

ICP-AES 测定钽合金中的钨、钼

杨军红^① 叶红川 高洪波^a 禄妮^b 翟通德

(西部金属材料股份有限公司 西安市科技三路 56 号 710065)

^a(首都师范大学 北京市西三环北路 105 号 100048)

^b(西北有色金属研究院材料分析中心 西安市未央路 96 号 710016)

摘 要 建立了 ICP-AES 直接测定钽合金中钨、钼的分析方法。采用基体匹配与背景扣除法消除钽基体对钨、钼的光谱干扰,选择多谱线平均值法进行了光谱分析。待测元素的回收率为 98.0%—102.2%,相对标准偏差小于 1.50%。本法简便、快速、准确度高,已用于钽合金产品的检验。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法;钽合金;钨;钼

中图分类号:O657.31

文献标识码:A

文章编号:1004-8138(2010)04-1477-04

1 引言

钽合金具有高密度、高熔点、耐腐蚀以及良好的加工性和可焊性而广泛应用于电子、化工、军事等高科技领域。钽合金中的主要合金元素为钨、钼,它们的含量直接影响材料的机械性能,因此建立准确可靠的分析方法是必不可少的^[1,2]。

测定钽合金中合金元素的常规方法有化学分析法、X 射线荧光光谱法(XRF)等^[3]。化学分析法适合单元素测定,操作繁琐;XRF 法对具体样品需要制备系列标准样品,分析周期长。电感耦合等离子体-原子发射光谱法(ICP-AES)具有高灵敏度、高精密度以及工作线性范围宽等特点,其应用范围日益广泛^[4,5]。虽然纯钽中杂质的测定已有不少报道^[6-9],而钽合金中主合金元素:钨、钼的测定未见报道。

本文应用 ICP-AES 直接测定钽合金中钨、钼的含量,用硝酸(1+1)、氢氟酸的混酸溶解试样,通过基体匹配及背景扣除法消除基体干扰,待测元素含量较高,因此选择多谱线平均值法提高分析准确度和精密度。通过回收率试验及对照试验,证明该方法简单而快速,准确度高,满足科研和生产的需求。

2 实验部分

2.1 仪器和试剂

IRIS Advantage 型高分辨率全谱直读等离子体原子发射光谱仪(美国热电公司),耐氢氟酸进样系统。

钨、钼标准溶液:用光谱纯金属氧化物制备各元素的 $2\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的储备液,用时按要求稀释到所需浓度;高纯金属钽(质量分数 $\geq 99.95\%$);硝酸(1+1);氢氟酸($\rho = 1.14\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$);所用试剂均为

① 联系人,电话:(029)88331546;E-mail:yangjunhong@sina.com

作者简介:杨军红(1977—),男,陕西省富平县人,工程师,主要从事质量及标准管理工作。

收稿日期:2009-09-18;接受日期:2009-10-27

分析纯。实验用水为二次去离子水。

2.2 仪器工作条件

功率(W) 1150; 雾化压力(kPa) 206. 85; 辅助气(L · min⁻¹) 1. 0; 泵速(r · min⁻¹) 100 ; 积分时间: 低波垂直观测 20s, 高波垂直观测 5s。

2.3 实验方法

称取 0. 1000g 试样于 100mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 20mL 硝酸(1+ 1)、1mL 氢氟酸, 于电热板上低温加热。待样品溶解后, 冷却, 转入 250mL 塑料容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 待分析用。

2.4 校准曲线绘制

称取与试样量相同的高纯钽基体, 加入不同量的钨、钼标准溶液制成的标准系列见表 1, 按试验方法处理, 测定标准溶液中各待测元素的谱线强度, 建立各待测元素的校准曲线。

表 1 混合标准溶液系列 (ρ/ mg · L⁻¹)

元素	编号		
	1	2	3
W	0	8	40
Hf	0	4	20

3 结果与讨论

3.1 溶样酸的选择

溶解钽合金可用浓硫酸+ 硫酸铵或硝酸(1+ 1)、氢氟酸的混酸, 由于浓硫酸粘度较大, 影响试液提升量和测定的精密度^[10]。本文选用硝酸(1+ 1)、氢氟酸的混酸溶解试样, 耐氢氟酸进样系统进行测定。在 250mL 塑料容量瓶中加入一定量标准溶液, 然后分别加入不同量硝酸(1+ 1), 进行酸度试验。结果表明, 硝酸浓度在 3% —6% 之间, 待测元素谱线强度随硝酸用量的增加略有减弱, 本文选择 4% 的硝酸体系, 并尽量控制试样与标准系列溶液酸度一致。

