

ICP-AES 法测定生铁中硅锰磷钒钛

许样红 王桂群
(马钢股份有限公司技术中心)

摘 要:介绍了用全谱直读等离子体发射光谱法同时测定生铁中 Si、Mn、P、V、Ti 的方法。根据试样中硅含量高低,研究了试样的溶解方法,选用无明显干扰的谱线作分析线,采用与试样组成相似的标准物质绘制工作曲线,标准物质测定结果与标准值相符,用湿法对照未知试样,仪器值与湿法值相吻合。

关键词:生铁成份;测定;ICP-AES 光谱法

中图分类号:O657.3

文献标识码:B

文章编号:1009-5683(2004)12-0051-02

生铁中 Si、Mn、P、V、Ti 通常采用容量法或分光光度法分别测定,测定步骤繁琐,周期长。ICP 光谱仪具有多元素、多谱线(同一元素)同时测定的功能。用它来测定生铁成份,方便快捷,准确性好。通过实验,选择无明显干扰的两条或一条谱线,同时测定生铁中的组份。

为提高测量的准确度,采取两个措施。一是根据试样中 Si 含量高低选择溶样方法,当试样中 Si 小于 2% 时,用 1+3 王水 30mL,低温加热溶解;当试样中 Si 大于 2%,用 1+17 硫酸 30mL,加硝酸 1.0mL,盐酸 1.0mL,低温加热溶解;二是选择多条谱线测定同一元素,采用与试样组份相近的标准物质绘制工作曲线,用标准物质和不同方法检验,结果令人满意。

1 实验部分

1.1 主要仪器及工作条件

光谱仪。美国 Thermo 公司 IRIS Intrepid II 型垂直全谱直读等离子光谱仪。固体检测器(CID),波长范围 165~1 065nm,中阶梯光栅,分辨率 0.005nm(200nm 处),玻璃同心雾化器,高效旋流雾室,486 计算机,TEVA1.4.2 软件。

工作条件见表 1。

表 1 工作条件

功率/W	频率/MHz	雾化器压力/MPa	低波积分时间/s	高波积分时间/s	辅助气压力/MPa	提升量/mL·min ⁻¹
1150	27.12	2.07	17	5	0.07	1.78

1.2 试剂

硫酸 1+17,硝酸 ρ1.43g/mL,分析纯盐酸 ρ1.19g/mL,分析纯。

许样红,243000 安徽省马鞍山市。

1.3 试验方法

(1) 方法一。当试样中 Si 小于 2% 时,称取试样 0.1000g 于 100mL 钢铁两用瓶中,加蒸馏水 20mL,硝酸 2.5mL,盐酸 7.5mL(即 1+3 王水 30mL),低温加热至溶液完全溶解(溶解过程不断吹水),提高加热温度,吹水煮沸,冷却至室温,蒸馏水定容,待测。

表 2 方法一溶样测定结果

元素	Si	Mn	P	V	Ti	%
GBW01106a	测定值 0.842 标准值 0.856	1.52 1.48	0.040 0.039	/	/	0.0120 0.0118
BH0213-3W 中	测定值 0.958 标准值 0.925	0.32 0.32	0.113 0.113	/	/	/
GBW01107a	测定值 1.05 标准值 1.06	1.03 1.02	0.056 0.056	/	/	0.0108 0.0104
GSBA64023-8 9	测定值 1.12 标准值 1.09	0.636 0.619	0.137 0.137	0.34 0.35	/	0.460 0.433
GBW01101a	测定值 1.18 标准值 1.25	1.06 1.05	0.063 0.066	/	/	0.013 0.014
BH0105-1	测定值 1.20 标准值 1.25	1.04 1.02	0.147 0.152	/	/	/
522	测定值 1.22 标准值 1.29	1.32 1.30	0.271 0.278	/	/	/
W-92203	测定值 1.48 标准值 1.54	1.13 1.13	0.096 0.095	0.022 0.018	/	0.055 0.054
GSBH41109-9 3	测定值 1.42 标准值 1.58	0.64 0.65	0.057 0.058	/	/	0.043 0.042
GSBH41009-9 3	测定值 1.56 标准值 1.58	0.65 0.66	0.058 0.060	0.0089 0.0049	/	0.042 0.042
GBW01104a	测定值 2.15 标准值 2.26	0.948 0.949	0.102 0.107	/	/	0.065 0.064
材字 37	测定值 3.25 标准值 3.57	2.17 2.11	0.349 0.361	0.0133 0.0143	/	/
GBW01105a	测定值 3.48 标准值 3.82	0.457 0.453	0.189 0.193	/	/	0.149 0.151

(2) 方法二。当试样中 Si 大于 2% 时,称取试样 0.1000g 于 100mL 钢铁两用瓶中,加入 1+17 硫酸 30mL,加硝酸 1.0mL,盐酸 1.0mL,低温加热,至试样溶解,溶样过程中不断吹水,蒸馏水稀释至刻度,待测。

2 结果与讨论

2.1 样品溶解方法试验

称取一系列标准物质,按方法一溶样,测定其含量,结果见表 2。

从表 2 可以看出,当 Si 大于 2.0% 时,由于溶解时产生 Si 偏析,测定值偏低,其它元素测定值和标准值吻合,故方法一适合于生铁中低 Si 及 Mn、P、V、Ti 的测定。当 Si 大于 2.0%,采用方法二溶解试样,测定结果见表 3。

