

文章编号:1000-7571(2004)03-0079-02

## ICP-AES 法快速测定钼铁中锡锑硅铜

王丽君,杜建民,苗国玉,胡述戈,王琦  
(安阳钢铁集团公司技术质量处,河南安阳 455004)

中图分类号:O657.31 文献标识码:B

钼铁中锡、锑、硅和铜等杂质元素的分析,按国家标准方法<sup>[1]</sup>须经过复杂的化学处理,再采用相应的分析方法测定,分析过程长,应用试剂多。锡、锑的质量分数为 0.005%~0.008%时,允许差为 0.003%,准确度差,远不能满足高附加值钢对高纯原材料杂质分析的要求。本文应用 ICP-AES 法测定钼铁中主要杂质元素,能准确、快速地测定钼铁中锡、锑、硅、铜 4 种杂质元素。

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器、测定条件和试剂

IRIS-1000 全谱电感耦合等离子体发射光谱仪(TJA 公司)。工作条件为:

高频功率 1 350 W;冷却气流量 14 L/min;辅助气流量 0.5 L/min;雾化器压力 206.8 kPa;溶液提升量 2.45 L/min;积分次数 3 次;积分时间 20 s。

分析线波长见表 1。

表 1 元素分析线波长

Table 1 Wavelength of analytical line for determined elements

元素 Element	Sn	Sb	Si	Cu
分析线波长(nm) Wavelength of analytical line	206.8	189.9	288.1	234.7

Sn, Sb, Cu, Si 标准溶液:常规法配制,其中 Sn 质量浓度为 50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,配制系列时逐级稀释。

所用盐酸、硝酸等均为分析纯。水为二次去离子蒸馏水。

#### 1.2 实验方法

1.2.1 分析溶液制备:称取 0.250 0 g 样品,置于 100 mL 两用瓶中,加入 10 mL 硝酸(1+3),加热溶解,待样品完全溶解后,加入适量 Sn 标准溶液,使锡的质量分数为 0.05%,冷却至室温,用水稀

释至刻度,摇匀。作为上机测试溶液。

1.2.2 工作曲线绘制:采取与样品溶液相匹配的 Mo-Fe 基体溶液,配制成含 Sn, Sb, Cu, Si 的标准系列。其中,Sn, Sb 的质量分数分别为 0.025%, 0.05%, 0.075%, 0.1%; Cu 的质量分数分别为 0.05%, 0.1%, 0.2%, 0.25%; Si 的质量分数分别为 0.2%, 0.4%, 0.6%, 0.8%。酸度与样品溶液一致。在上述工作条件下,绘制工作曲线。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 分析线的选择

Sn 元素的两条最灵敏线是 Sn 线(189.9 nm)和 Sn 线(293.8 nm),其中 Sn 线(189.9 nm)附近没有主体元素钼和铁的干扰,是一条较为理想的线。Sn 线(293.8 nm)附近有主体元素 Fe 线(283.9 nm)的干扰,但是本试验所用仪器有较高的分辨率,可保证分析线与干扰线很好地分离。同样 Sb(206.8 nm)和 Sb(231.1 nm)是两条最灵敏线,都能作为分析线,使用时可根据具体情况选择。

#### 2.2 称样量的选择

当样品中 Sn, Sb 含量较低时(0.00x%),为了增加信号强度,提高测定准确度,采用增量法进行测定。即在溶解完毕的样品中加入锡、锑标准溶液,使锡、锑的质量分数均为 0.05%,上机测试后,用差减法得出样品中 Sn, Sb 的实际含量。试验表明,称样量为 0.250 0 g,信号强度较高,同时样品溶解也完全。故选用此称样量。

#### 2.3 仪器高频功率的选择

高频功率变化对谱线强度影响较大,功率增大,谱线强度增加<sup>[2]</sup>。因 Sn, Sb 均为难电离元素,且最灵敏线信号强度较低,本法选用功率为

收稿日期:2002-04-2

1 350 W。

分析结果与标准值很吻合(见表 2)。

#### 2.4 分析结果对照

用 GBW01423 标样按实验方法进行操作,其

表 2 样品分析结果对照

Table 2 Comparison for analytical results of samples

$n = 5, w / \%$

样品号 Sample No.	Si			Cu			Sn			Sb		
	测得值	标准值	RSD(%)	测得值	标准值	RSD(%)	测得值	标准值	RSD(%)	测得值	标准值	RSD(%)
GBW01423	0.231	0.230	5.94	0.180	0.177	5.15	0.0016	0.0014	7.14	0.0034	0.0035	2.53

#### 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(上)[M]. 北京: 中国标准出版社, 1999. 258.
- [2] 陈新坤. 电感耦合等离子体光谱法原理和应用[M]. 天津: 南开出版社, 1987.