



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102072897 B

(45) 授权公告日 2012. 09. 26

(21) 申请号 201010550575. 2

(22) 申请日 2010. 11. 19

(73) 专利权人 中国航空工业集团公司北京航空材料研究院

地址 100095 北京市 81 号信箱

(72) 发明人 李帆 耿晓颖 叶晓英 赵海燊

(74) 专利代理机构 中国航空专利中心 11008  
代理人 陈宏林

(51) Int. Cl.

G01N 21/73(2006. 01)

(56) 对比文件

US 6041735 A, 2000. 03. 28, 全文.

CN 101975760 A, 2011. 02. 16, 全文.

CN 101975711 A, 2011. 02. 16, 全文.

CN 101718689 A, 2010. 06. 02, 全文.

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局等. 钢和铁 化学成份测定用试样的取样和制样方法. 《中华人民共和国国家标准 GB/T20066-2006/ISO14284:1996》. 2006, 第 1-33 页.

J.Y.Marks et. al.. Application of a solid sampling device to the analysis

of high temperature alloys by ICP-AES. 《spectrochimica Acta》. 1983, 第 38B 卷第 107-113 页.

胡艳君等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定纯铜中杂质元素. 《冶金分析》. 2009, 第 29 卷 (第 7 期), 第 40-43 页.

Sabina Gredelj et. al.. Inductively coupled plasma nitriding of aluminium. 《Applied Surface Science》. 2002, 第 199 卷第 183-194 页.

徐建平. 电感耦合等离子体原子发射光谱中锆高级次谱线对铝的干扰. 《冶金分析》. 2008, 第 28 卷 (第 1 期), 第 35-39 页.

审查员 张然兮

权利要求书 2 页 说明书 7 页

(54) 发明名称

一种测定高温合金中铝含量的方法

(57) 摘要

本方法是一种测定高温合金中铝含量的方法,可以有效地溶解高温合金中的酸不溶铝,使铝元素的溶解更加完全,是一种溶样速度快、分析精度高、操作简便、效率高的测定高温合金中铝总量的方法本方法选定的分析谱线铝 394. 40nm 是一条在多台光谱仪器上均不受高温合金中基体元素和共存元素干扰的分析谱线. 因此本方法可以适用于几乎所有电感耦合等离子体发射光谱仪. 本方法测定范围宽,测量下限为 0. 05%,测量上限为 7. 5%,可满足绝大多数牌号高温合金中铝元素的分析要求。

1. 一种测定高温合金中铝含量的方法,该方法在测定过程中使用的试剂为:

盐酸 I,  $\rho$  为 1.19g/mL;分析纯以上;

硝酸,  $\rho$  为 1.42g/mL;分析纯以上;

氢氟酸,  $\rho$  为 1.15g/mL;分析纯以上;

柠檬酸,分析纯以上;

酒石酸,分析纯以上;

盐酸 II, 1+1;

其特征在于:该方法的步骤是:

(1)试样按照 GB/T 20066 的要求进行取样和制样,称取 0.05~0.20g 试样,精确至 0.0001g;

(2)制备试样溶液

将试样置于 100mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10~30mL 盐酸 I、2~10mL 硝酸,低温加热至反应停止后,加入 0.5~5mL 氢氟酸、0.5~4g 柠檬酸或酒石酸,低温加热至溶解完全,冷却后移入 100mL 塑料容量瓶,加入 0.00~10.00mL 钪内标溶液,用水稀释至刻度,摇匀;

钪内标溶液的质量-体积浓度是 0.2mg/mL,制备方法是称取 0.2540g 氧化钪于 250mL 烧杯中,氧化钪的质量分数不小于 99.95%,加入 20~60mL 盐酸 II,低温加热至溶解完全,冷却后移入 1000mL 容量瓶中,补加 20~80mL 盐酸 II,用水稀释至刻度,摇匀;

(3)制备工作曲线溶液,按下面两种方式之一进行:

方式一:合成工作曲线溶液

按步骤(2)制备 2~8 个不含试样的空白溶液,根据试样中铝和镍的含量范围,在各空白溶液中加入不同含量的铝标准溶液,铝标准溶液分铝标准溶液 A 和铝标准溶液 B 两种,在各溶液中加入相同量的镍底液,使镍的含量为试样中镍的含量的 50%~150%,加入与步骤(2)相同量的钪内标溶液,用水稀释至刻度,摇匀,作为合成工作曲线溶液;

