

ICP—AES 测定铝锰铁中 Si、Mn、P、Al、Cu、Fe

攀枝花钢铁有限公司钢铁研究院检测中心 成 勇
四川省冶金情报标准研究所 康 斌

TF1 B

【摘要】 运用以电荷注射阵列检测器(CID)、中阶梯光栅为分光系统的全谱直读等离子体光谱仪,采用以钇作为内标元素的内标校正法,直接同时测定铝锰铁合金中基体元素 Mn、Al、Fe 和微量杂质元素 Si、P、Cu。试验了基体元素相互之间以及基体元素对微量杂质元素的干扰影响情况,优选了适宜的仪器测定参数和分析谱线以及内标校正线,通过正确选取同步背景校正点,消除基体的影响。并进行了实际样品的分析对照、精密度等试验,均取得了满意结果。

【关键词】 ICP—AES CID 铝锰铁

1 前言

铝锰铁合金在炼钢工艺中作为一种新型脱氧剂和合金元素添加剂,由于其具有脱氧效率高,合金元素回收率好,用于代替纯铝,硅锰、锰铁合金,能够缩短冶炼周期,提高劳动效率,降低生产成本。近年已经在冶金行业得到广泛应用。对于铝锰铁合金的质量检测,现一般均采用光度法测定 Si、P,容量法测定 Mn、Al、Fe,火焰原子吸收法或萃取光度法测定 Cu。这些分析方法手续繁琐,共存元素干扰严重,不同元素必须采用不同的测定方法。而本文的测定方法充分运用电荷注射阵列检测器(CID)与中阶梯光栅交叉二维分光系统相结合组成的全谱直读等离子体光谱仪独特的性能,采用内标法和同步背景校正法,避免光谱干扰和其它因素的影响,直接同时测定铝锰铁中基体和微量杂质元素 Si、Mn、P、Al、Cu、Fe,取得了较好的结果,大大缩短了分析周期,降低了人力物力消耗。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

美国 TJA 公司 IRIS/HR 型全谱直读等离子体光谱仪及专用软件,中阶梯光栅,二维阵列(CID)检测器,玻璃同心雾化器,旋流雾

室。

2.2 试剂

2.2.1 HCl:分析纯;HNO₃:分析纯:蒸馏水

2.2.2 KH₂PO₄、CuO、SiO₂,并且分别配制成各元素浓度为 1mg/ml 的标准储备溶液:高纯 Y₂O₃ 并配制成 0.1mg/ml 标液。

2.2.3 高纯 Fe GBW01504-1,高纯 Al, MnO₂。

3 实验与讨论

3.1 元素谱线干扰及分析波长和内标线的选择

通常铝锰铁中各元素含量范围:Si、P、Cu < 1%; Mn = 20 ~ 40%; Al = 15 ~ 30%; Fe = 40% 左右。基体比较复杂,为直接同时测定试样中基体和微量杂质元素,根据元素含量范围和共存元素间干扰情况而初选了各个元素的分析波长⁵。以纯水、5ppm 的 Si、P、Cu 混标及 1mg/ml 的纯铝、纯铁、纯锰标液进行基体之间以及基体对微量杂质元素的干扰试验。从扫描获得的各分析谱线局部阵列图可见:在 Si、P、Cu 的分析谱线积分窗口内,基体元素均无波峰出现,且基体元素谱线与纯水和微量元素分析谱线的背景基线完全重合,

说明基体的背景信号强度对分析测定无影响;还可见各个基体元素也不受其他共存基体元素的影响。试验证明了初选的分析谱线完全可满足测定的需要。

根据上述试验,选定了各元素的分析谱线和背景校正点以及所参考的内标校正谱线,见表1。

表1 各元素的分析谱线和背景校正点及内标线

元素	内标校正线 Y(mm)	分析波长 (mm)	级次	扣背景点(pixel)		检测宽度 (pixel)
				左边	右边	
Si	224.306	251.612	133	4	13	3
P	224.306	213.618	157	3	/	1
Cu	360.073	324.754	103	2	/	3
Al	360.073	396.152	85	1	14	3
Mn	360.073	293.306	114	3	14	3
Fe	224.306	259.837	129	1	12	2
Y	/	224.306	150	3	12	2
	/	360.073	93	1	12	1

备注:表中的符号"/"表示在该侧不选背景校正点,各谱线窗宽均为15 pixel,高为3 pixel。

3.2 分析参数与标准曲线

3.2.1 经仪器分析参数的最优化试验,最后选择的分析条件见表2。

表2 仪器分析测试条件

功率 (W)	频率 (MHz)	雾化压力 (PSI)	试液提升量 (ml/min)	辅助气流量 (L/min)	积分时间(S)	
					波长大于 260nm	波长小于 260nm
1150	27.12	29	2.6825	1.0	5	10

3.2.2 标准工作曲线的绘制

根据表3所列各元素的含量关系,计算并称取高纯 Fe、Al、MnO₂^{2.2.3}于锥形瓶中,加入适量盐酸加热溶解完全并滴加硝酸氧化,冷却至室温后转移至容量瓶中,再分别移取 Si、P、Cu、Y 元素的标准储备溶液^{2.2.2}于容量瓶中,然后补加盐酸保证盐酸浓度最终为10%,用蒸馏水^{2.2.1}稀释定容即可。

