

# HCD 法测定纯镍中 As, Sb, Pb, Sn, Bi 含量的研究

Study on Determination of As, Sb, Pb, Sn, Bi in Pure Nickel by HCD

庞晓辉 (北京航空材料研究院, 北京 100095)

PANG Xiaohui (Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

纯镍中杂质元素 As, Sb, Pb, Sn, Bi 等的含量对其本身的性能和由其冶炼的合金的性能有着很大的影响, 因此准确测定纯镍中这些杂质元素的含量具有重要意义。采用空心阴极光谱法测定纯镍中杂质元素的含量具有灵敏度高、稳定性好、用料少等优点, 由于不需要经过化学处理, 减少了被污染的机会。

试验方法为称取金属颗粒样品, 装入石墨电极中, 在光栅光谱仪上, 以空心阴极光源为激发源, 在氩气气氛中进行放电, 经光栅摄谱仪分光成像后, 记录于感光板上, 在测微光度计上测出待测元素的谱线黑度, 在工作曲线上查得待测元素的百分含量。

试样条件包括: (1) 在试验前应对电极进行灼烧; (2) 选择电极孔径为 3mm, 孔深为 25mm; (3) 选择放电气压为 0Pa; (4) 确定称样量为 50mg; (5) 用镍基高温合金标样分析纯镍中杂质; (6) 选择空心

阴极放电的最大电流为 600mA; (7) 曝光电流为 200, 400, 500, 600mA 时, 曝光时间相应为 1, 1, 1 和 2min 的叠加; (8) 选择好的条件进行摄谱, 求得现有条件下方法的检出限是: As 0.0002%, Sb 0.00008%, Pb 0.0005%, Sn 0.00007%, Bi 0.00001%。

称取试样进行加入回收试验, 各元素的回收率 (%) 及精密度 (RSD, %) 如下: As 86%, 6.8%; Sb 82%, 8.6%; Pb 100%, 16.3%; Sn 85%, 12.9%; Bi 105%, 9.31%。

试验结果表明, 本方法符合痕量元素分析的要求, 实际应用效果良好。

收稿日期: 2001-11-08 修订日期: 2002-08-08

作者简介: 庞晓辉 (1964), 男, 现从事光谱分析工作, 联系地址: 北京市 81 信箱 19 分箱 (100095)。

\*\*\*\*\*

## 5Br-PADAP 测定钛合金中铌的含量

Determination of the Content of Nb in Ti Alloys by 5Br-PADAP

张桂竹 (四川成发航空科技股份有限公司, 成都 610066)

ZHANG Guizhu (Sichuan Chengfa Aero Science & Technology Co. Ltd., Chengdu 610066, China)

铌与 5Br-PADAP-酒石酸, 在强酸性介质中生成红色络合物, 然后用 HF 褪色以消除常见的 Fe、Cr、Al、V 等元素的干扰。采用 5Br-PADAP 测定铌, 取得了较好的实验结果, 该法快速、简捷、准确度高, 完全能够满足生产的需要。

### 1 实验方法

称取试样, 加入 10mL  $H_2SO_4$  (1+1) 至试样溶解完全, 滴加  $HNO_3$  使紫色消失, 继续加热至刚冒硫酸烟, 稍冷, 加水, 溶解盐类。冷却移入 200mL 容量瓶中, 分取 5mL 于 50mL 容量瓶中。

显色液: 加入 2mL EDTA, 10mL 酒石酸, 准确加入 5mL 5Br-PADAP, 以水稀释至刻度, 摇匀, 于沸水浴中加热 2min 取下, 流水冷却至室温, 10min 后, 选适当的比色皿于波长 600nm 测其吸光度。

参比液: 在显色液的剩余溶液中加入 10 滴 HF (1+6) 摇匀, 以此褪色溶液为参比液。

### 2 结果与讨论

通过实验本方法选 600nm 为测定波长。

实验证明, 在 50mL 体积内, 100 $\mu$ g 以内的铌的工作曲线, 有良好的线性关系。

按实验方法进行稳定性实验表明, 显色液较稳定, 冷至室温后, 放置 10min 比色。

通过各种试剂用量实验, 本研究采用加入 5mL。

从干扰离子试验中看出, 含 (Cr, Mo) 8%、(Cu, V) 4% 对测定 Nb 无影响。Sn 含量达 4% 以上时用该法测定铌有影响。

称取 7715D 钛合金 0.05g 按实验方法操作分取二份, 其中一份加入各种干扰离子, 实验结果表明, 钛合金中所含的几种主要成分采用该法后, 均不干扰铌的测定, 完全能满足生产需要。

收稿日期: 2001-11-08 修订日期: 2002-08-08

作者简介: 张桂竹 (1963), 女, 高级工程师, 联系地址: 四川成发航空科技股份有限公司技术中心 (610066)。