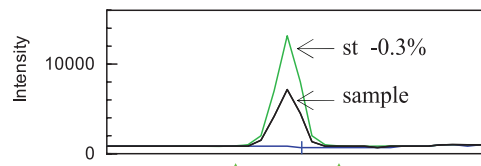


图6 Cr的谱峰轮廓图

Si 251.611 Best

条件1

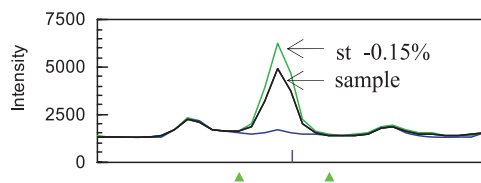


图7 Si的谱峰轮廓图

Mn 257.610 Best

条件1

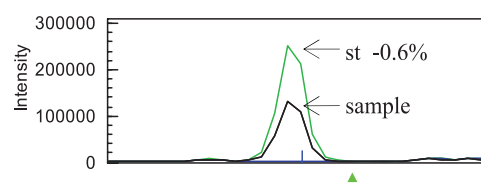


图8 Mn的谱峰轮廓图

2.4 膨胀合金样品分析结果及检出限

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)	GBW01502		
		标准值(%)	测定值(%)	RSD(%)
Co	0.078	17.77±0.07	17.73	0.28
Cr	0.0030	0.148±0.004	0.150	0.71
Cu	0.0046	0.072±0.002	0.073	0.97
Mn	0.00071	0.307±0.007	0.301	0.18
Mo	0.0063	0.029±0.002	0.027	0.41
Si	0.0032	0.106±0.007	0.104	1.07

■ 结论

采用硝酸 + 盐酸湿法消解膨胀合金样品，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 GBW01502 中 6 种常微量元素的含量。该方法线性范围宽，各元素检出限 <0.08 mg/L，精密度 RSD<1.1%，分析结果与标准值相吻合，适用于膨胀合金样品中微量元素的快速定量分析。