

ICP-AES 同时测定新型复合脱氧剂 铝锰钛镁中铝、钛和镁

闫宏江^① 何玉田 王文焱 刘永强

(河北唐山钢铁集团公司技术中心 河北省唐山市滨河路 9 号 063016)

摘 要 用微波消解样品, 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)同时测定新型复合脱氧剂铝锰钛镁中的铝、钛、镁, 确立了仪器的最佳分析条件。方法简单、快速、灵敏度高, 结果可靠。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法, 微波消解, 铝锰钛镁脱氧剂。

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2006)03-0571-03

1 前言

随着炼钢工艺的提高及新品种的不断开发, 复合脱氧剂的品种不断更新, 铝锰钛镁作为一种新型复合脱氧剂, 具有性能稳定、脱氧能力强等特点, 还能改善钢水的流动性, 主要用于冶炼焊条钢。铝锰钛镁中铝、钛和镁的含量直接影响生产工艺的控制和产品质量, 目前, 铝锰钛镁作为新型复合脱氧剂, 主要是采用传统的化学分析方法, 该方法操作繁琐、周期长、成本高。本文应用微波消解对样品进行处理, ICP-AES 法同时测定铝、钛和镁, 达到了很好的准确度与精密度, 且分析速度快, 成本低, 经验证分析结果令人满意^[1]。

2 实验部分

2.1 主要仪器

Optima-4300DV 全谱直读双向观测等离子体发射光谱仪(美国 PE 公司), SCD 检测器, 中阶梯光栅, 波长范围 175—800nm, 水平垂直双观测; MARS5 微波消解炉(美国 CEM 公司); AA-200 电子天平(美国丹佛仪器公司)。

2.2 仪器工作参数

ICP 原子发射光谱仪工作条件: 频率: 40.68Hz, 功率: 1.200kW, 等离子体冷却气的流量: 15L/min, 辅助气流量: 0.2L/min, 雾化室流量: 0.8L/min, 样品提取量 1.5mL/min。

微波消解仪工作条件: 功率 1200W, 消解时间 15min, 消解压力 24.15kPa, 消解温度 185℃。

2.3 试剂

盐酸(1+1); 硝酸(密度 1.42g/mL); 氢氟酸(密度 1.15g/mL)。实验用水为高纯水。

^① 联系人, 电话: (0315) 2703106(办); 手机: (0) 13131569002; E-mail: yanhogjiangts@163.com

作者简介: 闫宏江(1972—), 女, 河北省唐山市人, 工程师, 主要从事光谱分析工作。

收稿日期: 2006-01-11; 接受日期: 2006-02-15

2.4 标液配置

Ti 标准溶液(0.01mg/mL): 用纯钛(质量分数大于 99.99%) 配制稀释; Al 标准溶液(2.0 mg/mL): 用纯铝(质量分数大于 99.99%) 配制稀释; Mg 标准溶液(0.3mg/mL): 用 MgO(质量分数大于 99.99%) 配制稀释。

2.5 样品的制备

称取 0.1000g 试样于消解罐中, 加入 3.0mL 硝酸、10.0mL 盐酸(1+1)、1.0mL 氢氟酸, 轻摇消解罐使酸与样品充分接触, 按仪器的操作步骤装罐, 接好压力传感器, 将罐放入消解炉中, 按设定的参数编辑好方法, 启动消解程序进行样品微波消解。消解完毕后, 待温度降到 80℃以下, 打开炉门取出消解罐, 冷却后打开罐盖, 将溶液移入 250mL 容量瓶中, 稀释至刻度混匀, 分取 5.00mL 母液, 置于 100mL 容量瓶, 补加 5.0mL 盐酸(1+1), 稀释至刻度, 混匀, 引入 ICP 光谱中测定。

