

石墨炉原子吸收法测定优质 Ti6Al4V 中微量锡

Determination of Trace Sn in Quality Ti6Al4V Alloy by GFAAS

邹 斌, 赵 祎 (北京航空材料研究院, 北京 100095)

ZOU Bin, ZHAO Yi (Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

[摘要] 采用石墨炉原子吸收法测定优质 Ti6Al4V 中的微量元素锡。试验探讨了基体元素的干扰情况, 并选择了最佳试验条件, 同时对回收率和方法精度进行了一系列试验。试验结果表明, 回收率为 95% ~ 102%, 含 Sn 量 0.005% 时相对标准偏差为 1.67% ($n=8$); 含 Sn 量 0.01% 时相对标准偏差为 2.22% ($n=8$)。所制定的方法快速、简便、准确、可靠。

[关键词] 石墨炉原子吸收; 优质 Ti6Al4V; 锡

[中图分类号] O657.3 [文献标识码] A [文章编号] 1001-4381 (1999) 09-0037-03

Abstract: The method of determination of trace Sn in Ti6Al4V alloy by GFAAS has been proposed. The disturbance of basic elements in quality Ti6Al4V has been studied and the optimum conditions for determining trace Sn have been selected. The relative standard deviation is less than 3% and the recovery is 95% ~ 102% (content of Sn is 0.005% ~ 0.020%). The proposed method is simple, convenient, rapid and accurate.

Key words: GFAAS; quality Ti6Al4V; Sn

根据材质要求, 优质 Ti6Al4V 中铜、锰、钼、锡和钴五元素的总含量必须小于 0.1%。就锡而言, 若采用火焰原子吸收法^[1], 由于其本身灵敏度低, 加之含量又低, 无法满足要求。采用非真空型 ICP 光谱仪测量^[2], 由于干扰严重使分析数据不稳定而难以完成测定。

本实验的目的在于探索石墨原子吸收法定量测定优质 Ti6Al4V 中微量锡的可行性及确定其测试方法^[3-5]。为此在分析方法的研究过程中做了一些探索并进行了系统的条件试验, 包括分解试样条件 (试剂用量) 的选择、共存元素的影响、灰化及原子化温度的选择等, 并进行了回收率及方法精度试验, 在此基础上制订了分析方法。

本方法测定范围: 0.005% ~ 0.020%。

1 实验

1.1 试剂

盐酸: 1+1; 氟硼酸溶液: 1+4; 硝酸: 1.42g/ml。

钎标准溶液: 1mg/ml。称取 1.1483g 的偏钎酸铵

(分子量 116.99) 至 150ml 烧杯中, 加入 15ml 盐酸, 微热溶解, 冷却后转移至 500ml 容量瓶中, 稀释至刻度。

铝标准溶液: 1mg/ml。称取 0.5000g 的纯铝 (99.99%) 至 150ml 烧杯中, 加入 15ml 盐酸, 微热溶解, 冷却后转移至 500ml 容量瓶中, 稀释至刻度。

锡标准溶液 A: 0.1mg/ml。溶解 0.1000g 纯金属锡 (>99.9%) 于 100ml 浓盐酸中并用水稀释至 1000ml 容量瓶中。

锡标准溶液 B: 1g/ml。使用前用锡标准溶液 A 稀释配制 (用盐酸 (1+9) 稀释)。

1.2 仪器及其工作条件

PE 703 型原子吸收分光光度计; HGA 500 型石墨炉及其程序控制器; Sn 空心阴极灯; 056 型记录仪。

波长 286.3nm; 分光带宽 0.7nm; 进样量 20 μ l。

干燥温度 120 $^{\circ}$ C, 斜坡升温时间 1s, 保温时间 20s; 灰化温度 1000 $^{\circ}$ C, 斜坡升温时间 10s, 保温时间 15s; 原子化温度 2700 $^{\circ}$ C, 斜坡升温时间 1s, 保温时间 3s。

原子化时 Ar 气流量 0L/min。净化温度 2700 $^{\circ}$ C, 斜坡升温时间 1s, 保温时间 3s。

1.3 分析方法 (试样分析步骤、标准曲线的绘制)

(1) 试样分析步骤

[收稿日期] 1998-08-07

称取0.1000g 试样于150ml 烧杯中，加入20ml 盐酸(1+ 1)和1ml 氟硼酸(1+ 4)。低温加热至完全溶解。滴加硝酸使钛氧化至无色为止，煮沸除去氮化物。