3.2 分析元素谱线的选择

电荷注入检测器 CID 全谱直读等离子体原子发射光谱仪最大优点是分析线的选择非常灵活。分析者可最大限度地避开所测元素的谱线干扰, 同一元素也可选择多条谱线同时进行测定, 分析结果可相互核对; 同时对于高含量的难测元素, 可采用多条谱线同时测定取其平均值法确定分析结果^[11]。本文所测元素含量较高, 因此选择次灵敏线多条谱线同时测定, 且控制试样量使元素谱线强度不大于 1500, 通过对样品和标样元素谱线及谱图的观察和研究, 确定了最佳元素分析谱线和背景校正扣除点, 见表 2。

表 2 各元素的分析线波长

元素	分析线(级次)(λ/nm)	背景扣除点(nm)
W	207. 911(161)	207. 885
	209. 475(160)	209. 505
	232. 241(145)	232. 215
Hf	282. 020(119)	281. 988

3.3 基体干扰及校正

分别称取 0. 0600, 0. 0800, 0. 1000, 0. 1200g 高纯钽基体于一系列 100mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入相同量的混合标准溶液按试验方法处理, 测定元素的谱线强度。试验结果表明, 钽基体对测定元素谱线强度有一定影响, 随钽含量的增加, 谱线背景增大。常用的光谱干扰校正方法有离峰背景

扣除法, 基体匹配法和干扰因子校正法等^[12]。本文采用基体匹配法和背景扣除法, 消除基体、试剂与杂散光等引起的背景干扰及光源噪音, 进一步提高测量的准确度和精密度。

3.4 元素的线性范围

各待测元素在表 3 所示的含量范围内具有良好的线性关系。

表 3 测定元素的线性范围及相关系数

元素	线性范围($\rho/\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	相关系数
W	4.00—50.00	0.9995
Hf	4.00—20.00	0.9998

3.5 回收率及精密度试验

按试验方法操作, 在钽基体中加入不同量的标准溶液, 进行回收率及精密度试验, 测定结果见表 4。

表 4 回收率及精密度试验 (n= 8)

测定元素	加入值 ($\rho/\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	回收值 ($\rho/\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	平均回收率 (%)	RSD (%)
W	10.00	10.19	101.9	0.68
	25.00	25.40	101.6	0.84
	40.00	39.20	98.0	1.27
Hf	5.00	4.91	98.2	0.56
	10.00	10.10	101.0	0.58
	20.00	20.44	102.2	0.87

3.6 样品分析

用本方法与 XRF 法对实际不同批次样品进行测定, 结果见表 5。

表 5 实际样品测定结果 ($\rho/\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)

元素	样品编号	本方法 ICP-AES	荧光法 XRF
W	1	38.24	37.80
	2	42.00	42.60
Hf	1	9.20	8.96
	2	9.72	9.60

由表 5 可知, 两种方法测定钽合金中钨、钼的分析结果基本一致。

4 结论

应用 ICP-AES 测定钽合金中主合金元素钨、钼的含量有以下优点。

- (1) 采用基体匹配及背景扣除法消除基体元素对待测元素的光谱干扰。
- (2) 利用 CID 检测器选谱线灵活的优点, 对于高含量元素可选多条谱线且元素间无谱线干扰, 取平均值法提高方法准确度和精密度。
- (3) 选用硝酸(1+ 1)、氢氟酸的混酸溶解试样, 耐氢氟酸进样系统测定, 分析快速, 准确可靠。适用于 Ta-7.5W, Ta-10W, T-111(Ta-8W-2 Hf) 及 T-222(Ta-10W-2.5 Hf) 等合金中钨、钼的含量测定。

参考文献

[1] 胡忠武, 李中奎, 张小明. 钽和钽合金工业应用及进展[J]. 稀有金属快报, 2004, 23(7): 8—10.

[2] 吴全兴. 钽和钽合金的用途[J]. 稀有金属快报, 2002, 21(3): 23—24.

[3] 有色金属工业分析丛书编辑委员会. 稀有难熔金属冶金分析[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1992: 132—186.

