

ICP-AES 测定微硅粉中 Ca、Mg、Fe 和 Al 的含量^①

何素芳 刘春侠 贺与平 单云 熊敏 罗永明^{②a}

(昆明理工大学分析测试研究中心 昆明市学府路 253 号 650093)

a(昆明理工大学环境科学与工程学院 昆明市学府路 253 号 650093)

摘要 微硅粉样品经氢氟酸、硝酸、高氯酸消解,电感耦合等离子体-原子发射光谱法(ICP-AES)测定 Ca、Mg、Fe、Al 杂质元素含量。方法的回收率为: Ca 95.2%—100.3%, Mg 96.2%—99.6%, Fe 95.8%—97.2%, Al 98.6%—104.6%, 精密度在 1.50%—2.59% 之间。本方法线性范围宽、分析效率高、具有良好的准确性和精密度,能快速准确地测定微硅粉中 Ca、Mg、Fe 和 Al 杂质元素的含量。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法;微硅粉;钙;镁;铁;铝

中图分类号: O657.31

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2011)02-0822-04

1 引言

微硅粉又名硅灰、硅粉,是从金属硅或硅铁等合金冶炼的烟气中回收的粉尘^[1],广泛用于建筑、化工、冶金等行业。近来,国内外学者开始进行微硅粉用于制备高纯硅的研究,其中杂质元素的监控至关重要,但是,目前关于微硅粉中杂质元素含量测定的报道甚少。本文着重开展对微硅粉中 Ca、Mg、Fe 和 Al 杂质元素含量测定的研究,对高纯硅制备行业有重要的现实意义。

电感耦合等离子体-原子发射光谱法(ICP-AES)灵敏度高、干扰少,线性范围宽,能快速连续测定多种元素,已成为现代分析测试技术中一个重要的检测手段^[2,3]。梁炜^[4]等用 HF+HNO₃+H₂SO₄ 分解样品,ICP-AES 测定工业硅中的 Fe、Al、Ca 含量;沙艳梅^[5]使用 HCl+HNO₃+HClO₄ 分解工业硅样品,ICP-AES 测定其中 Ca、Mg、Fe、Al 等 28 种微量元素的含量;何海成^[6]等应用 HCl+HNO₃+HF 混合酸分解样品,ICP-AES 测定硅铝铁合金中的多种元素含量,都取得了令人满意的结果。

本文使用混合酸(HF+HNO₃+HClO₄)消解微硅粉,电感耦合等离子体-原子发射光谱法(ICP-AES)同时测定其中 Ca、Mg、Fe 和 Al 的含量,对共存离子及光谱干扰、精密度、加标回收率进行了考察,取得了令人满意的结果。

2 实验部分

2.1 主要仪器与试剂

PS1000 电感耦合等离子体-原子发射光谱仪(美国 Leeman 公司);40.68MHz RF-高频发生器

① 昆明理工大学分析测试研究中心科研基金(2008-03);云南省教育厅科学研究基金项目(08Z0016);昆明理工大学校人才培养基金(KKZ32200932015)

② 联系人,电话:(0871)5113973;手机:(0)13888308318;E-mail:shucaj1983@163.com;yongmingluo99@yahoo.com.cn

作者简介:何素芳(1983—),女,湖南省祁东县人,助理工程师,硕士,主要从事光谱仪器分析与方法研究工作。

(美国 Leeman 公司); 230V-70W 循环水风扇(美国 Leeman 公司); AE240S 电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司)。

Ca、Mg、Fe、Al 标准储备液: 1000mg/mL(国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院)。

硝酸(优级纯); 氢氟酸(分析纯); 高氯酸(分析纯); 氩气(99.99%)。实验用水为亚沸蒸馏水。

2.2 仪器工作条件

射频功率: 1.0kW, 冷却气流量: 16mL/min, 雾化气压力: 262.2kPa, 辅助气流量: 0.2L/min, 泵速: 1.3mL/min, 积分时间: 3s。观测高度: 采用 10mg/L 的锰标准溶液, 利用 Mn 线 257.6nm 仪器自动进行观测位置调整。根据样品空白溶液、样品溶液背景扫描及样品溶液含量, 选择分析谱线。Ca: 317.9nm; Mg: 285.2nm; Fe: 259.9nm; Al: 308.2nm。