铝标准溶液 A 和铝标准溶液 B 的制备方法如下:

铝标准溶液 A 的质量-体积浓度是 1.00mg/mL,制备方法是称取 0.5000g 纯铝置于 250mL 烧杯中,加入 20~60mL 盐酸 II,低温加热溶解,待剧烈反应后,加入 1~5mL 硝酸,低温加热至溶解完全,冷却后移入 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

铝标准溶液 B 的质量-体积浓度是 0.10mg/mL,制备方法是移取 20.00mL 铝标准溶液 A 置于 200mL 容量瓶中,加入 10~30mL 盐酸 II,用水稀释至刻度,摇匀;

镍底液的质量-体积浓度是 10.0mg/mL,制备方法是称取 10.0g 纯镍于 400mL 烧杯中,加入 20~60mL 水、20~60mL 硝酸,低温加热至溶解完全,冷却后移入 1000mL 容量瓶中,补加 20~80mL 硝酸,用水稀释至刻度,摇匀;

方式二:标准物质工作曲线溶液

将 2~8 个不同的高温合金标准物质按步骤(2)制备成标准物质工作曲线溶液;

或将 1 个高温合金标准物质按步骤(2)制备成标准物质工作曲线溶液,和按步骤(2)制备不含试样的空白溶液,在空白溶液中加入镍底液,使镍的含量为试样中镍的含量的 50%~150%,再在此溶液加入与步骤(2)相同量的钪内标溶液,用水稀释至刻度,摇匀,作为标准物质工作曲线溶液;

(4)测量试液中铝的浓度

用电感耦合等离子体原子发射光谱仪依次测量工作曲线溶液中分析元素铝的强度和内标元素钇的强度,横坐标用工作曲线溶液中铝元素的含量、纵坐标用铝元素的强度或用铝元素的强度与钇元素的强度的比值绘制工作曲线,然后,测量试样溶液中铝元素和钇元素的强度,用铝元素的强度或铝元素的强度与钇元素的强度的比值在相应的工作曲线上查出相应铝元素的含量;

(5)计算测量结果,得到铝含量

按下式计算铝元素的百分含量:

$$\text{Al}(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得的铝量, mg;

$m_0$ ——测量试液中所含的试料量, mg,

上述方法中所述低温是指加热范围在 50 ~ 200°C。

2. 根据权利要求 1 所述的测定高温合金中铝含量的方法,其特征在于:电感耦合等离子体发射光谱仪的工作条件及分析线如下:入射功率 0.95~1.4KW;反射功率:<20W;冷却气流量:12~20L/min;样品提升量:1.0~1.5mL/min;积分时间:1~10s;元素分析线:铝 394.40nm;内标分析谱线:钇 371.03nm 或钇 360.07nm。

## 一种测定高温合金中铝含量的方法

### 技术领域

[0001] 本方法是一种测定高温合金中铝含量的方法,属于合金元素分析测量技术领域。

### 背景技术

[0002] 在航空工业中,高温合金因其在 600℃~1100℃的氧化和燃气腐蚀条件下可承受复杂应力、长期可靠工作的优异性能,是航天、能源、交通运输和化学工业的重要材料。

[0003] 高温合金是化学成分最复杂的合金材料。高温合金按基体可分为镍基、铁镍基和钴基三类,高含量的共存元素有 Al、Co、Cr、Cu、Fe、Hf、Mo、Mn、Nb、Re、Ta、Ti、W 等元素,这些基体元素和共存元素的存在对铝元素的分析带来的样品溶解和光谱干扰等方面的困难。

[0004] 高温合金中有酸不溶铝,通常的样品溶解方式只能测量其中的酸溶铝的含量,我院在长期的测试工作和科学研究中深入试验,研究出能够测量高温合金中酸溶铝和酸不溶铝总量的分析反复。

[0005] 电感耦合等离子体发射光谱法方法以其检出限低、精密度好、稳定性好、各类干扰相对少、线性范围宽、分析速度快等优异特点已成为化学分析的常规有力手段之一,可以分析高温合金中的大多数分析元素,其分析高温合金的能力是其他分析手段不能替代的。