冷却后移入100ml 容量瓶中定容，并按选定仪器工作条件于原子吸收石墨炉光谱仪上进行测量。从标准曲线上查出相应的锡含量。

(2) 标准曲线的绘制

于数个150ml 烧杯中分别加入0.00, 5.00, 10.00, 15.00和20.00ml 锡溶液(1 g/ml)，加入20ml 的盐酸(1+ 1)和1ml 氟硼酸(1+ 4)，以下按试样分析步骤进行，并绘制成标准曲线。

2 结果与讨论

2.1 灰化温度的选择

称取优质Ti6Al4V 试样0.1000g, 加入Sn10 g, 以下按试样分析步骤溶解，定容。按选定仪器工作条件，仅改变灰化温度，测出不同灰化温度时的吸光度，绘制A-T 曲线，如图1所示。

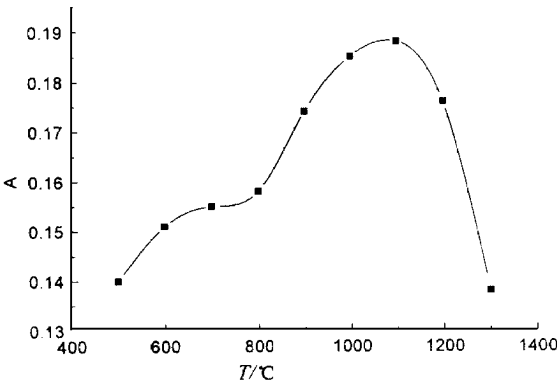


图1 灰化温度与吸光度关系曲线

Fig. 1 Plot of absorbance vs. temperature of pyrolysis

根据石墨炉法确定最佳灰化温度的原则，灰化要保障待测元素不遭受损失，为此选择呈现最大吸收时的灰化温度。根据图1所示情况选择灰化温度为1100。

2.2 原子化温度的选择

用上述选择灰化温度的试液，按仪器工作条件，仅改变原子化温度进行测量，绘制A-T 曲线，见图2。

原子化信号与原子化温度关系曲线会达到一平稳曲线，在此之后随着原子化温度的升高吸收信号不再升高，为保证原子化完全而又能延长石墨管的使用寿命，选择最佳原子化温度应为给出最大信号的最低温度。据图2所示情况，选择原子化温度为2700。

2.3 共存元素的影响

于数个150ml 烧杯中，按表1加入各共存元素，再

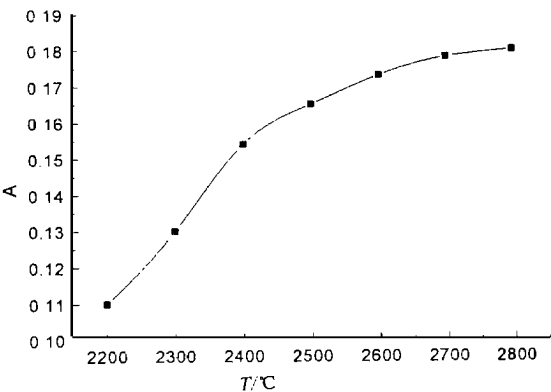


图2 原子化温度与吸光度关系曲线

Fig. 2 Plot of absorbance vs. temperature of atomization

各加入10 g 锡，以下按分析方法进行。结果见表1。

结果表明，各共存元素基本无影响。

表1 共存元素对锡测得量的影响

Table 1 Effect of concomitant elements on determination of Sn

序号	共存元素	加入量/mg	Sn 测得量/ g		
1	Ti	90	9.2	9.3	9.6
2	Al	6	11.0	9.3	9.2
3	V	4	10.6	8.9	8.4
4	Ti Al	90 6	10.0	10.3	10.3
5	Ti V	90 4	9.8	10.1	9.5
6	Al V	6 4	11.1	9.4	9.2
7	Ti Al V	90 6 4	9.9	10.7	10.8

2.4 盐酸用量的影响

称取优质Ti6Al4V 试样0.1000g, 加入Sn10 g, 按表2加入不同量的盐酸(1+ 1)，1ml 氟硼酸(1+ 4)，以下按分析方法进行。结果见表2。