2.6 校准曲线的绘制

分别移取 2.0mg/mL Al 标准溶液 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00mL, 相当于 Al 的百分含量为 0.00%、10.00%、20.00%、30.00%、40.00%, 分别移取 0.3mg/mL Mg 标准溶液 0.00、1.00、1.50、3.00、5.00mL, 相当于 Mg 的百分含量为 0.00%、3.01%、4.52%、9.04%、15.08%, 分别移取 0.01mg/mL Ti 标准溶液 0.00、5.00、10.00、20.00、40.00mL, 相当于 Ti 的百分含量为 0.00%、0.50%、1.00%、2.00%、4.00%, 置于 5 个 100mL 容量瓶中, 加入 5.00mL(1+1) 盐酸, 用高纯水稀释至刻度, 混匀。在 ICP 光谱仪上进行分析。

2.7 分析谱线的选择

根据样品存在的元素和大概含量, 找出无干扰或干扰小的谱线, 如表 1 所示。

表 1 元素分析谱线			
元素	Ti	Mg	Al
谱线(nm)	337.279	258.213	394.401

3 结果与讨论

3.1 校准曲线

以配制的标准溶液系列, 按设定的分析程序对钛、钙、镁做校准曲线, 校准曲线的截距、斜率及相关系数如表 2 所示。

表 2 校准曲线的截距、斜率及相关系数

元素	校准曲线截距	校准曲线斜率	相关系数
Al	212.7	1549	0.99989
Ti	- 3.6	20540	1.00000
Mg	164.5	7967	0.99999

3.2 分析结果与精密度试验

按设定的分析程序, 分别测定空白溶液和试样溶液, 计算被测元素含量, 对样品进行 6 次平行分析测定, 计算相对标准偏差, 结果如表 3 所示。

表 3 样品精密度 (n= 6, %)

元素	测定结果						RSD
Al	34.34	34.73	34.56	34.65	34.59	34.60	0.4
Ti	1.19	1.20	1.10	1.15	1.23	1.21	2.3
Mg	6.08	6.12	6.09	6.11	6.07	6.10	0.3

3.3 分析结果准确度试验

准确度试验见表 4。

表 4 准确度试验 (%)

元素	本法测定值	化学分析测定值	两种方法偏差值
Al	34.34	34.70	- 0.36
	33.68	33.80	- 0.12
Ti	1.19	1.16	0.03
	1.05	1.04	0.01
Mg	6.08	6.15	- 0.07
	5.85	5.80	0.05

3.4 标准加入回收试验

准确称取 0.1000g 铝锰钛镁样品, 加入标准溶液, 按选定的方法预处理并进行测试, 以做回收试验, 结果如表 5 所示。

4 结论

用微波消解对样品进行前处理, ICP-AES 法同时测定铝锰钛镁中铝、钛和镁, 经加标回收实验和准确度、精密度实验表明, 该方法操作简便、快速、准确。

参考文献

[1] 陈新坤. 电感耦合等离子体原子发射光谱法原理和应用[M]. 天津: 南开大学出版社, 1987. 196.

Simultaneous Determination of Al, Ti and Mg in New Compound Deoxidizer Al-Mn-Ti-Mg by ICP-AES

YAN Hong-Jiang HE Yu-Tian WANG Wen-Yan
(Technical Center, Tangshan Iron & Steel Company, No. 9 Binhelu, Tangshan, Hebei 063016, P.R. China)

Abstract The amounts of Al, Mg and Ti in new compound deoxidizer Al-Mn-Ti-Mg were determined simultaneously by ICP-AES with microwave digestion pre-treatment. The experimental conditions of instrument were optimized. The method is easy, rapid, sensitive and reliable.

Key words ICP-AES, Microwave Digestion, Deoxidizer Al-Mn-Ti-Mg.