2.3 实验方法

准确称取 0.2g 微硅粉样品于 50mL 聚四氟乙烯烧杯中, 用少许水润湿, 缓慢加入 5mL 氢氟酸, 逐滴加入 5mL 硝酸, 待反应平静后加入 2mL 高氯酸, 于电热板上低温消解直至冒高氯酸白烟(如还有黑色残渣可再加入少许硝酸继续反应至冒白烟, 如此反复直至黑色残渣消解完全), 取下冷却, 用少许水冲洗杯壁, 加入 2.5mL 硝酸, 加热溶解盐分, 冷却后用亚沸蒸馏水定容至 50mL 容量瓶中, 摇匀。随同试样作空白实验。

2.4 校准曲线的绘制

采用逐级稀释的方法配制表 1 中的 Ca、Mg、Fe、Al 标准使用溶液(介质为 5% HNO₃, V/V), 用配制好的标准使用溶液进行测定, 绘制校准曲线, 其校准曲线方程和相关系数如表 2 所示。

表 1 标准系列 (mg/L)

元素	标准 1	标准 2	标准 3	标准 4
Ca、Mg	0	10	20	40
Fe、Al	0	2	5	10

表 2 各分析元素的校准曲线方程和相关系数

元素	Ca	Mg	Fe	Al
校准曲线方程	$y = 113846x + 129614$	$y = 128417x + 71760$	$y = 72470x + 2029.9$	$y = 9916.9x + 5109.3$
相关系数	0.9999	0.9998	0.9993	0.9997

3 结果与讨论

3.1 共存离子及谱线干扰

谱线干扰主要通过样品空白溶液及样品溶液进行背景扫描进行确认; 同时对样品和标准液谱线进行轮廓对比, 发现无共存离子及谱线干扰。

3.2 精密度与回收率

对同一样品测定 11 次, 其相对标准偏差为 Ca: 1.50%, Mg: 1.70%, Fe: 2.17%, Al: 2.59%, 见表 3。

对样品进行加标回收实验, 结果见表 4。

表 3 各元素的测定结果

(mg/kg, n= 11)

元素	测定结果					测定平均值	标准偏差	相对标准偏差(%)
Ca	2413	2370	2409	2488	2361	2420	36.32	1.50
	2420	2448	2400	2417				
	2443	2447						
Mg	3975	3977	3882	4024	3999	3917	66.75	1.70
	3835	3865	3902	3871				
	3837	3921						
Fe	411.9	411.5	425.1	412.1		410.4	8.91	2.17
	413.0	419.0	413.9	401.9				
	390.8	406.1	409.4					
Al	570.3	591.6	581.9	586.9		571.5	14.83	2.59
	582.8	561.5	565.6	544.2				
	554.4	581.9	564.9					

表 4 加标回收实验结果

元素	本底含量 (mg/L)	加标量 (mg/L)	测定总量 (mg/L)	回收率 (%)
Ca	12.93	4.00	16.84	97.8
		10.0	22.96	100.3
		20.0	31.97	95.2
Mg	20.59	4.00	24.44	96.2
		10.0	30.55	99.6
		20.0	40.46	99.4
Fe	2.207	0.80	2.973	95.8
		2.00	4.141	96.7
		4.00	6.096	97.2
Al	3.056	0.80	3.845	98.6
		2.00	5.149	104.6
		4.00	7.216	104.0

4 结论

微硅粉样品经 HF+HNO₃+HClO₄ 加热消解完全后,应用 ICP-AES 测定消解液中的 4 种杂质元素含量,具有线性范围宽、重现性好、分析效率高、操作简便、快捷等优点。精密度和加标回收率令人满意。

参考文献

- [1] 刘晓华, 盖国胜. 微硅粉在国内外应用概述[J]. 铁合金, 2007, 196(5): 41—44.
- [2] 李鸿超. 中国矿物药[M]. 北京: 地质出版社, 1988. 13—22.
- [3] 陈新坤. 电感耦合等离子体发射光谱法原理和应用[M]. 天津: 南开大学出版社, 1987. 196.
- [4] 梁炜, 郭运生, 袁萍. 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定工业硅中铁、铝、钙含量的研究[J]. 中州大学学报, 2006, 23(1): 120—121.
- [5] 沙艳梅. 电感耦合等离子体发射光谱法测定工业硅中微量元素[J]. 岩矿测试, 2009, 28(1): 72—74.
- [6] 何海成, 黄志荣, 何锡文等. 电感耦合等离子体发射光谱法测定硅铝铁合金中的多种元素[J]. 分析科学学报, 2004, 20(2): 142—144.

