

铍试剂Ⅲ分光光度法测定硅锰合金中硼含量

周富强

(贵州出入境检验检疫局技术中心, 贵州贵阳, 550004)

摘要 硅锰试样经高温马弗炉熔样提取后, 使用 BaCO_3 沉淀分离, 进一步提高酸度, 降低干扰离子的影响, 少量的金属离子可以使用 EDTA 掩蔽, 硼则形成可溶性偏硼酸钡留在溶液中, 在 pH 为 4.2 乙酸-乙酸钠的酸性条件下, 硼与铍试剂Ⅲ形成紫色络合物, 在波长为 567nm 处测定其吸光度, 其线性相关系数为 0.9999, 检出限为 1.2 $\mu\text{g/g}$ 。

关键词 铍试剂Ⅲ 分光光度法 硅锰合金 硼含量

中图分类号 O657.32 **文献标识码** B **文章编号** 1008-9411(2007)05-0031-02

1 前言

硅锰合金用途很广, 炼钢时可用作复合脱氧剂、脱硫剂、合金剂和生产低碳锰铁作还原剂, 是炼钢过程的重要原料, 在我过工业生产中占有十分重要的地位, 是贵州省的重要出口商品, 每年出口量都很大, 价格呈逐年增长的趋势, 许多外商除了对常规元素检测需求外, 还增加了对硼的检测指标, 给企业和监管部门都提出了更高的要求, 因此, 研究并拟订此方法, 在提升实验室检测水平的同时, 积极地为企业把关服务, 提高产品质量, 扩大出口。

2 实验部分

2.1 设备与试剂

- (1) 7230G 型分光光度计
- (2) ICP 等离子发射光谱仪
- (3) 硼标准溶液 2 $\mu\text{g/mL}$
- (4) 0.04% 铍试剂Ⅲ水溶液
- (5) 无水乙醇 99.7%
- (6) 氢氧化钠(优级纯)
- (7) EDTA 5% 的水溶液
- (8) 浓氨水
- (9) 碳酸钡(优级纯)
- (10) Al、Ti、Te、Si、Mn 标液
- (11) pH4.2 的乙酸-乙酸钠溶液——取 180g 醋酸钠, 用水溶解后转入到 2000mL 容量瓶中, 加入 190mL 冰乙酸, 用水稀释到刻度, 摇匀。

2.2 标准曲线

在 50mL 石英容量瓶中, 分别加入硼标准溶液 0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL, 并依次加入乙酸-乙酸钠溶液 10mL、EDTA 5mL、无水乙醇 5mL、铍试剂Ⅲ 4mL, 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 24h 以上, 于 567nm 处, 1cm 比色皿, 以试剂空白作参比测量吸光度, 绘制标准曲线。

2.3 实验方法

准确称取 0.2g 硅锰试样于银坩锅中, 加入 2g 氢氧化钠, 置于高温炉中逐渐升温到 700 $^{\circ}\text{C}$, 熔融半个小时后取出, 用 30mL (2+1) 的盐酸提取, 转移到塑料烧杯中, 微沸取下, 用浓氨水调 pH 至微酸性, 用糊状碳酸钡中和至红色沉淀出现, 再加浓氨水调 pH \approx 10, 冷却定容到 100mL 的石英容量瓶, 干过滤 25mL 溶液到 50mL 石英容量瓶中, 以下过程同标准曲线步骤一致。

3 结果与讨论

3.1 干扰试验

由于硅锰样品中的 Al、Ti、Te、Si、Mn 五种主要离子会干扰测定, 故应尽量排除掉, 减少它们的含量到最低, 较低的含量可以用 EDTA 来掩蔽, 本法作条件试验, 找出了 5 种元素在与试验同等条件下会对 B 测定产生干扰的临界点, 来进一步验证方法的准确性。

在一组都准确加有 4 μg 硼标液的 50mL 石英容量瓶中, 方法与标准曲线测试条件完全一致:

表 1 Al 的干扰试验

Al 加入量/ μg	0.2	0.3	0.4	0.5	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0
吸光度值	0.548	0.548	0.548	0.550	0.557	0.579	0.597	0.631	0.656

从表中得知: Al 的干扰临界值为: 0.5mg。

表 2 Ti 的干扰试验

Ti 加入量/ μg	10	20	30	40	70	100	300	500	700
吸光度值	0.548	0.548	0.552	0.555	0.561	0.571	0.604	0.631	0.656

从表中得知: Ti 的干扰临界值为: 30 μg (0.03mg)