### 发明内容

[0006] 本发明正是针对上述现有技术状况而设计提供了一种测定高温合金中铝含量的方法,其目的是提出一种溶样速度快、分析精度高、操作简便、效率高的测定高温合金中铝总量的方法。

[0007] 本发明的目的是通过以下技术方案来实现的:

[0008] 该种测定高温合金中铝含量的方法,其特征在于:该方法在测定过程中使用的试剂为:

[0009] 盐酸 I,  $\rho$  为 1.19g/mL;分析纯以上;

[0010] 硝酸,  $\rho$  为 1.42g/mL;分析纯以上;

[0011] 氢氟酸,  $\rho$  为 1.15g/mL;分析纯以上;

[0012] 柠檬酸,分析纯以上;

[0013] 酒石酸,分析纯以上;

[0014] 盐酸 II, 1+1;

[0015] 其特征在于:该方法的步骤是:

[0016] (1) 试样按照 GB/T 20066 的要求进行取样和制样,称取 0.05~0.20g 试样,精确至 0.0001g;

[0017] (2) 制备试样溶液

[0018] 将试样置于 100mL 聚四氟乙烯烧杯或塑料烧杯中,加入 10~30mL 盐酸、2~10mL 硝酸,低温加热至反应停止后,加入 0.5~5mL 氢氟酸、0.5~4g 柠檬酸或酒石酸,低温加热至溶解完全,冷却后移入 100mL 塑料容量瓶,加入 0.00~10.00mL 钪内标溶液,用水稀释至

刻度,摇匀;

[0019] (3) 制备工作曲线溶液,按下面两种方式之一进行:

[0020] 方式一:合成工作曲线溶液

[0021] 按步骤(2)制备2~8个不含试样的空白溶液,根据试样中铝和镍的含量范围,在各空白溶液中加入不同含量的铝标准溶液,在各溶液中加入相同量的镍底液,使镍的含量为试样中镍的含量的50%~150%,加入与步骤(2)相同量的钇内标溶液,用水稀释至刻度,摇匀,作为合成工作曲线溶液;

[0022] 方式二:标准物质工作曲线溶液

[0023] 将2~8个不同的高温合金标准物质按步骤(2)制备成标准物质工作曲线溶液,或将1个高温合金标准物质按步骤(2)制备成标准物质工作曲线溶液,和按步骤(2)制备不含试样的空白溶液,在空白溶液中加入镍底液,使镍的含量为试样中镍的含量的50%~150%,再在此溶液加入与步骤(2)相同量的钇内标溶液,用水稀释至刻度,摇匀,作为标准物质工作曲线溶液。

[0024] (4) 测量试液中铝的浓度

[0025] 用电感耦合等离子体原子发射光谱仪依次测量工作曲线溶液中分析元素铝的强度和内标元素钇的强度,横坐标用工作曲线溶液中铝元素的含量、纵坐标用铝元素的强度或用铝元素的强度与钇元素的强度的比值绘制工作曲线,然后,测量试样溶液中铝元素和钇元素的强度,用铝元素的强度或铝元素的强度与钇元素的强度的比值在相应的工作曲线上查出相应铝元素的含量;

[0026] (5) 计算测量结果,得到铝含量

[0027] 按下式计算铝元素的百分含量:

$$[0028] \quad Mo(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

[0029] 式中:

[0030]  $m_1$ ——从工作曲线上查得的钼量,mg;

[0031]  $m_0$ ——测量试液中所含的试料量,mg,

[0032] 上述方法中所述低温是指加热范围在50~200℃。

[0033] 钇内标溶液的质量-体积浓度为0.2mg/mL,其制备方法是:称取0.2540g氧化钇,其质量分数不小于99.95%,置于250mL烧杯中,加入20~60mL盐酸II,低温加热至溶解完全,冷却后移入1000mL容量瓶中,补加20~80mL盐酸II,用水稀释至刻度,摇匀。

[0034] 一种铝标准溶液A的质量-体积浓度是1.00mg/mL,其制备方法是:称取0.5000g纯铝,质量分数不小于99.95%,置于250mL烧杯中,加入20~60mL盐酸II,低温加热溶解,待剧烈反应后,加入1~5mL硝酸,低温加热至溶解完全,冷却后移入500mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