结果表明，盐酸用量无影响，本方法选用20ml。

2.5 氟硼酸用量的影响

称取优质Ti6Al4V 试样0.1000g, 加入Sn10 g, 20ml HCl (1+ 1)，再按表3加入不同量的HBF₄ (1+ 4)，以下按分析方法进行。结果见表3。

由结果看出，HBF₄用量无影响，本方法选用2ml。

2.6 回收率与方法精度试验

称取优质Ti6Al4V 试样0.1000g, 按表4加入一定量Sn, 按分析方法进行测量，计算回收率并统计方法的

表 2 盐酸用量对锡测得量的影响

Table 2 Effect of amount of hydrochloric acid on determination of Sn

1+ 1 HCl/ml	Sn 测得量/ g	
10	9. 8	9. 9
15	9. 9	10. 0
20	10. 1	9. 9
25	10. 0	10. 0
30	10. 0	9. 9

表 3 氟硼酸用量对锡测得量的影响

Table 3 Effect of amount of hydrofluoric acid on determination of Sn

1+ 4 HBF ₄ /ml	Sn 测得量/ g	
1	9. 7	9. 7
2	10. 0	9. 9
3	10. 3	10. 2
4	10. 2	10. 0
5	10. 3	10. 0

表 4 回收率与方法精度

Table 4 Recovery and relative standard deviation

Sn 加入量/ g	Sn 测得量/ g	回收率/ %	R.S. D. / %
5. 0 (0. 005%)	5. 0	100	1. 67
	5. 0	100	
	5. 1	102	
	5. 1	102	
	4. 9	98	
	4. 9	98	
	4. 9	98	
	5. 0	100	
10. 0 (0. 01%)	10. 0	100	2. 22
	10. 0	100	
	9. 7	97	
	10. 2	102	
	10. 0	100	
	9. 8	98	
	9. 8	98	
	9. 5	95	

相对标准偏差, 结果见表4。

3 结论

试验结果表明, 本方法回收率为95% ~ 102% , 含

Sn 量0. 005% 时相对标准偏差为1. 67% (n= 8); 含Sn 量0. 01% 时相对标准偏差为2. 22% (n= 8)。说明本方法准确、稳定、简便快速, 易于掌握。

参考文献

[1] 钛合金原子吸收光谱分析法. 北京航空材料研究院标准 Q/6s442A. 7- 85.
[2] 辛仁轩. 电感藕合等离子体光源- 原理、装置和应用. 光谱实验室编辑部, 1984.
[3] 郑溪娟. 石墨炉原子吸收法测定钢铁中的锡. 冶金分析, 1997, 2 (17): 49.
[4] 穆家鹏. 原子吸收分析方法手册. 原子能出版社, 1989.
[5] Waltar Slavin. 石墨炉原子吸收光谱分析指南. 1986.

[作者简介] 邹斌 (1974-), 男, 1996年毕业于武汉大学化学系分析化学专业, 现于北京航空材料研究院21室从事分析化学研究工作. 联系地址: 北京81信箱19分箱 (100095)

(上接第42页)

(2) 对 H3636 炉, 所有压力气淬冷速均低于油淬。0. 05, 0. 1MPa 气淬冷速较空冷冷速低, 其余则都高于空冷冷速。

(3) 对 H3636 炉, 当热处理材料为小截面空淬钢选择0. 05, 0. 1MPa 压力, 为中等截面空淬钢时, 选择0. 2, 0. 3, 0. 4MPa 压力, 钛合金、高温合金固溶和时效选择小于或等于0. 4MPa 压力, 大截面空淬钢、小截面超高强度钢和高速钢, 选择0. 5, 0. 6MPa 压力, 但同时考虑工件尺寸形状及装炉量, 装炉量对冷速有很大影响。

(4) 通过测试真空正压气淬炉冷却过程曲线, 可定性得知该正压气淬炉的冷却能力, 为今后工艺研究和生产提供依据。

参考文献

[1] 贺忠厚, 李炜. 高压气淬真空炉发展及其应用 [J] . 国外金属热处理, 1997, 2: 39~ 41.
[2] 王宝霞, 喻子建, 李云奇. 真空热处理新技术-高压气体淬火 [J] . 国外金属热处理, 1990, 11 (3): 3~ 11.
[3] 肖顺枢. Abar- Ipsen 的气淬真空炉及其应用 [J] . 真空热处理, 1995, 4.

[作者简介] 莫卫红 (1968-), 女, 工程师. 联系地址: 北京市81信箱72分箱 (邮编100095)。