© 1994-2010, China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.c

- [4] 李珊, 刘玉兰. ICP-AES 法测定海产品中 17 种元素[J]. 理化检验(化学分册), 1999, 35(9): 400—401.
- [5] 张敏. ICP-AES 法测定硅铝钨钙合金[J]. 理化检验(化学分册), 2003, 39(3): 177—178.
- [6] 黄剑. 原子发射光谱法测定纯钨中的钨[J]. 光谱实验室, 2001, 18(4): 482—484.
- [7] 任凤莲, 张颖. ICP-AES 测定高纯氧化钨中 13 种杂质元素[J]. 光谱实验室, 2003, 20(1): 74—76.
- [8] 任凤莲, 张颖. 分离基体 ICP-AES 法测定高纯钨及其氧化物中杂质元素[J]. 中南工业大学学报, 2000, 31(3): 242—245.
- [9] 范健, 李帆. ICP-AES 测定钨中微量元素的基体干扰及其机理研究[J]. 中南工业大学学报, 1996, 27(2): 238—242.
- [10] [英] 汤普森 M, 沃尔什 J N. ICP 光谱分析指南[M]. 符斌, 殷欣平译. 北京: 冶金工业出版社, 1991. 31—32.
- [11] 张光, 高霞. ICP-AES 法测定高合金钢中主合金元素含量[J]. 理化检验(化学分册), 2003, 39(2): 85—87.
- [12] 王红锋, 王水婷. 金属材料 ICP-AES 分析中基体干扰及校正技术[J]. 材料开发与应用, 2003, 18(4): 42—46.

Determination of Tungsten and Hafnium in Tantalum Alloys by ICP-AES

YANG Jun-Hong YE Hong-Chuan GAO Hong-Bo^a LU Ni^b ZHAI Tong-De

(Western Metal Materials Co., Ltd., Xi'an 710065, P. R. China)

a(Capital Normal University, Beijing 100048, P. R. China)

b(The Center for Material Analysis, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China)

Abstract Tungsten and hafnium in tantalum alloys was determined by ICP-AES. The tungsten and hafnium were analyzed by multi-elemental spectral lines average method and corrected by the matrix matching and background correction methods. The recoveries for the elements are in the range of 98.0%—102.2%, and relative standard deviations are less than 1.50%. The method is rapid, simple with high accuracy. It was applied to product analysis with satisfactory results.

Key words ICP-AES; Tantalum Alloys; Tungsten; Hafnium

欢迎您投稿 “高效、保质”的中文核心期刊 《光谱实验室》

这是您的发明、发现获得“优先权”的可靠保障!

发表周期多数(50%—75%)为 5—9 个月,

少数(20%—45%)为 1—5 个月,极少数(0—7%)为 15—30 天

及时发表科技论文,是尽早实现其社会效益的前提,也是作者创造性劳动得到尊重、为在世界上取得“优先权”的可靠保障,因为发明、发现的“优先权”通常是以出版时间为准的。因此,本刊把尽快发表作者的论文,视为自己的神圣职责。

确保论文质量是论文早日发表的条件。作者发表论文总是要反映自己在工作中有所发明、有所发现和有所创造的成绩,而不是去暴露自身的“缺欠”和“毛病”,换言之,作者发表论文总是要为自己“争光”;而不是让自己“蒙羞”。因此,作者投稿之前,除了自己要反复检查外,一定要多请您周围的同事、专家挑“毛病”,把“毛病”消灭在投稿之前,再投本刊才能发表得快。如果本刊挑出毛病,再请作者修改,反复“折腾”,不仅消耗双方精力,而且必然延长发表时间。保证质量的基本要求就是论文要做到“齐、清、定”。“齐”即全稿包括表、图和照片等齐全;“清”即文字图片打印(书写)清楚,不得有模糊不清的文字、图片和数字,段落要分明,便于排版和校对;“定”即做到稿件内容完整、简洁,在编辑过程中无须增删修改。

来稿请用 Word 排版,用电子邮件发到本部电子信箱(E-mail: gpsys@263.net)。

本刊收到作者来稿后,都会在 3 日(遇公休日顺延)内发出“收稿通知”。因此,作者发送稿件后 7 日以上都没有消息,一定要及时来电查询。

一篇论文出版,常常需要反复沟通“作者→编辑部→审者→编辑部→作者”之间的联系,其中与作者的联系是最重要的一环,一旦脱节,必然中断编辑过程。因此作者来稿时,务必将联系人的正确的姓名和详细地址、办公室电话、手机号码、传真号码和电子信箱等(通讯方式要尽可能全)告诉编辑部,以便能与您及时联系。否则,由此而产生的不良后果由作者自己负责。

本刊发表论文的宗旨是学术交流,而不是应付“评职称”、“拿文凭”等。

《光谱实验室》编辑部