

ICP-AES 测定钛合金中微量钇的方法研究

冯艳秋^① 叶晓英 蒙益林

(北京航空材料研究院理化分析研究室 北京市 81 信箱 19 分箱 100095)

摘要 本方法采用 ICP-AES 进行多种牌号钛合金中的 0.002%—0.10% 钇元素的测定。进行了分析线选择,研究了基体元素和共存元素对钇元素的干扰情况,方法回收率 100%—110%。该法比较简便、快速、准确。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法,钇,钛合金。

中图分类号: O 657.31 文献标识码: A 文章编号: 1004-8138(2006)06-1282-03

1 前言

在钛合金中加入少量钇元素,可以大大改善材料的热稳定性和蠕变性能,首先钇元素所形成的氧化物使钛合金原始 β 晶粒平均尺寸从 $950\mu\text{m}$ 减小到 $230\mu\text{m}$,并且抑制 $\alpha 2$ 相在热暴露中的析出和长大,因而有利于改善合金的热稳定性。另外稀土氧化物在基体中具有阻碍位错运动的作用,有利于改善蠕变性能^[1]。

ICP-AES 因其灵敏度高、精密性好、线性范围宽、可同时进行多元素分析等优点,目前已经成为常用的分析方法之一。近年内,国内外科技文献中报道了用不同方法测定钛合金中少量钇,有分光光度法^[2-4]、火焰原子吸收法^[5]等,在这些报道中,经典化学法所得结果是以钇为代表的稀土总量,少量采用原子吸收法,使用笑气-乙炔火焰。目前还没有 ICP-AES 测定钛及钛合金中微量 ($< 0.10\%$) 钇元素的报道。

用本方法深入、系统地研究了多种牌号钛合金中的痕量钇元素的分析方法,测定了钇元素含量为 $< 0.10\%$ 的样品,方法快速、准确。

2 实验部分

2.1 仪器及工作参数

JY 170 ULTRACE ICP 发射光谱仪(法国 Jobin Yvon 公司)。

仪器工作条件及各分析元素分析线见表 1。

表 1 仪器工作条件

项目	参数	项目	参数
高频频率(MHz)	40.68	入射功率(kW)	1.0
入射狭缝(μm)	20	护套气流量(L/min)	0.2
出射狭缝(μm)	80	冷却气流量(L/min)	15
积分时间(s)	2	样品提升量(mL/min)	1.2
反射功率(W)	< 15	积分方式	一点式
γ 分析元素波长(nm)	371.029		

2.2 试剂及标准溶液的配制

钇标准储备溶液(1mg/mL)的配制:称取三氧化二钇(纯度为 99.99%) 0.6350g(经 850℃马弗炉灼烧 2.0h,冷却至室温,置于干燥器中备用)置于 200mL 烧杯中,加入(1+1)盐酸 20mL,加热溶

① 联系人,电话:(010)62496659(办);(010)62496661

作者简介:冯艳秋(1972—),女,河北省乐亭县人,硕士,工程师,现从事化学分析与研究工作。

收稿日期:2006-10-16;接受日期:2006-10-29

解后,冷却,移入 500mL 容量瓶中,补加盐酸 40mL,用水定容。用 1mg/mL 的钇标准储备液逐级稀释成需要的浓度。

其他各单个元素标准储备液均用其相应的光谱纯氧化物或纯度大于 99.95% 的金属配制,准确称量,用酸溶解后配成浓度为 1.00mg/mL 的浓度(其中钛元素为 10.0mg/mL)。实验所用盐酸、硝酸、硫酸均为优级纯试剂,实验用水为二次蒸馏水。

2.3 样品的制备

准确称取 0.2000g 样品于 150mL 烧杯中,加入(1+1)硫酸 20mL,待反应完全后,滴加硝酸至试液紫色消失,冷却后,用水定容至 50mL 容量瓶,摇匀。

2.4 标准及控样的制备

依据所测量的样品含量,分别移取适量的钇标准溶液于 150mL 烧杯中,加入的试剂和处理方法与样品的制备相同,定容后作为标准及控样。

另外,在实验中应制备空白溶液作为测量时的低标,制备方法与样品的制备相同。

2.5 测量

在表 1 的仪器工作条件下,根据实验目的和测试溶液的分析元素含量范围,配制各种溶液,用 ICP 测量分析元素的浓度,进行分析方法的研究。

3 结果与讨论

3.1 样品溶解方法

钛合金牌号繁多,用硫酸溶解钛合金时,需溶解时间较长。在不同时间进行测定硅时,可高温加热,使其加速溶解。如果同时测定硅元素,可低温或加氢氟酸进行溶解,但必须溶解完全。

3.2 酸度实验

对在硫酸+水的比例为(10+90)、(15+85)、(20+80)、(25+75)、(30+70)的溶液进行了测量,其中,钛基体为 100%,钇含量为 0.005%。实验结果表明,硫酸浓度变化对钛合金中痕量钇元素的强度测定有影响。具体结果见图 1。

