

# ICP-AES 测定镍基高温合金中主量与杂质元素分析技术

Determination of Normal and Impurity Elements  
in Ni Based Superalloys by ICP-AES

叶晓英, 李 帆 (北京航空材料研究院, 北京 100095)

YE Xiao-ying, LI Fan

(Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

**摘要:** 研究了 ICP-AES 法测定镍基高温合金中 Al, B, Co, Cr, Fe, Hf, Mo, Ta, Ti 和 W 等 10 个元素的分析方法。进行了基体元素 Ni 及共存元素对 10 个分析元素的光谱干扰研究, 选择了合适的分析谱线和内标线, 加入回收率为 99.0%~100.4%。方法准确、快速、简便。

**关键词:** ICP-AES; 元素分析; 高温合金

中图分类号: O657.31 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381 (2002) 12-0023-02

**Abstract:** The determination method of Al, B, Co, Cr, Fe, Hf, Mo, Ta, Ti and W in nickel-based superalloys by ICP-AES was studied. Effect of basic element nickel and coexistence elements were experimentally studied. The spectral line of internal element and analytical elements were optimized. Recoveries obtained were in the range of 99.0~100.4%. The method is fast, accurate and convenient.

**Key words:** ICP-AES; element analysis; superalloy

镍基高温合金由于其化学成分及各种元素的添加, 使其具有比重轻、强度高、抗氧化、耐高温等优异的性能, 被广泛用于航空工业<sup>[1]</sup>, 其主量及杂质元素的含量直接影响合金材料的性能。因此, 准确测定合金化学成分, 进行质量控制是材料研制应用及生产的重要保证。电感耦合等离子体原子发射光谱法 (简称 ICP-AES) 具有线性范围宽, 检测限低, 精密度高, 基体效应小, 干扰少且易于排除, 可进行多元素同时测定等优点<sup>[2,3]</sup>, 因此用 ICP-AES 法测定镍基高温合金中主量与杂质元素具有相当明显的优越性。

本工作重点研究了基体及共存元素对分析元素的光谱干扰、内标元素及其用量, 取得了满意结果。

## 1 实验方法

### 1.1 仪器及工作条件

法国 JY 公司生产的 JY 170 ULTIMA 电感耦合等离子体发射光谱仪。

仪器工作条件: 入射功率 1kW, 冷却气流量 15L/min; 护套气流量: 0.3 L/min; 入射狭缝 20 $\mu$ m; 出射狭缝 15 $\mu$ m; 扫描通道光栅 4320+2400 条刻线/mm, 固定通道光栅 3600 条刻线/mm;

分析线: Al237.312nm, B249.773nm, Co236.230nm<sup>\*</sup>, Cr283.563nm<sup>\*</sup>, Fe259.940nm<sup>\*</sup>,

Hf273.876<sup>\*</sup>, Mo202.032nm, Ta268.511nm<sup>\*</sup>, Ti323.452nm, W207.911nm。

内标线: V 292.402nm<sup>\*</sup>。( \* 为固定通道)。

### 1.2 主要试剂及标准溶液的配制

HCl、HNO<sub>3</sub>、NaOH、HF、酒石酸均为优级纯, 全部测试溶液均用二次水配制。

各元素标准溶液均采用光谱纯的氧化物、金属或盐类经酸溶解, 配制成浓度为 1.00 mg/mL 的 HCl (1+9)、HNO<sub>3</sub> (1+9) 标准溶液。使用时, 以 HCl (1+9)、HNO<sub>3</sub> (1+9) 稀释, 配制成所需浓度的标准溶液。

### 1.3 样品的制备

准确称取 0.1000g 样品于 100mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 15mL 盐酸, 5mL 硝酸, 低温加热溶解, 待不发生剧烈反应后, 在烧杯内滴加 1mL 氢氟酸, 加入 5mL 酒石酸溶液 (200g/L), 低温加热溶解, 样品完全溶解后冷却, 定容至 100mL (已加 5.00mL 钒内标溶液) 的塑料容量瓶中, 待测。

## 2 结果与讨论

### 2.1 基体元素对分析元素及分析元素间的光谱干扰

用 1000 $\mu$ g/mL Ni, (100 和 1000 $\mu$ g/mL) Al, (0.5 和 2.0 $\mu$ g/mL) B, (10 和 100 $\mu$ g/mL) Co, Cr, Fe, Mo, Ti, 10 $\mu$ g/mL V 的测试溶液, W、Ta、Hf

等元素浓度均为 5μg/mL 的混合测试溶液，试剂空白溶液等在分析元素分析谱线中心波长附近的 0.1842nm 窗口范围内进行扫描，获得干扰元素、分析元素、试剂空白及内标元素的光谱扫描图形，经过对谱图进行分析，得出结论：（1）Ni 基体元素对分析元素分析谱线在本研究范围内没有光谱干扰。（2）本研究范围内的分析元素对其他分析元素分析谱线没有光谱干扰。（3）Ni 基体元素和其他共存元素对 V 292.402nm 固定通道无显著光谱干扰。（4）为消除基体元素 Ni 对分析元素的非光谱干扰，在配制高标溶液时应加入与分析样品含量相近的 Ni 溶液或选用基体成分基本相近的标准样品。