表 3 Fe 的干扰试验

Fe 加入量/ μg	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.9	1.0	3.0
吸光度值	0.548	0.548	0.548	0.554	0.558	0.563	0.574	0.582	0.616

从表中得知:Fe 干扰临界值为:0.4mg。

表4 Mn 的干扰试验

Mn加入量/mg	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	1.0	3.0
吸光度值	0.548	0.548	0.548	0.548	0.559	0.562	0.574	0.662

从表中得知:Mn 的干扰临界值为:0.5mg。

表5 Si 的干扰试验

Si加入量/mg	1	2	3	4	5	6	8
吸光度值	0.548	0.548	0.548	0.554	0.560	0.580	0.611

从表中得知:Si 的干扰临界值为:4mg。

3.2 试液杂质情况分析

由于没有含B的硅锰标样,本法采用成分类似的硅铁标样,在相同熔样条件下试样主要杂质均低于试验干扰值,故用硅铁来验证方法的准确性。

表6 ICP 测定沉淀分离后硅锰和硅铁试液的含量与干扰值的比较情况

	Al/mg	Ti/mg	Fe/mg	Si/mg	Mn/mg	结论
硅锰试液中杂质含量	0.0003	0.0007	0.0007	0.100	0.35	
硅铁 14601 试液中杂质含量	0.0003	0.0003	0.0026	0.64	0.054	
硅铁 14602 中试液杂质含量	0.0005	0.0002	0.0019	0.72	0.026	均不干扰测定
试验临界干扰值	0.5	0.03	0.4	4	0.5	
ICP 测定值与临界干扰值比较	远小于	远小于	远小于	小于	小于	

3.3 铍试剂Ⅲ分光光度法与 ICP 测定结果的比较

表7 铍试剂Ⅲ分光光度法与 ICP 测定结果的比较

比色法测定结果%	ICP 测定结果%	备注
硅锰试样 0.0080	0.0079	
硅铁 14601	0.0028 0.0027	0.0028%(理论值)
硅铁 14602	0.0030 0.0031	0.0032%(理论值)

3.4 曲线线性方程

分别移取 0.00、0.50、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL 的 2 μ g/mL 硼标液到一组 50mL 石英容量瓶中,按

试验方法测量吸光度,得到回归曲线方程为:

$$A=0.044C+0.46 \quad \text{相关系数 } r=0.9999.$$

可见在测量范围内,浓度与吸光度呈良好线性关系。

3.5 精密度试验

按实验方法对硅锰式样溶液进行 10 次平行测定,结果见下表,说明本方法的精密度良好。

表3 硅锰式样溶液进行 10 次平行测定结果 (n=8)

测定值(μ g/mL)	平均值(μ g/mL)	标准偏差	RSD%
0.079 0.082 0.081 0.080	0.080	0.0023	0.03
0.078 0.076 0.079 0.083			

3.5 加标回收试验

表4 加标回收试验结果

样品值 (μ g)	加入量 (μ g)	测定值 (μ g)				平均值 (μ g)	回收率 (%)
	1.0	2.40	2.41	2.43	2.38	2.40	102.1
1.35	2.0	3.32	3.35	3.36	3.32	3.34	99.7
	3.0	4.25	4.29	4.28	4.28	4.28	98.4
	4.0	5.42	5.43	5.40	5.42	5.42	101.3

4 结论

采用铍试剂Ⅲ分光光度法测定硅锰合金中的硼含量,标准曲线线性良好,灵敏度高,精确度好,操作也比较简便,能满足实验要求。

参考文献

- [1] 无机化学,上册[M].北京:高等教育出版社.
- [2] 岩石矿物分析,第一册[M].北京:地质出版社.

(收稿日期 2007-07-22)

作者简介

周富强,男,助理工程师,2001年毕业于贵州大学化学系应用化学专业,在贵州出入境检验检疫局综合技术中心工

Spectrophometric Method For Analysis Boron Content in Silicomanganese

Zhou Fuqiang

(Guizhou EntryExit Inspection and Quarantine Technical Center)

Abstract: Sample can liquate in the stove with high temperature, using BaCO₃ settle and separate the liquor, the little metle particle can be screened by EDTA, in pH=4.2 medium, boron and beryllium agent Ⅲ will come into being a stable purple complex, at 567nm determine the absorption, the correlation coefficient is 0.9999, the detection limit of the proposed method is 1.2 μ g/g.

Key words: Beryllium Agent Ⅲ; Spectrophometric; Boron Content; Silicomanganese