Determination of Ca, Mg, Fe and Al in Micro-Silica by ICP-AES

HE Su-Fang LIU Chun-Xia HE Yu-Ping SHAN Yun XIONG Min LUO Yong-Ming^a

(Research Center for Analysis and Measurement, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, P. R. China)

^a(Department of Environmental Science and Engineering, Kunming University of Science and Technology,

Kunming 650093, P. R. China)

Abstract The contents of Ca, Mg, Fe, Al in micro-silica, which was digested by HF, HNO₃, HClO₄, and were determined by ICP-AES, simultaneously. The recoveries were 95.2%—100.3% for Ca, 96.2%—99.6% for Mg, 95.8%—97.2% for Fe, 98.6%—104.6% for Al. The relative standard derivation was from 1.50%—2.59%. This method shows low detection limit of metals, high analysis efficiency, good accuracy and precision, and can determine the contents of Ca, Mg, Fe, Al in micro-silica quickly and correctly.

Key words ICP-AES; Micro-Silica; Ca; Mg; Fe; Al

欢迎参观《北京天科邮票展览馆》

《北京天科邮票展览馆》由《科学家纪念邮票展览馆》、《陆达纪念馆》和《卢嘉锡纪念馆》等 3 部分组成,是科普类别的公益性展览馆,免费参观。在北京市工商行政管理局注册号为:110229009367903;北京市质量技术监督局颁发的组织机构代码为:78616185X;北京市国家税务局和北京市地方税务局颁发的税务登记证号为:11022978616185X;中国人民银行颁发的开户许可证核准号为:J1000047864702;开户行为:北京市农村商业银行夏都支行,账号:1403000103000010416。中华人民共和国国有土地使用证的证号为:京延国用(2002 出)字第 283 号;中华人民共和国房屋所有权证的证号为:京房权证延私字第 09140 号。

《科学家纪念邮票展览馆》展品内容:古今世界各国发行的、有关科学家或他们的发明创造的纪念邮票(复印件),大小为 210×297mm(A4 纸),共有 529 件。其中 190 位科学家为诺贝尔奖得主。每件展品均附有本馆编辑的有关科学家的简介,并如实叙述一些科学家的学术观点,仅供参考。

《陆达纪念馆》展品内容:1. 纪念陆达同志(代序,王鹤寿);2. 陆达传略;3. 《陆达纪念馆》照片目录;4. 《陆达纪念馆》照片(共 35 张);5. 《陆达纪念馆》(后语,周开亿)。

《卢嘉锡纪念馆》展品内容:1. 伟人已逝 风范长存——纪念卢嘉锡先生(章振乾);2. 卢嘉锡生平;3. 《卢嘉锡纪念馆》照片目录;4. 《卢嘉锡纪念馆》照片(共 65 张);5. 《卢嘉锡纪念馆》(后语)(《光谱实验室》编辑部)。

3 馆展品内容已分别在《光谱实验室》2007 年第 1 期、2008 年第 1 期和 2009 年第 1 期刊登并出有单行本。

参观须知:1. 参观者应当具有高中(含)以上文化程度;2. 地址:北京市延庆县刘斌堡乡刘斌堡村东,刘斌堡乡中心小学东侧;3. 展厅面积 300 平方米;绿化面积 3000 平方米;4. 馆内禁止吸烟,禁止触摸展品;保持清洁卫生,爱护花木和陈设;每人入馆时间不得超过 2 小时;5. 赴馆乘车路线:北京德胜门乘 919 路公交车到终点站(延庆站,快车 12 元,1 小时 30 分;慢车 8 元,有“一卡通”者 4 折),再乘 920 路公交车或小面包车到“刘斌堡东”站,下车即到(5 元,25 分钟);6. 参观者请 1—3 日前电话预约登记,联系电话:(010) 62183031;52513126;13716729706。

注:陆达,钢铁研究总院前院长;卢嘉锡,中国科学院前院长;王鹤寿,原冶金工业部部长,第一届中共中央纪律检查委员会副书记;章振乾,福建省民盟名誉主委、厦门大学原教务长。

《光谱实验室》编辑部