

ICP—AES 内标法测定合金中常量成分

刘孟刚

(航天材料及工艺研究所 北京 100076)

文 摘 合金中的常量成分的分析多采用湿法化学法进行滴定分析或重量法分析,分析方法复杂、周期长。高频电感耦合等离子体发射光谱(ICP—AES)具有分析速度快、线性范围宽,能同时分析的特点,进一步改善其精密度,可应用于合金常量含量元素分析。本文用内标法改善 ICP—AES 分析结果的精密度,对比了用与不用内标法的结果,并测定了标准样品的常量成分,分析了内标元素的加入对结果的影响。

关键词 ICP—AES,内标法,合金

Inner Calibration in ICP-AES Method to Determine Element Concentration in Alloy

Liu Menggang

(Aerospace Research Institute of Materials and Processing Technology Beijing 100076)

Abstract Element concentration in alloy is normally determined by titration, which is boring and expensive. ICP-AES method is characterized by quick analysis, broad linear range and simultaneous analysis ability, so it will be employed to determine element concentration in alloy if its accuracy is improved. In this paper, the accuracy of ICP-AES analysis is improved by inner calibration, and its analysis results are compared with that of no inner calibration. Examination results of standard samples indicate the ICP-AES method is simple and reliable.

Key words ICP-AES, Inner calibration, Alloy

在不锈钢、耐热钢中,合金元素如 Cr、Ni 等含量约在 10% 左右,由于形态复杂,一般以化学法分析,有时采用多次稀释的方法用原子吸收光谱分析,也有采用 X 荧光光谱法进行分析^[1]。ICP—AES 作为多元素同时分析的手段在高纯材料、合金、水质分析中起到重要的作用^[2]。在过去,合金中常量组分的分析往往因为仪器分析的限制,分析的准确度达不到要求,湿法分析的重量法或滴定法可以达到 0.2% 的不确定度,ICP—AES 光谱仪器分析的不确定

度在 1% ~ 10%^[3]。现在随着分析仪器的的发展,光谱法分析的精密度(RSD)已可以小于 0.5% (三次)。我们所采用的 OPTIMA3000 型全谱直读发射光谱仪在 4 h 的短期精密度试验中最大 RSD 为 0.97%,最小为 0.31%,如果同时采用钇(Y)作内标元素,能进一步提高精密度,校正溶样转移、容量瓶体积误差、短期漂移带来的影响,这为用常规条件同时分析元素的高低含量提供了有效的分析手段。

1 实验部分

收稿日期:2000-04-14;修回日期:2000-08-05

刘孟刚,1972 年出生,本科,主要从事金属材料和高分子复合材料的元素含量的原子光谱分析工作

1.1 仪器和工作条件

(1) 仪器为 Pekin—Elmer OPTIMA3000 型全谱直读发射光谱仪。

(2) 工作条件

ICP 系统为 OPTIMA 3000; RF 功率为 1.3 kW; 射频(自激式)频率 40 MHz; 等离子气流流速 15 L/min; 辅助气流流速 1.0 L/min; 载气流流速 0.8 L/min; 进样速率为 1 mL/min; 雾化器为 Scott—交叉雾化器; 雾室为 Ryton, Scott; 观测高度为 15 mm。分析线波长见表 1。

表 1 分析线波长

Tab.1 Wavelength

元素	波长 / nm	背景扣除法	背景 1 波长 偏移/ nm	背景 2 波长 偏移/ nm	功用
Ni	232.003	2 点	- 0.021	0.021	分析线
Ni	231.604	2 点	- 0.021	0.021	分析线
Ni	221.647	2 点	- 0.020	0.020	分析线
Ni	341.476	2 点	- 0.031	0.031	分析线
Cr	205.557	无	0.000	0.000	分析线
Cr	206.156	2 点	- 0.023	0.028	分析线
Cr	267.711	2 点	- 0.086	0.042	分析线
Cr	357.869	2 点	- 0.033	0.033	分析线
Y	371.030	2 点	- 0.034	0.034	内标线
Y	324.228	2 点	- 0.030	0.030	内标线
Y	360.073	2 点	- 0.033	0.033	内标线

1.2 试剂

钇标准溶液: 1 mg/mL, 国家标准物质中心制备。

铬钢: 30[#] 标样, 上海材料所。

铬钢: 30[#] 标样, 钢铁研究院。

不锈钢标样: GBW01612。

不锈钢标样: 772[#], 钢铁研究院。

盐酸: 分析纯。

硝酸: 分析纯。

1.3 试样和标准样品的分解

分别准确称取 0.1 g 标准样品于锥形瓶中, 加入新配的稀王水(HCl HNO₃ H₂O = 4 1 5) 15 mL, 在电炉上加热溶解, 溶解完全后冷却, 转移到 100 mL 容量瓶中, 并加入含量为 0.25 mg 的钇标准溶液, 稀