2.2 内标元素及用量的选择

众所周知，ICP-AES 仪器的光学系统和电子系统等工作状态发生微小变化或测试溶液的酸度、粘度、基体元素浓度不同均会引起分析元素强度的变化，内标元素的加入可有效地减少和消除这种非光谱干扰。因此，选用 V 作为内标（见 2.1）。

在样品溶液中分别加入 0，1，3，5，7 和 10mL V 内标溶液（0.4mg/mL），在确定的工作条件下，重复测量 10 次测试溶液中含量较高元素的强度和内标元素的强度比，得出相对标准偏差（RSD）见表 1。结果表明，加入内标元素可以明显改善分析数据的稳定性，加入 3~10mL V 内标溶液时，各分析元素的相对标准偏差没有显著差异且分析数据稳定。为尽可能简便分析操作，选择加入 5mL V 内标溶液。

表 1 内标元素含量变化时分析元素和内标元素强度比的 RSD (%)

Table 1 The RSD of strength ratio (analytical elements/internal elements) at different internal elements content (%)

分析元素	不同内标加入量时的 RSD (n= 10)					
	0	1mL	3mL	5mL	7mL	10mL
Al	0.64	0.15	0.14	0.17	0.16	0.19
Co	1.22	0.14	0.23	0.17	0.17	0.16
Cr	1.23	0.12	0.06	0.04	0.06	0.06
Fe	0.69	0.09	0.12	0.10	0.11	0.08
Hf	1.15	0.50	0.59	0.49	0.52	0.60
Mo	1.15	0.35	0.32	0.29	0.30	0.48
Ta	0.70	0.16	0.15	0.16	0.19	0.17
Ti	1.10	0.25	0.13	0.15	0.15	0.09
W	1.57	0.81	0.48	0.38	0.59	0.51

2.3 方法的准确度和精密度

在选定的高温合金标准物质中加入适量分析元素，在确定的工作条件下，进行准确度和精密度及加入回收实验。实验结果列于表 2、3，结果表明本实验方法准确、稳定。

表 2 准确度和精密度实验 (%)

Table 2 Accuracy and precision (%)

样品号	分析元素	推荐值	测量值	RSD (n= 8)
M38	Al	3.50	3.50	0.00
	Co	8.45	8.44	0.44
	Cr	16.00	15.95	0.40
	Mo	1.77	1.77	0.56
	Ta	1.79	1.79	1.75
	Ti	3.24	3.26	0.71
	W	2.61	2.63	0.68
D129	Al	5.53	5.54	0.36
	B	0.034	0.034	2.79
	Co	5.41	5.47	1.20
	Cr	10.92	10.90	0.42
	Fe	0.20	0.19	0.94
	Mo	3.98	4.01	1.11
	Ti	2.72	2.69	0.49
	W	4.91	4.95	0.91
	Zr	0.096	0.099	1.65

表 3 加入回收及精密度实验 (%)

Table 3 The Recoveries and precision experiments (%)

编号	分析元素	推荐值	加入值	测量值	回收率	RSD (n= 8)
M38	Al	3.50	10.00	13.52	100.1	0.53
	B	—	0.50	0.52	104.0	6.84
	Fe	—	6.00	5.99	99.8	1.26
	Hf	—	1.00	1.01	101.0	0.90
	Mo	1.77	9.00	10.75	99.8	0.46
	Ta	1.79	0.50	2.30	100.4	0.95
	Ti	3.24	3.00	6.23	99.8	0.31
	W	2.61	1.00	3.64	100.8	0.67
K5-5	B	0.044	1.50	1.54	99.5	0.91
	Fe	—	2.00	2.01	100.6	1.69
	Hf	—	3.00	2.99	99.7	0.66
	Mo	2.62	1.50	4.13	100.2	0.77
	Ta	—	1.00	0.99	99.0	2.84
	Ti	4.12	6.00	10.11	99.9	0.39
	W	3.06	6.00	9.05	100.2	0.52

参考文献

[1] 曹春晓, 马济民, 颜鸣皋. 材料工程, 1991, (2): 33.  
[2] 辛仁轩. 电感耦合等离子光源—原理, 装置和应用 [M]. 北京: 北京光谱实验室编辑部, 1984.  
[3] 徐秋心. 实用发射光谱分析 [M]. 成都: 四川科学技术出版社, 1993.

收稿日期: 2001-11-08 修订日期: 2002-08-08  
作者简介: 叶晓英 (1964-), 女, 从事金属材料成分分析研究工作,  
联系地址: 北京 81 信箱 19 分箱 (100095)。