[0035] 另一种铝标准溶液B的质量-体积浓度是0.10mg/mL,其制备方法是:移取20.00mL铝标准溶液A,置于200mL容量瓶中,加入10~30mL盐酸II,用水稀释至刻度,摇匀。

[0036] 镍底液的质量-体积浓度是10.0mg/mL,其制备方法是:称取10.0g纯镍,质量分数不小于99.95%,放入400mL烧杯中,加入20~60mL水、20~60mL硝酸,低温加热至溶

解完全,冷却后移入 1000mL 容量瓶中,补加 20 ~ 80mL 硝酸,用水稀释至刻度,摇匀。

[0037] 电感耦合等离子体发射光谱仪的工作条件及分析线如下:入射功率 0.95 ~ 1.4KW;反射功率:< 20W;冷却气流量:12 ~ 20L/min;样品提升量:1.0 ~ 1.5mL/min;积分时间:1 ~ 10s;元素分析线:铝 394.40nm;内标分析谱线:钇 371.03nm 或钇 360.07nm。

[0038] 本发明优点是:

[0039] 1) 样品处理技术是该专利的优点之一。研究了王水溶解法、硫酸溶解法和氢氟酸溶解法三种样品溶解方式对高温合金中铝的影响,研究结果表明,用氢氟酸溶解样品可以有效地溶解高温合金中的酸不溶铝,使铝元素的溶解更加完全,因此测定高温合金中氯元素时应用氢氟酸溶解方式。

[0040] 2) 方法具有通用性是该专利的优点之一。本方法通过对大量牌号高温合金样品的分析结果得出的本样品溶解方法可以用于所有牌号高温合金中铝元素的测定。本方法通过在 JY ULTIMA IIC、PE OPTIMA5300 和 TJA IRIS 两大类三台电感耦合等离子体发射光谱仪器上进行光谱干扰试验,找到了一条在三台光谱仪器上均不受高温合金中基体元素和共存元素干扰的分析谱线:铝 394.40nm。因此本方法可以适用于几乎所有电感耦合等离子体发射光谱仪。

[0041] 3) 分析方法测定范围宽,测量下限为 0.05%,测量上限为 7.5%。

[0042] 4) 该专利方法测量快速,操作简便,节约了大量人力和物力。

## 具体实施方式

[0043] 实施例一

[0044] 测量 InCo718 高温合金中铝含量,在以下三台仪器上分别进行测量

[0045] 采用 JY ULTIMA IIC 型电感耦合等离子体发射光谱仪,仪器的工作条件及分析线如下:入射功率 1050W;反射功率:< 10W;冷却气流量:15L/min;样品提升量:1.5mL/min;积分时间:5s;元素分析线:铝 394.40nm;内标分析谱线:钇 371.03nm。

[0046] 采用 PE OPTIMA5300 型电感耦合等离子体发射光谱仪,仪器的工作条件及分析线如下:入射功率 1300W;反射功率:< 10W;冷却气流量:15L/min;样品提升量:1.5mL/min;积分时间:1 ~ 5s;元素分析线:铝 394.40nm;内标分析谱线:钇 371.03nm。

[0047] 采用 TJA IRIS 型电感耦合等离子体发射光谱仪,仪器的工作条件及分析线如下:入射功率 1150W;反射功率:< 10W;冷却气流量:12L/min;样品提升量:1.5mL/min;积分时间:5s;元素分析线:铝 394.40nm;内标分析谱线:钇 360.07nm。

[0048] (1)、在测定过程中所使用的试剂如下:

[0049] (1.1)、盐酸,ρ 约 1.19g/mL;分析纯以上;

[0050] (1.2)、硝酸,ρ 约 1.42g/mL;分析纯以上;

[0051] (1.3)、氢氟酸:ρ 约 1.15g/mL;分析纯以上;

[0052] (1.4)、柠檬酸;分析纯以上;

[0053] (1.5)、盐酸 II,1+1。

[0054] (1.6)、铝标准溶液 A:质量-体积浓度是 1.00mg/mL;称取 0.5000g 纯铝(质量分数不小于 99.95%),置于 250mL 烧杯中,加入 20 ~ 60mL 盐酸 II(1.5),低温加热溶解,待剧烈反应后,加入 1 ~ 5mL 硝酸,低温加热至溶解完全,冷却后移入 500mL 容量瓶中,用水稀释