释至 100 mL 刻度。所用的标准样品的元素含量见表 2。

表 2 标准样品的元素及含量

Tab.2 Element content of standard samples % (质量分数)

样品编号 [*]	Ni	Cr
0 [#]	0	0
1 [#]	0.17	3.42
2 [#]	0.08	12.83
3 [#]	9.05	17.11
4 [#]	13.3	17.41

*0[#] 为不加入任何样品的溶液;

1[#] 为铬钢 30[#] 标样, 上海材料所;

2[#] 为铬钢 30[#] 标样, 钢铁研究院;

3[#] 为 772[#] 不锈钢标样, 钢铁研究院;

4[#] 为 GBW01612 不锈钢标样。

2 结果与讨论

2.1 分析线的选择

OPTIMA3000 型全谱直读发射光谱仪, 一般在 1 min 内就可以对选择的谱线进行 3 次采集计算, 对于分析线、背景扣除点及功率、观测高度等按仪器给定的默认条件进行分析, 在分析完成后, 再根据干扰情况和工作曲线的线性、灵敏度进行选择。最后选择的波长如表 3。

表 3 选择元素波长及功用

Tab.3 Wavelength

元素	波长/ nm	功用
Ni	231.604	分析线
Ni	221.647	分析线
Cr	205.560	分析线
Cr	206.158	分析线
Y	371.030	内标线

2.2 内标元素浓度的选择

内标元素的浓度在 100 倍的检出限时为最佳, 此时, 内标元素的响应最大, 可以较好地反应仪器条件的变化。浓度太低, 易于受到仪器噪声的影响, 太高, 则由于灵敏度下降, 不能很好反应仪器的变化, 见图 1。

使用内标元素对其工作曲线与测试结果精密度的改善情况见表 4。

表 5 平行样品分析结果

Tab. 5 Results

样品	元素	波长 / nm	元素含量 (1 [#]) / %	元素含量 (2 [#]) / %	平行差
2Cr13	Cr	205.560	11.5	11.6	0.1
	Cr	205.158	11.6	11.7	0.1
1Cr18Ni9Ti	Ni	231.604	9.18	9.15	0.03
	Ni	221.647	8.92	8.89	0.03
	Cr	205.560	17.2	17.2	
	Cr	205.158	17.5	17.4	0.1

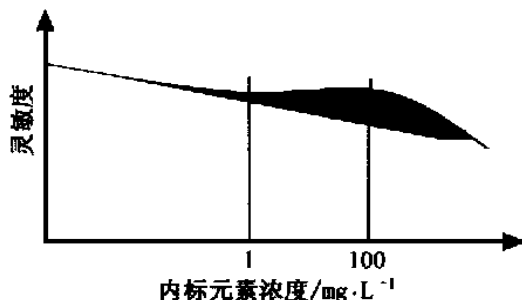


图 1 内标元素浓度与灵敏度关系图

Fig. 1 Element concentration vs sensitivity of inner calibration

表 4 工作曲线及精密度

Tab. 4 Calibration line and accuracy

分析线	工作曲线的 相关系数 R		元素含量 / %		RSD(三次) / %	
	Y 内标	无内标	Y 内标	无内标	Y 内标	无内标
	Ni 231.604	0.99999	0.99999	8.94	8.97	0.11
Ni 221.647	0.99999	0.99999	9.02	9.06	0.06	0.51
Cr 205.560	0.99997	0.99986	17.1	16.9	0.09	0.55
Cr 205.158	0.99993	0.99991	17.2	17.0	0.04	0.47

2.3 样品分析

采用以上方法分析了 2Cr13 和 1Cr18Ni9Ti 牌号的实际样品,其分析结果见表 5。

从表中可以看出,该方法的平行差与传统的化学法得到的平行差相当,结果较为满意。

3 结论

通过加入内标元素,可以很好的改善分析结果的精密度(提高一个数量级),该方法用于合金中常量成分的分析,结果较好。

参考文献

- 1 刘飞鸣,高福家.钢中化学元素的 X-射线荧光光谱分析.光谱学与光谱分析,1996;16(6):107~112
- 2 陈隆懋等翻译.感耦等离子体在原子光谱分析法中的应用.北京:人民卫生出版社,1992
- 3 陈新坤.电感耦合等离子体光谱法原理和应用.天津:南开大学出版社,1987

(上接第 51 页)

级时效温度则使 相变得粗大。

参考文献

- 1 , 1965; (2) :152 ~ 157
- 2 甄良. 2091 型铝锂合金在不同热处理条件下的组织与拉伸性能. 哈尔滨工业大学硕士学位论文, 1991 :67 ~ 85
- 3 , 1994; (2) :49 ~ 52