所制作的工作曲线线性良好。

3.3 试样的处理及测定

称0.1000g试样于250ml锥形瓶中,加入20ml(1+1)HCl,加热溶解完全后用滴管加入一管浓HNO₃氧化煮沸至溶液冒均匀大气泡即可,取下冷却至室温后移入100ml容量瓶中,移取浓度为100ppm的Y标液^{2.2.3}1ml后定容、摇匀;按上述选定的分析参数进行测试。

表3 工作曲线中各元素的含量

元素	Si (%)	P (%)	Cu (%)	Al (%)	Mn (%)	Fe (%)	内标 Y(ppm)
Blank	0.05	0.01	0.01	15	25	30	1
STD1	0.1	0.05	0.05	20	30	35	1
STD2	0.5	0.1	0.1	25	35	40	1
HighSTD	1.5	0.5	0.5	30	40	45	1

备注:其中“Blank”和“HighSTD”分别作为工作曲线校正低点和高点,“STD1”和“STD2”分别表示工作曲线上的两个中间点。

3.4 方法的精密度

对一个铝锰铁试样按3.3的试样处理及测定方法分别独立进行8次测定,计算出的相对标准偏差就是本方法的精密度,见表4。

表4 方法的精密度(n=8)

元素	测定平均值	RSD(%)	元素	测定平均值	RSD(%)
Si	0.775%	0.910	Al	21.87%	0.989
P	0.085%	2.315	Fe	38.95%	0.720
Cu	0.029%	1.879	Mn	32.17%	1.031

从表4可知:相对标准偏差均小于3%,说明通过采用内标校正法,获得了较好的重现性,方法具有良好的精密度,可满足铝锰铁中基体和微量元素同时测定的需要。

3.5 分析结果对照试验

用本方法(ICP-AES法)对铝锰铁样品进行实际分析测试,将测定值与用其他分析方法测得的结果进行比较,其对照结果列于表5。

从表中分析结果可知:在检测范围内应用本方法可获得良好的分析结果,实际分析结果可靠。

表 5 分析结果对照

元素	铝锰铁试样 1 (%)				铝锰铁试样 2 (%)			
	测定值	分析方法	测定值	分析方法	测定值	分析方法	测定值	分析方法
Si	0.895	ICP-AES	0.890	重量法	0.831	ICP-AES	0.835	重量法
P	0.093	ICP-AES	0.092	光度法	0.065	ICP-AES	0.067	光度法
Cu	0.094	ICP-AES	0.095	原子吸收法	0.032	ICP-AES	0.030	原子吸收法
Al	22.15	ICP-AES	22.18	络合滴定	25.60	ICP-AES	25.62	络合滴定
Mn	31.30	ICP-AES	31.27	氧化还原滴定	33.48	ICP-AES	33.45	氧化还原滴定
Fe	39.85	ICP-AES	39.90	氧化还原滴定	40.12	ICP-AES	40.10	氧化还原滴定
元素	铝锰铁试样 3 (%)				铝锰铁试样 4 (%)			
	测定值	分析方法	测定值	分析方法	测定值	分析方法	测定值	分析方法
Si	0.751	ICP-AES	0.760	重量法	1.21	ICP-AES	1.21	重量法
P	0.094	ICP-AES	0.095	光度法	0.125	ICP-AES	0.127	光度法
Cu	0.034	ICP-AES	0.034	原子吸收法	0.107	ICP-AES	0.110	原子吸收法
Al	24.65	ICP-AES	24.69	络合滴定	20.35	ICP-AES	20.41	络合滴定
Mn	35.35	ICP-AES	35.37	氧化还原滴定	30.89	ICP-AES	30.94	氧化还原滴定
Fe	38.78	ICP-AES	38.82	氧化还原滴定	39.45	ICP-AES	39.49	氧化还原滴定

4 结语

本方法充分运用以 CID 作检测器的 IRIS/HR 全谱直读等离子体光谱仪的性能特点,直接同时测定铝锰铁中主量和微量元素,可能存在的干扰因素少,适应性强度,操

作简便快速,分析周期短,消耗资源量少,结果可靠,重现性好,能够满足试样测定的需要。

参考文献

- 1.《电感耦合等离子体发射光谱图册》.中国光学学会光谱学会,1986年

(上接第 54 页)

是指将案卷本身删除,而案卷下的文件记录仍然保留并被移动到案卷所在的档案库的未组卷的文件夹下。

SEAS 2000-AMS 5.0 系统对于档案的销毁操作专门提供了管理机构,不仅可以管理电子档案,而且对实物档案的管理也有效。

对于电子档案的销毁,不需要用户进行任何操作,由系统自动维护,如当用户销毁了某一案卷后,将在当前年度的销毁库中加入了一条相应的记录,以记录其销毁的信息,如销毁人、销毁日期、销毁原因等。对于实物档案的销毁,由系统管理员手工填写记录即可。

在 SEAS 2000-AMS 5.0 客户端的主界面中,从“档案管理”菜单中选择“拆卷”或“销

毁档案”,即可以实现案卷的拆除或销毁。案卷的销毁是指案卷及其下属的文件记录全部被移动到一个特殊的表中并变为不可见,管理员可以恢复这些案卷或将它们从数据库中彻底清除。系统将自动记录销毁过程,并保存在销毁库中,管理员可以通过销毁库对案卷的销毁原因及销毁人进行检查,也可以还原被销毁的案卷。

SEAS 2000-AMS 5.0 提供了较为方便的报表输出功能,很容易将各种清单输出到打印机或保存到文件中。可打印的清单包括案卷清单、文件清单、原件清单、借阅记录清单、销毁记录清单,以及检索和统计得到的结果等。