表 3 方法二溶样测定结果 %

元素		Si	Mn	P	V	Ti
BH2009-1	测定值	2.560	1.020	0.830	0.035	/
	标准值	2.490	1.000	0.710	0.032	/
BH1914-1-4	测定值	2.590	0.770	0.090	0.426	0.099
	标准值	2.592	0.734	0.083	0.394	0.096
BH1914-1-3	测定值	2.670	1.010	0.053	0.548	0.105
	标准值	2.615	0.977	0.050	0.536	0.106
GBW01105a	测定值	3.690	0.469	0.173	/	0.140
	标准值	3.820	0.463	0.193	/	0.151
520	测定值	4.150	0.628	0.077	/	/
	标准值	4.080	0.620	0.104	/	/
467	测定值	4.130	1.010	0.290	/	/
	标准值	4.300	1.200	0.308	/	/

从表 3 可以看出,高 Si 的 P 测定值比标准值偏低,其它元素测定结果和标准值吻合,所以方法二适合生铁中的高 Si 及 Mn、V、Ti 的测定。

表 4 分析元素的光谱线

元素	Al	Al	Ca	Ca	Mg
谱线/nm	308.215	396.152	184.006	315.887	285.213
级次	109	85	182	106	117
元素	Mg	Mn	Mn	P	Si
谱线/nm	285.213	257.610	293.306	178.287	212.412
级次	116	130	114	188	158
元素	Si	Ti	Ti	V	V
谱线/nm	251.612	368.215	323.904	292.464	290.882
级次	133	91	104	115	115

2.2 分析元素的光谱线选择

此仪器的 CID 固体检测器共有 512×512 个检测单元,在 165~1 065nm 的波长范围内包括了可检测元素的所有谱线,根据元素含量选择不同的灵敏线,所选择的谱线考虑分析试样中其它元素的干扰,并避开干扰谱线,对所选择的若干条谱线进行了试验,通过试验确定了最佳光谱线,除 P 以外的其它元素都选择了两条谱线,这样可提高

(上接第 46 页)动特性设定相应的保护曲线。

5 结语

冬瓜山矿床目前的正常排水能力已达到 720 m³/h,排水高度 1 050m。特别是在国内首次将软启动器和微机综合监控保护系统应用到千米深井排水系统中,使冬瓜山矿床的建设步入了国际现代化矿山的行列。该系统从 2000 年 5 月安装调试

分析的准确性,见表 4.3 工作曲线

由于本实验室所有的生铁标准物质种类齐全,含量范围广,本方法的测定采用多点标准物质绘制工作曲线,根据分析试样的基体和含量范围选择不同的标准物质来进行。将标准曲线系列的标准物质随同分析试样一起进行试样分解,溶液导入 ICP,测定其光强度,以强度为横坐标,质量百分含量为纵坐标(%),仪器自动绘制工作曲线。

2.4 方法精密度

按试验方法一对编号为 1[#] 和 2[#] 的试样进行分析,按试验方法二对编号为 3[#] 和 4[#] 的试样进行分析,连续测量 5 次,计算 RSD%,结果见表 5。

表 5 方法精密度 %

样号	Si	Mn	P	V	Ti
1 [#]	1.06	0.95	0.086	0.054	0.228
	1.06	0.96	0.085	0.050	0.228
	1.07	0.96	0.082	0.050	0.229
	1.05	0.96	0.085	0.054	0.229
	1.06	0.95	0.086	0.050	0.227
RSD	0.57	1.01	1.94	4.24	0.37
2 [#]	1.34	0.229	0.110	0.083	0.139
	1.35	0.232	0.109	0.080	0.138
	1.34	0.227	0.108	0.080	0.140
	1.35	0.229	0.112	0.083	0.138
	1.35	0.226	0.109	0.080	0.137
RSD	0.62	1.01	1.38	2.02	0.82
3 [#]	2.69	0.58		0.037	0.076
	2.71	0.57		0.035	0.074
	2.71	0.57		0.033	0.075
	2.70	0.58		0.038	0.075
	2.72	0.57		0.033	0.074
RSD	0.79	0.26		0.03	0.05
4 [#]	4.11	0.62		0.010	0.036
	4.12	0.64		0.0081	0.035
	4.16	0.64		0.0099	0.036
	4.12	0.64		0.0083	0.036
	4.14	0.63		0.010	0.035
RSD	0.52	0.26		0.04	0.03

从表 5 可以看出,方法精密度均小于 5%。

3 结论

通过对标准物质分析和方法的精密度试验得出如下结论:ICP 分析结果准确可靠,操作简便、快速,且能多元素同时测定,完全能满足分析检测的要求。

(收稿日期 2004-09-10)

完毕运行至今,设备完好、可靠、安全、稳定。冬瓜山矿床排水系统的优化配置,对类似深井矿床选择排水配置时提供了参考。

参考文献:

- [1] 小型可编程控制器实用技术[M]. 北京:机械工业出版社, 1996.

(收稿日期 2004-10-12)