

电感耦合等离子体-原子发射光谱法 测定 TZM 合金中 Ti 和 Zr

李佗^① 杨军红 刘厚勇 翟通德

(西部金属材料股份有限公司理化检验中心 陕西省宝鸡市钛城路 1 号 721014)

摘要 建立了 ICP-AES 直接测定 TZM 合金中钛和锆的分析方法。采用基体匹配法消除基体干扰, 对实验条件进行了优化。实验结果表明: 回收率为 96.33%—110.00%, RSD($n=5$) 均小于 2.0%。本法简便、快速、准确度高。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法; 钼钛锆合金; 钛; 锆

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2011)04-1937-03

1 引言

以钼为基体加入少量钛、锆和微量碳元素的钼合金, 具有熔点高、抗蚀性强、力学性能优异等诸多优点, 是目前应用最广的钼合金。钼钛锆合金的名义成分是 Mo-0.5Ti-0.08Zr, 通用牌号为 TZM。TZM 合金在高温高压下表现出良好力学性能, 使其在军事工业上的应用较多, 如鱼雷发动机中的配气阀体、火箭喷嘴、燃气管道、喷管喉衬。此外, TZM 合金具有较高的熔点, 因此可用来做黑色或有色金属的压铸模具材料及无缝不锈钢的穿孔顶头, 如发动机上的铜转子的模具; 另外还被大量用作板材, 以作高温炉的炉壁和热等静压机的隔热屏等高温结构材料^[1]。

TZM 合金中 Ti、Zr 含量对其性能影响很大, 因此建立准确可靠的分析方法是必不可少的。测定钼粉及钼基合金中元素的方法很多^[2-7], 但电感耦合等离子体-原子发射光谱法(ICP-AES)测定 TZM 合金中 Ti、Zr 的方法未见报道。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^[8,9]。本文应用 ICP-AES 测定 TZM 合金中 Ti、Zr 含量, 用硫酸-硫酸铵溶解试样, 通过基体匹配消除基体干扰, 并通过回收率实验及对照实验, 证明该方法简单、快速、准确度高, 可以满足日常检测的要求。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

Prodigy 型高分辨率全谱直读等离子体-原子发射光谱仪(美国利曼公司)。

钛、锆标准溶液: 用光谱纯金属氧化物制备各元素浓度为 $1\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的储备液, 用时按要求稀释到所需浓度。高纯钼粉(质量分数 $\geq 99.95\%$), 硝酸、氢氟酸、硫酸、硫酸铵, 所用试剂均为分析纯。实验用水为二次去离子水。

① 联系人, 手机: (0) 15891213963; E-mail: lit200504@sohu.com

作者简介: 李佗(1982—), 男, 陕西省周至县人, 工程师, 硕士研究生, 主要从事金属元素分析工作。

收稿日期: 2010-10-14; 接受日期: 2010-11-08

2.2 仪器工作条件

射频功率: 1. 1kW; 冷却气流量: $20\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$; 雾化器压力: 36. 54MPa; 辅助气流量 $0. 2\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$; 溶液提升量: $1. 4\text{L} \cdot \text{min}^{-1}$; 积分时间: 10s; 观测方式: 垂直。

2.3 实验方法

称取 0. 2000g 试样于 100mL 烧杯中, 加入 2mL 硫酸、1g 硫酸铵, 于电热板上加热。待样品溶解后, 冷却, 转入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 待分析用。

3 结果与讨论

3.1 溶样酸的选择

溶解铝合金可用硫酸-硫酸铵或硝酸-氢氟酸的混酸。但用硝酸-氢氟酸时, 必须保证足够的酸用量才可使样品溶解完全。硫酸粘度大, 进样时不易提升, 但用量少时, 其结果影响较小。综合考虑, 本实验选用 2mL 硫酸, 1g 硫酸铵溶解试样。

3.2 基体的影响

按照 2. 3 项实验方法分别测定有基体和无基体时各谱线的情况。可以看出, 钼基体对测定元素的谱线强度有一定影响。为了测定的准确性, 在实验中选择钼基体进行匹配, 以消除干扰。

3.3 分析谱线的选择

用钼、钛、锆溶液分别对谱线库提供的谱线进行扫描, 根据扫描峰的形状、峰值与基线的情况比较基体对该峰的干扰情况, 选择干扰小的谱线。所以选择 336. 1nm 作为测定钛的谱线、343. 8nm 作为测定锆的谱线。