至刻度,摇匀。

[0055] (1.7)、铝标准溶液 B:质量-体积浓度是 0.10mg/mL。移取 20.00mL 铝标准溶液 A(1.6),置于 200mL 容量瓶中,加入 10~30mL 盐酸 II(1.5),用水稀释至刻度,摇匀。

[0056] (1.8)、钇内标溶液:质量-体积浓度是 0.2mg/mL。称取 0.2540g 氧化钇( $Y_2O_3$ ,质量分数不小于 99.95%)于 250mL 烧杯中,加入 20~60mL 盐酸 II(1.5),低温加热至溶解完全,冷却后移入 1000mL 容量瓶中,补加 20~80mL 盐酸 II(1.5),用水稀释至刻度,摇匀。

[0057] (1.9)、镍底液:质量-体积浓度是 10.0mg/mL。称取 10.0g 纯镍(质量分数不小于 99.95%)于 400mL 烧杯中,加入 20~60mL 水、20~60mL 硝酸(1.2),低温加热至溶解完全,冷却后移入 1000mL 容量瓶中,补加 20~80mL 硝酸(1.2),用水稀释至刻度,摇匀。

[0058] (2)、取样和制样:分析用的试样按照 GB/T 20066 的要求进行取样和制样;

[0059] (3)、分析步骤如下:

[0060] (3.1)、试料:称取 0.10g 试样,精确至 0.0001g。

[0061] (3.2)、制备试样溶液:将分析步骤(3.1)的试料置于 100mL 聚四氟乙烯烧杯或塑料烧杯中,加入 15mL 盐酸(1.1)、5mL 硝酸(1.2),低温加热至反应停止,加入 1.5mL 氢氟酸(1.3)、2g 柠檬酸(1.4),低温加热至溶解完全,冷却后移入 100mL 塑料容量瓶,加入 2.00mL 钇内标溶液(1.8),用水稀释至刻度,摇匀。

[0062] (3.3)、制备工作曲线溶液

[0063] 按分析步骤(3.2)制备两个试剂空白溶液,移入 100mL 容量瓶中,根据试样中铝和镍的含量范围,在两个溶液中加入 0.00mL、10.00mL 铝标准溶液 B(1.7)、6.0mL 镍底液(1.9),加入 2.00mL 钇内标溶液(1.8),用水稀释至刻度,摇匀,作为工作曲线溶液;

[0064] (3.4)、测量试液中铝的浓度:分别在三台电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,按选定的工作条件,依次测量工作曲线溶液中分析元素铝的强度和内标元素钇的强度,横坐标用工作曲线溶液中铝元素的含量、纵坐标用铝元素的强度与钇元素的强度的比值绘制工作曲线,然后,测量试样溶液中铝元素和钇元素的强度,用铝元素与钇元素的强度的比值在工作曲线上查出相应铝元素的含量;

[0065] (4)、计算测量结果,在 JY ULTIMA IIC 仪器上得到铝的含量为 0.618%、在 PE OPTIMA5300 仪器上得到铝的含量为 0.603%、在 TJA IRIS 仪器上得到铝的含量为 0.610%。

[0066] 实施例二

[0067] 测量 DZ125 高温合金中铝含量,在以下三台仪器上分别进行测量

[0068] 采用 JY ULTIMA IIC 型电感耦合等离子体发射光谱仪,仪器的工作条件及分析线如下:入射功率 1050W;反射功率: $< 10W$ ;冷却气流量:15L/min;样品提升量:1.5mL/min;积分时间:5s;元素分析线:铝 394.40nm;内标分析谱线:钇 371.03nm。

[0069] 采用 PE OPTIMA5300 型电感耦合等离子体发射光谱仪,仪器的工作条件及分析线如下:入射功率 1300W;反射功率: $< 10W$ ;冷却气流量:15L/min;样品提升量:1.5mL/min;积分时间:1~5s;元素分析线:铝 394.40nm;内标分析谱线:钇 371.03nm。