由于硫酸黏度较大,在 ICP-AES 测量时,对待测元素的影响较大。因此在实际测量中我们选择 15mL 硫酸作为硫酸的加入量。

3.3 基体及共存元素的影响

本文主要考察 TC4、TC9、BT9、BT3-1 等 14 种钛合金牌号。基体及共存元素主要有 Ti、Al、V、Fe、Si、Mo、Zr、Sn、Cr 等。本方法采用的 JY-170 发射光谱仪的光栅刻度为 4320 条/mm,分辨率较高,可以很好地避免光谱干扰。

本文用表 2 的单一元素测试溶液和试剂空白(单一元素测试溶液以所考察牌号中最高含量计算),在钇元素的 3 条分析谱线中心波长附近的 0.1842nm 窗口范围内进行扫描,获得单一干扰元素溶液、分析元素溶液及试剂空白溶液的光谱扫描图形,对谱图进行叠加、放大处理,研究其光谱干扰情况。具体谱线干扰情况见表 2。

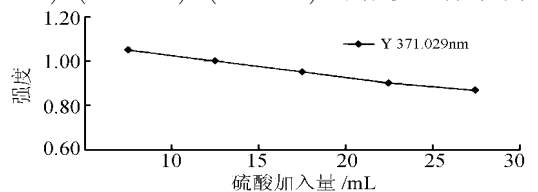


图 1 硫酸加入量对待测元素的影响

表 2 Y 元素的光谱干扰情况

共存元素	共存元素浓度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	Y 元素的分析线(nm)	
		360.073	371.029
Ti	3.60	14345	19610
Al	0.30	14875	19820
V	0.30	14505	19100
Fe	0.03	14240	18965
Si	0.012	14030	18745
Mo	0.30	16600	19810
Zr	0.15	14880	19565
Sn	0.12	14240	19560
Cu	0.07	14190	19395
Cr	0.32	14680	19300
Y	0.002	46110	47650
S0	0	14285	18970

以空白 S0 强度的 $\pm 5\%$ 作为判断,在干扰元素强度表中只有 Mo 元素对 Y 360.073nm 谱线有

轻微的干扰,其余元素扫描均无干扰,因此,本文选择无共存元素干扰的 Y371.029nm 谱线作为分析谱线。

3.4 方法检出限

在确定的仪器工作参数和 100% 钛基体下,测定了在波长 Y371.0nm 分析线处的方法检出限,为 0.002 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

3.5 回收率、精密度、准确度实验

按样品处理方法处理样品中钇含量为 0.00x% 的钛合金样品,进行了分析,进行了加标回收实验,计算了回收率和相对标准偏差;用 ICP-MS 方法进行了数据对照。实验结果列于表 3—表 4。

表 3 回收率、精密度实验和样品的分析结果

($n=8$)

样品编号	样品含量(%)	加入量(%)	回收测量值(%)	目标值(%)	回收率(%)	RSD(%)
1	0.0051	0.002	0.0073	0.0071	110	2.13
		0.010	0.0152	0.0151	101	1.89
2	0.0047	0.05	0.0550	0.0547	101	1.72
		0.10	0.1050	0.1047	100	1.28

表 4 不同分析方法结果对照

(%)

样品编号	ICP-AES	ICP-MS
1	0.0051	0.0049
2	0.0047	0.0048

通过试验可见,本文研究的分析方法准确、可靠,简便快速,能够满足新材料研制的要求。

4 结论

本文进行了钛及钛合金中 Y 元素的光谱干扰试验,选定了最佳分析线,确定了分析方法,该方法准确度和精密度较好。相对标准偏差 < 5%;方法准确、快速、简便,能够满足日常测试的要求。

参考文献

- [1] 崔文芳. 钇对 Ti21100 高温钛合金热稳定性和蠕变行为的影响[J]. 中国稀土学报, 1998, 16: 237—241.
- [2] 朱自强. 钛及钛合金中微量钇的测定-氟化物分离偶氮钇III分光光度比色法[J]. 稀有金属材料与工程, 1982, (6): 23—28.
- [3] 王家林. 水杨基荧光酮光度法测定钇[J]. 冶金分析, 1998, 18(2): 16—18.
- [4] 李兰英. 1,4-二羟基蒽醌体系荧光法测定钇[J]. 冶金分析, 1993, 13(3): 15—18.
- [5] 施永琴. 钛及钛合金中钇的 AAS 法测定[J]. 分析测试通报, 1989, 8(1): 79—81.
- [6] 胡鑫弟. 钛及钛合金中微量钇的光谱测定[J]. 分析实验室, 1985, 4(11): 63—64.

Determination of Yttrium Content in Titanium Alloy by ICP-AES

FENG Yan-Qiu YE Xiao-Ying MENG Yi-Lin

(Analytical Chemistry Lab., Beijing Institute of Aeronautical Materials, P.O. Box 81-19, Beijing 100095, P.R. China)

Abstract The microelement, yttrium, in titanium alloy was determined by ICP-AES. The spectral interferences of common elements were experimentally studied. And the analytical lines were selected. The recovery is in the range of 100%—110%. The method is fast, accurate and convenient.

Key words ICP-AES, Yttrium, Titanium Alloy.