3.4 回收率及精密度实验

按 2. 3 项实验方法操作, 在样品中加入不同量的标准溶液, 进行回收率及精密度实验, 测定结果见表 1。由表 1 可见, 回收率在 96. 33%—110. 00%, 相对标准偏差(RSD)均小于 2. 0%。

表 1 回收率及精密度实验 ($n=5$)

测定元素	原含量 ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	加入量 ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	回收量 ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	回收率 (%)	RSD (%)
Ti	10. 09	3. 00	12. 98	96. 33	1. 84
		6. 00	16. 32	103. 83	1. 56
		9. 00	19. 72	107. 00	1. 70
Zr	1. 89	0. 40	2. 28	97. 50	1. 95
		0. 60	2. 55	110. 00	1. 86
		0. 80	2. 76	108. 75	1. 88

3.5 样品分析结果对比

用本法和化学法对不同批次样品进行测定, 结果见表 2。由表 2 可知, 两种方法测定 TZM 中钛、锆的分析结果基本一致。

表 2 样品测定结果 (%)

元素	样品编号	本方法 ICP-AES	化学法 ^[6,7]
Ti	1	0. 50	0. 50
	2	0. 49	0. 49
	3	0. 51	0. 50
Zr	1	0. 094	0. 090
	2	0. 095	0. 090
	3	0. 099	0. 100

4 结论

本方法避免了常规化学分析的繁冗过程,大大缩短了分析时间,而且 Ti、Zr 元素同时分析测定,具有快速、灵活、方便的特点,可以节约大量的人力,减少试剂消耗,提高检测效率。

参考文献

- [1] 吴新光,杜晓斌. TZM 合金及其特性[J]. 中国钨业, 2005, 29(5): 30—31.
- [2] 陆军,刘琰. ICP-AES 测定钨铁中杂质元素[J]. 理化检验(化学分册), 2005, 41(12): 905—907.
- [3] 张世涛,徐艳秋,王宇. ICP-AES 同时测定钨矿石中多种元素[J]. 光谱实验室, 2006, 23(5): 1042—1045.
- [4] 侯列奇,李洁. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定金属钨中 10 种微量元素[J]. 理化检验(化学分册), 2009, 45(2): 148—150.
- [5] 谢华林,刘宏伟. ICP-AES 法测定钨精矿中杂质元素[J]. 中国钨业, 2003, 27(7): 34—35.
- [6] 分析方法标准汇编. 钨基合金分析方法过氧化氢光度法测定钛量[M]. 宝鸡: 宝鸡有色金属加工厂, 1991. 146—149.
- [7] 分析方法标准汇编. 钨基合金分析方法 茜素 S 光度法测定钨量[M]. 宝鸡: 宝鸡有色金属加工厂, 1991. 154—157.
- [8] 李帆,邹斌. ICP-AES 测定钢中的微量钒、铈、钽[J]. 光谱实验室, 2002, 19(5): 699—701.
- [9] 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.

Determination of Titanium and Zirconium in TZM Alloy by ICP-AES

LI Tuo YANG Jun-Hong LIU Hou-Yong ZHAI Tong-De

(Physics & Chemistry Inspection Center for Western Metal Materials Co., Ltd., Baoji, Shaanxi 721014, P. R. China)

Abstract A new analysis method for the determination of titanium and zirconium in TZM alloy was established by ICP-AES. Interferences were eliminated by the matrix matching method, and the experimental conditions were optimized. The recovery was in the range of 96.33%—110.00% with RSD($n=5$) less than 2.0%. The method is simple, rapid and accurate.

Key words ICP-AES; TZM Alloy; Titanium; Zirconium

1980多种核心
期刊从12400
多种中文期刊
中脱颖而出

北京高校图书馆期刊工作研究会最新评选结果汇编
北京大学图书馆馆长朱强等主编
北京大学出版社出版

各学科5500多
位专家参加了
审查工作,评议
指标高达80种

《中文核心期刊要目总览》(2008) 化学/晶体学类核心期刊一览表

序号	刊名	序号	刊名	序号	刊名
1	高等学校化学学报	10	分析测试学报	19	化学试剂
2	分析化学	11	化学通报	20	功能高分子学报
3	化学学报	12	分子科学学报	21	光谱实验室
4	催化学报	13	分析科学学报	22	合成化学
5	无机化学学报	14	中国科学(B辑), 化学	23	人工晶体学报
6	物理化学学报	15	化学进展	24	影像科学与光化学
7	有机化学	16	理化检验(化学分册)	25	计算机与应用化学
8	分析试验室	17	分子催化	26	核化学与放射化学
9	色谱	18	化学研究与应用		