[0070] 采用 TJA IRIS 型电感耦合等离子体发射光谱仪,仪器的工作条件及分析线如下:入射功率 1150W;反射功率: $< 10W$ ;冷却气流量:12L/min;样品提升量:1.5mL/min;积分时间:5s;元素分析线:铝 394.40nm;内标分析谱线:钇 360.07nm。

[0071] (1)、在测定过程中所使用的试剂如下:

- [0072] (1.1)、盐酸,  $\rho$  约 1.19g/mL;分析纯以上;
- [0073] (1.2)、硝酸,  $\rho$  约 1.42g/mL;分析纯以上;
- [0074] (1.3)、氢氟酸:  $\rho$  约 1.15g/mL;分析纯以上;
- [0075] (1.4)、柠檬酸;分析纯以上;
- [0076] (1.5)、盐酸 II, 1+1。
- [0077] (1.6)、钇内标溶液:质量-体积浓度是 0.2mg/mL。称取 0.2540g 氧化钇 ( $Y_2O_3$ , 质量分数不小于 99.95%) 于 250mL 烧杯中,加入 20 ~ 60mL 盐酸 II(1.5),低温加热至溶解完全,冷却后移入 1000mL 容量瓶中,补加 20 ~ 80mL 盐酸 II(1.5),用水稀释至刻度,摇匀。
- [0078] (2)、取样和制样:分析用的试样按照 GB/T 20066 的要求进行取样和制样;
- [0079] (3)、分析步骤如下:
- [0080] (3.1)、试料:称取 0.10g 试样,精确至 0.0001g。
- [0081] (3.2)、制备试样溶液:将分析步骤(3.1)的试料置于 100mL 聚四氟乙烯烧杯或塑料烧杯中,加入 15mL 盐酸(1.1)、5mL 硝酸(1.2),低温加热至反应停止,加入 1.5mL 氢氟酸(1.3)、2g 柠檬酸(1.4),低温加热至溶解完全,冷却后移入 100mL 塑料容量瓶,加入 2.00mL 钇内标溶液(1.6),用水稀释至刻度,摇匀。
- [0082] (3.3)、制备工作曲线溶液
- [0083] 选择 GBW(E)010074、010075、010076、010079 等四个镍基高温合金标准物质(牌号为 DZ125,Al 的标准值分别为 4.77%、3.685%、4.28%、6.03%),按分析步骤(3.2)制备成工作曲线溶液。
- [0084] (3.4)、测量试液中铝的浓度:分别在三台电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,按选定的工作条件,依次测量工作曲线溶液中分析元素铝的强度和内标元素钇的强度,横坐标用工作曲线溶液中铝元素的含量、纵坐标用铝元素的强度与钇元素的强度的比值绘制工作曲线,然后,测量试样溶液中铝元素和钇元素的强度,用铝元素与钇元素的强度的比值在工作曲线上查出相应铝元素的含量;
- [0085] (4)、计算测量结果,在 JY ULTIMA IIC 仪器上得到铝的含量为 4.888%、在 PE OPTIMA5300 仪器上得到铝的含量为 4.888%、在 TJA IRIS 仪器上得到铝的含量为 4.835%。
- [0086] 实施例三
- [0087] 测量 GH3128 高温合金中铝含量,在以下三台仪器上分别进行测量
- [0088] 采用 JY ULTIMA IIC 型电感耦合等离子体发射光谱仪,仪器的工作条件及分析线如下:入射功率 1050W;反射功率: $< 10W$ ;冷却气流量:15L/min;样品提升量:1.5mL/min;积分时间:5s;元素分析线:铝 394.40nm;内标分析谱线:钇 371.03nm。
- [0089] 采用 PE OPTIMA5300 型电感耦合等离子体发射光谱仪,仪器的工作条件及分析线如下:入射功率 1300W;反射功率: $< 10W$ ;冷却气流量:15L/min;样品提升量:1.5mL/min;积分时间:1 ~ 5s;元素分析线:铝 394.40nm;内标分析谱线:钇 371.03nm。
- [0090] 采用 TJA IRIS 型电感耦合等离子体发射光谱仪,仪器的工作条件及分析线如下:入射功率 1150W;反射功率: $< 10W$ ;冷却气流量:12L/min;样品提升量:1.5mL/min;积分时间:5s;元素分析线:铝 394.40nm;内标分析谱线:钇 360.07nm。
- [0091] (1)、在测定过程中所使用的试剂如下:
- [0092] (1.1)、盐酸,  $\rho$  约 1.19g/mL;分析纯以上;



