

文章编号:1000-7571(2003)03-0028-03

ICP-AES 法测定钼铁中 Mo, Si, Cu, Sb, Sn

成 勇*, 肖 军, 宁燕平, 胡金荣

(攀枝花钢铁研究院, 四川攀枝花 617000)

摘 要:以电感耦合等离子体光谱法(ICP-AES)直接同时进行钼铁中基体元素 Mo 和微量杂质元素 Si, Sb, Sn, Cu 的测定。试验了元素的干扰情况, 优化了仪器工作条件, 采用钷内标校正与同步背景校正、K 系数校正相结合的方法消除基体及试液进样的物理化学影响干扰。精密度、回收率、检出限、标准样品分析对照均取得了满意的结果。

关键词:ICP-AES; 钼铁合金; 钼; 微量元素

中图分类号:O657.31 **文献标识码:**A

钼铁广泛应用于冶炼结构钢、耐热钢、耐酸钢及工具钢, 传统分析方法采用光度法测 Sb, 极谱法测 Sn, 重量法测 Si, 原子吸收法或萃取光度法测定 Cu, 乙酸铅或 8-羟基喹啉重量法测 Mo^[1], 干扰影响大, 分析流程长, 且不同元素必须采用不同的测定方法。过去 ICP-AES 法多用于测定微量元素, 为发挥现代 ICP 光谱仪优良的性能, 本文建立了 ICP-AES 直接同时测定钼铁中主量和微量杂质元素的分析方法, 方法简便易行、快速准确, 能替代原有的化学分析方法。

1 实验部分

1.1 主要试剂

Cu, Si, Sn, Sb (光谱纯) 标准储备溶液: 1.00mg/mL, 按常法配制; Y₂O₃ (高纯) 标准溶液: 0.010mg/mL; Sn, Al, Cu, Zn, Ti, Fe, Cr, Mg, Ni, Mo, V, Si, P, Co, Se, Cd, As, Sb, Pb, Mn, Be, Ca, B 等 24 个元素混合标准溶液: 均为 20μg/mL; MoO₃ (光谱纯); GBW01504-1 (高纯铁); HCl, HNO₃ (优级纯)。

二次水: 蒸馏水经三组交替的强阴阳离子交换柱交换后使用。

1.2 仪器及工作参数

IRIS/HR 型全谱直读等离子体光谱仪 (美国热电公司)。

工作条件: 见表 1。

表 1 ICP-AES 最佳工作条件

Table 1 Optimum working condition for ICP-AES

功率(W) Source power	载气流量(L/min) Flow capacity of carrying gas	辅助气流量(L/min) Flow capacity of auxiliary	泵速(r/min) Pump speed
1150	0.75	1.0	125

1.3 实验方法

称取 0.2000g 钼铁试样于 250mL 锥形瓶中, 加入 25mL HNO₃ (2+3), 低温溶解大部分试样后, 加入 10mL HCl (1+1) 加热溶解, 煮沸至溶液冒均匀大气泡即可, 取下冷却至室温后移入 250mL 容量瓶中, 加入浓度为 10μg/mL 的 Y₂O₃ 标液, 用二次水稀释定容。于选定的工作条件下, 采用铁的质量分数为 25%~50% 的系列标准溶液绘制工作曲线, 进行样品分析测定。

测定范围: $w_{Mo} (\%) 50 \sim 75$; $w_{Si} (\%) 0.01$

~ 1.5 ; $w_{Sb}, w_{Sn}, w_{Cu} (\%) 0.01 \sim 0.5$ 。

2 结果与讨论

2.1 干扰试验

通常钼铁中各元素的质量分数: Si, Sn, Sb, Cu < 1%; Mo 50%~70%; Fe 30%~50%。为直接同时测定试样中基体和微量杂质元素, 根据含量范围和共存元素间谱线干扰情况^[2], 初选了各元素的分析谱线。分别用 5μg/mL 的 Si, Sn, Sb, Cu 标液、24 个元素混合标液以及 1mg/mL 的纯钼、

收稿日期: 2002-07-11

作者简介: 成 勇 (1968-), 男 (汉族), 四川泸州人, 工程师。

纯铁标液对各元素分析谱线进行描述。从扫描获得的各分析谱线局部光谱图(如图 1)可见:在 Sn, Sb, Cu 的分析谱线积分窗口内,基体元素 Mo, Fe 均不产生波峰,因其强度信号为平直直线,虽略高于微量元素分析谱线的背景基线,采用同步背景校正可消除对其杂质元素测定的影响;Mo 分析线不受 Fe 和其他杂质元素的影响;待测杂质元素纯标液和混合元素标液扫描峰位重合一致,这 20