- [0093] (1.2)、硝酸,  $\rho$  约 1.42g/mL;分析纯以上;
- [0094] (1.3)、氢氟酸: $\rho$  约 1.15g/mL;分析纯以上;
- [0095] (1.4)、酒石酸;分析纯以上;
- [0096] (1.5)、盐酸 II, 1+1。
- [0097] (1.6)、铝标准溶液 A:质量-体积浓度是 1.00mg/mL;称取 0.5000g 纯铝(质量分数不小于 99.95%),置于 250mL 烧杯中,加入 20~60mL 盐酸 II(1.5),低温加热溶解,待剧烈反应后,加入 1~5mL 硝酸(1.2),低温加热至溶解完全,冷却后移入 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
- [0098] (1.7)、铝标准溶液 B:质量-体积浓度是 0.10mg/mL。移取 20.00mL 铝标准溶液 A(1.6),置于 200mL 容量瓶中,加入 10~30mL 盐酸 II(1.5),用水稀释至刻度,摇匀。
- [0099] (1.8)、镍底液:10.0mg/mL。称取 10.0g 纯镍(质量分数不小于 99.95%)于 400mL 烧杯中,加入 20~60mL 水、20~60mL 硝酸(1.2),低温加热至溶解完全,冷却后移入 1000mL 容量瓶中,补加 20~80mL 硝酸(1.2),用水稀释至刻度,摇匀。
- [0100] (2)、取样和制样:分析用的试样按照 GB/T 20066 的要求进行取样和制样;
- [0101] (3)、分析步骤如下:
- [0102] (3.1)、试料:称取 0.10g 试样,精确至 0.0001g。
- [0103] (3.2)、制备试样溶液:将分析步骤(3.1)的试料置于 100mL 聚四氟乙烯烧杯或塑料烧杯中,加入 15mL 盐酸(1.1)、5mL 硝酸(1.2),低温加热至反应停止,加入 1.5mL 氢氟酸(1.3)、2g 柠檬酸(1.4),低温加热至溶解完全,冷却后移入 100mL 塑料容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。
- [0104] (3.3)、制备工作曲线溶液
- [0105] 按分析步骤(3.2)制备四个试剂空白溶液,分别移入 100mL 容量瓶中,根据试样中铝和镍的含量范围,分别在四个溶液中加入 0.00、1.00、2.00、3.00mL 铝标准溶液 B(1.7)、在四个溶液中均加入 6.0mL 镍底液(1.8),用水稀释至刻度,摇匀,作为工作曲线溶液;
- [0106] (3.4)、测量试液中铝的浓度:分别在三台电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,按选定的工作条件,依次测量工作曲线溶液中分析元素铝的强度,横坐标用工作曲线溶液中铝元素的含量、纵坐标用铝元素的强度绘制工作曲线,然后,测量试样溶液中铝元素强度,用铝元素的强度在工作曲线上查出相应铝元素的含量;
- [0107] (4)、计算测量结果,在 JY ULTIMA IIC 仪器上得到铝的含量为 0.053%、在 PE OPTIMA5300 仪器上得到铝的含量为 0.057%、在 TJA IRIS 仪器上得到铝的含量为 0.056%。
- [0108] 实施例四
- [0109] 测量 K405 高温合金中铝含量,在以下三台仪器上分别进行测量
- [0110] 采用 JY ULTIMA IIC 型电感耦合等离子体发射光谱仪,仪器的工作条件及分析线如下:入射功率 1050W;反射功率: $< 10W$ ;冷却气流量:15L/min;样品提升量:1.5mL/min;积分时间:5s;元素分析线:铝 394.40nm;内标分析谱线:钇 371.03nm。
- [0111] 采用 PE OPTIMA5300 型电感耦合等离子体发射光谱仪,仪器的工作条件及分析线如下:入射功率 1300W;反射功率: $< 10W$ ;冷却气流量:15L/min;样品提升量:1.5mL/min;积分时间:1~5s;元素分析线:铝 394.40nm;内标分析谱线:钇 371.03nm。
- [0112] 采用 TJA IRIS 型电感耦合等离子体发射光谱仪,仪器的工作条件及分析线如下:

入射功率 1150W ;反射功率 :< 10W ;冷却气流量 :12L/min ;样品提升量 :1.5mL/min ;积分时间 :5s ;元素分析线 :铝 394.40nm ;内标分析谱线 :钇 360.07nm。

[0113] (1)、在测定过程中所使用的试剂如下 :

[0114] (1.1)、盐酸,  $\rho$  约 1.19g/mL ;分析纯以上 ;

[0115] (1.2)、硝酸,  $\rho$  约 1.42g/mL ;分析纯以上 ;

[0116] (1.3)、氢氟酸 :  $\rho$  约 1.15g/mL ;分析纯以上 ;

[0117] (1.4)、柠檬酸 ;分析纯以上 ;

[0118] (1.5)、盐酸 II, 1+1。

[0119] (1.6)、钇内标溶液 :质量 - 体积浓度是 0.2mg/mL。称取 0.2540g 氧化钇 ( $Y_2O_3$ , 质量分数不小于 99.95%) 于 250mL 烧杯中, 加入 20 ~ 60mL 盐酸 II (1.5), 低温加热至溶解完全, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 补加 20 ~ 80mL 盐酸 II (1.5), 用水稀释至刻度, 摇匀。

[0120] (1.7)、镍底液 :质量 - 体积浓度是 10.0mg/mL。称取 10.0g 纯镍 (质量分数不小于 99.95%) 于 400mL 烧杯中, 加入 20 ~ 60mL 水、20 ~ 60mL 硝酸 (1.2), 低温加热至溶解完全, 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 补加 20 ~ 80mL 硝酸 (1.2), 用水稀释至刻度, 摇匀。

[0121] (2)、取样和制样 :分析用的试样按照 GB/T 20066 的要求进行取样和制样 ;

[0122] (3)、分析步骤如下 :

[0123] (3.1)、试料 :称取 0.10g 试样, 精确至 0.0001g。

[0124] (3.2)、制备试样溶液 :将分析步骤 (3.1) 的试料置于 100mL 聚四氟乙烯烧杯或塑料烧杯中, 加入 15mL 盐酸 (1.1)、5mL 硝酸 (1.2), 低温加热至反应停止, 加入 1.5mL 氢氟酸 (1.3)、2g 柠檬酸 (1.4), 低温加热至溶解完全, 冷却后移入 100mL 塑料容量瓶, 加入 2.00mL 钇内标溶液 (1.6), 用水稀释至刻度, 摇匀。

[0125] (3.3)、制备工作曲线溶液

[0126] 选择 GBW(E)010079 等镍基高温合金标准物质 (牌号为 DZ125, Al 的标准值为 6.03%), 按分析步骤 (3.2) 制备成一个工作曲线溶液。

[0127] 同时按分析步骤 (3.2) 制备试剂空白溶液, 移入 100mL 容量瓶中, 在容量瓶中加入 6.0mL 镍底液 (1.7), 加入 2.00mL 钇内标溶液 (1.6), 用水稀释至刻度, 摇匀, 作为另一个工作曲线溶液 ;

[0128] (3.4)、测量试液中铝的浓度 :分别在三台电感耦合等离子体原子发射光谱仪上, 按选定的工作条件, 依次测量工作曲线溶液中分析元素铝的强度和内标元素钇的强度, 横坐标用工作曲线溶液中铝元素的含量、纵坐标用铝元素的强度与钇元素的强度的比值绘制工作曲线, 然后, 测量试样溶液中铝元素和钇元素的强度, 用铝元素与钇元素的强度的比值在工作曲线上查出相应铝元素的含量 ;

[0129] (4)、计算测量结果, 在 JY ULTIMA IIC 仪器上得到铝的含量为 7.547%、在 PE OPTIMA5300 仪器上得到铝的含量为 7.550%、在 TJA IRIS 仪器上得到铝的含量为 7.560%。

[0130] 与现有技术相比, 本发明的优点是 :分析方法测定范围宽, 测量下限为 0.05%, 测量上限为 7.5%, 该方法测量快速, 操作简便, 节约了大量人力和物力。