几种可能共存的元素对测定无影响;虽然 Mo 在 Si 的 288.156nm 两侧均产生波峰,但能与 Si 线的积分测定区域清晰分开,且因同时准确测定了 Mo 的含量,采用 K 系数(干扰因子校正)法结合同步背景校正(需延伸 Si 线积分窗口宽度,避开 Mo 波峰,在其基线较平直处选择扣背景点)来消除钼的影响。

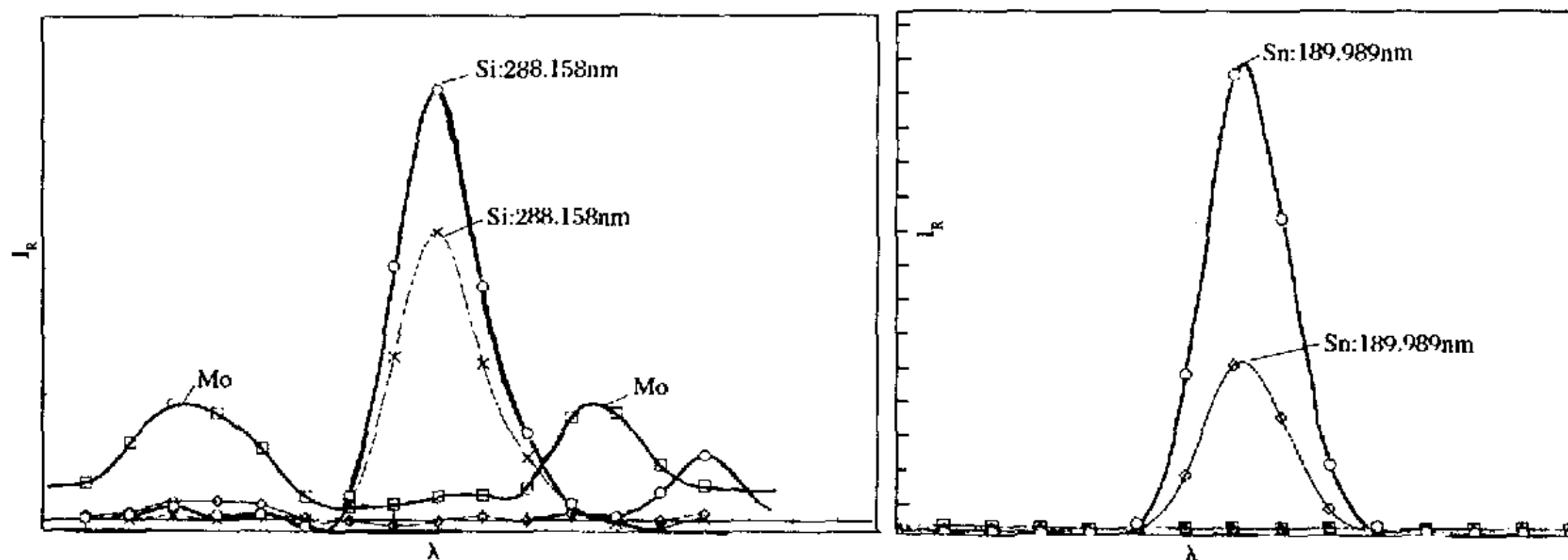


图 1 部分分析线的光谱图

Fig. 1 Spectrogram of partial analysis lines

“○”:24 种元素混合标液;“X”:5μg/g 的 Si 元素纯标液,1mg/mL 的纯铁标液;“□”:1mg/mL 的纯钼标液;
“◇”:5μg/g 的 Sn 元素纯标液。

2.2 分析波长和内标线

根据上述干扰试验情况选定了元素的分析波长,由于 IRIS/HR 型光谱仪在测定过程中对落在 CID 检测器不同位置的分析波长分别进行高波段

(λ>260nm)和低波段(λ<260nm)两次积分检测,所以用 360.073nm 的 Y 内标线对 λ>260nm 的分析线以及 224.306nm 的 Y 内标线对 λ<260nm 的分析线分别进行校正。

表 2 各元素的分析波长和背景校正点

Table 2 Analysis wavelength of all elements and background correction point

元素 Element	波长 (nm) Wavelength	左背景校正点 (坐标点) Left background correction point	右背景校正点 (坐标点) Right background correction point	积分区域中心宽度 (坐标点) Center width of integration area
Si	288.158	1	27	2
Sn	189.989	2	12	1
Cu	327.396	1	12	2
Sb	217.581	2	12	1
Mo1	203.844	3	13	3
Mo2	281.615	3	14	3
Y1	224.306	3	12	2
Y2	360.073	1	12	1

注:除硅分析线的积分窗口宽度为 0~29 坐标点外,其余元素积分窗口宽度均为 0~14 坐标点。

2.3 精密度和微量元素检出限

对同一个钼铁试样分别进行 8 次分析测定,计算其相对标准偏差。对用质量分数为 65% Mo

和 35% Fe 打底并按试样相同操作处理而成的基体空白溶液平行测定 10 次,其 3 倍标准偏差为方法的微量元素理论检出下限,见表 3。

表 3 相对标准偏差和检出限
Table 3 Relative standard deviation limit and detection limit

元素	测定平均值	相对标准偏差*	检出限**
Element	Average	RSD	Detection limit
Si	0.25	1.98	0.0072
Sn	0.014	2.32	0.0022
Cu	0.361	0.48	0.0016
Sb	<0.01	2.98	0.0057
Mo1	63.29	0.81	-
Mo2	63.35	0.65	-

* :n=8; ** :n=10.

从表 3 可知:主体元素和微量元素的相对标准偏差分别小于 1% 和 3%。采用内标校正法,使得主体元素 Mo 的测定获得良好的精密度,且微量元素检出限低,可满足钼铁中基体和微量元素同时测定的需要。

2.4 回收率

为评估方法准确性,用两个实际钼铁试样进行加标回收率试验,结果见表 4。

表 4 回收率试验
Table 4 Recovery examination

元素	测得值	加入量	测得值	回收率	元素	测得值	加入量	测得值	回收率
Element	Found	Added	Found	Recovery	Element	Found	Added	Found	Recovery
Si	0.355	0.100	0.450	95.0	Si	0.279	0.100	0.375	96.1
Sb	0.0165	0.0100	0.0271	106.0	Sb	0.0251	0.0100	0.0346	95.0
Sn	0.0102	0.0100	0.0202	100.0	Sn	0.0480	0.0100	0.0590	110.0
Cu	0.0630	0.0100	0.0727	97.0	Cu	-	-	-	-
Mo1	55.77	10.0	65.80	100.3	Mo1	57.87	5.0	62.83	99.2
Mo2	55.90	10.0	66.03	101.3	Mo2	57.70	5.0	62.80	102.0

由表 4 中可见:微量元素回收率为 95% ~ 110%,基体元素加标回收率为 99% ~ 102%,说明本方法具有较好的准确度。

3 样品分析

应用本方法对钼铁标准样品进行分析测定,测定值与标准值吻合,见表 5。

表 5 分析结果对照

Table 5 Contrast of analytical results

元素	标样 GBW1423		标样 BH0314-1		标样 BH0314-2		标样 BH0314-3	
	Reference sample GBW1423		Reference sample BH0314-1		Reference sample BH0314-2		Reference sample BH0314-3	
	测定值	标准值	测定值	标准值	测定值	标准值	测定值	标准值
Element	Found	Certified	Found	Certified	Found	Certified	Found	Certified
Si	0.215	0.23	0.278	0.29	0.681	0.670	0.438	0.450
Cu	0.170	0.177	0.136	0.140	0.180	0.178	0.188	0.191
Mo1	62.87	62.76	58.34	58.40	59.12	59.16	59.98	60.09
Mo2	62.83	62.76	58.53	58.40	59.30	59.16	60.15	60.09

参考文献:

- [1] 冶金工业部信息标准研究院标准研究部. 钢铁及铁合金化学分析方法标准汇编[M]. 北京:中国标准出版社,1998.69.
[2] R K Winge, V A Fassel, V J Peterson, M A Floyd. 电感耦合等离子体发射光谱图册[M]. 1986.

Simultaneous determination of Mo, Si, Cu, Sb and Sn in Mo-Fe alloy by ICP - AES

CHENG Yong, XIAO Jun, NING Yan-ping, HU Jin-rong
(Pan-zhi-hua Iron & Steel Research Institute, Pan-zhi-hua 617000, China)

Abstract: A method for simultaneous determination of micro amounts of silicon, copper, antimony, tin and matrix molybdenum in the molybdenum-iron alloy was proposed. The operating condition of the instrument was optimized. Yttrium as the element of internal standard was used to correct physical and chemical interferences caused by sampling. The interferences of coexisting elements and matrix effects were eliminated by the background correction and coefficient correction. RSD, detection limits for trace elements and contrast of analytical results were discussed. The results were satisfactory.

Key words: ICP - AES; molybdenum-iron alloy; molybdenum; micro amounts of elements