表 5 回收试验结果 (%)

元素	样品原含量	加入量	加标测量值	回收率 (%)
Al	34.34	10.00	44.28	99.4
Ti	1.19	0.50	1.69	100.0
Mg	6.08	3.01	9.10	100.3

(上接 568 页)

美国化学文摘(CA)选登本刊论文摘要的最近情况

序号	作者姓名	论文题目	光谱实验室》发表的年、卷(期)、页	CA 选登的卷(期)、编号
340	王东丹 吴玉萍 徐照丽	分光光度法测定三醋酸甘油酯中的汞	2003, 20(6) 919-920	141(17): 278285a
341	卢嘉春 黄萍 张丽莉	聚偏氯乙烯热解动力学研究	2003, 20(6) 807-809	141(17): 278234r
342	何松涛 孙建刚 查文明	浊度计快速测定苯乙烯单体中聚合物的研究	2003, 20(6) 868-870	141(17): 277908b
343	郑楚光 徐鸿志 杨薇	葛酒中葛根素及其挥发性成分分析	2004, 21(2) 396-398	141(17): 276581c
344	章小丽 许泳吉 袁瑾	野生植物大花青藤的营养成分	2004, 21(2) 409-410	141(17): 276545u
345	钟惠民 许剑平 梁华正	板栗仁衣的挥发性成分的研究	2004, 21(2) 335-336	141(17): 276544s
346	刘清福 张冬亭 王秀玲	次黄嘌呤和黄嘌呤与卤化镍配合物的 IR 光谱特征	2003, 20(6) 845-847	141(16): 267492z
347	梁华定 葛昌华 潘富友	2-(1,3,4-三氮唑偶氮)-5-二乙氨基苯甲酸作为钴的络合滴定指示剂	2004, 21(2) 287-289	141(15): 253116r
348	江银斐 马稳 袁红霞 马文芝	火焰原子吸收法测定夏枯草、桑叶、野菊花中十种微量元素	2004, 21(4) 745-748	141(15): 248900n
349	葛明菊 边才苗 杨蓓芬	5 种百合科中药中微量元素含量及溶出率测定	2004, 21(4) 732-734	141(15): 248899u
350	李华侃 周万彬 李勇	奥美拉唑与氯苯酸的荷移反应及其测定	2004, 21(4) 646-649	141(15): 248897s
351	陈伟 罗红斌 林新华	CPA 矩阵分光光度法同时测定复方磺胺甲噁唑片两组分含量	2004, 21(4) 643-645	141(15): 248896r
352	陈晓青 贺前锋 李宇萍	高效液相色谱法测定杜仲中京尼平甙酸	2004, 21(4) 715-718	141(15): 248862b
353	任秀莲 周春山 魏琦峰	反相高效液相色谱法测定苦丁茶中的熊果酸	2004, 21(4) 693-697	141(15): 248861a
354	肖建波 蒋新宇 司之森	2-(2-喹啉偶氮)-1,5-苯二酚分光光度法测定烟草样品中的钙	2004, 21(2), 290-292	141(15): 239064r
355	刘斌 王京平 刘明亮	2,4-二氯苯酚气相色谱的内标法测定	2004, 21(3) 576-578	141(14): 235269p
356	朱海明 王瑞珏	XRF 法测定工业循环水中硫和氯	2004, 21(3) 613-614	141(14): 230162s
357	陈松 严金龙	铬(III)与明胶蛋白质相互作用的紫外光谱研究	2003, 20(6) 900-902	141(13): 217746n
358	刘昶时	共振激发微束光致发光单量子点谱仪	2004, 21(2) 405-408	141(13): 215225t
359	涂万新	催化光度法测定电镀废水中微量锌(II)	2004, 21(3) 599-601	141(13): 212207
360	龙立平 李旺英 雷存喜	Meso-5, 10, 15, 20-四(4-甲氧基苯基)卟啉荧光熄灭法测定铅	2004, 21(3) 595-598	141(13): 212206b
361	钟桐生 林洪 黄庆斌 杨艳	用光度法比浊法测定环境水样中的钾含量	2004, 21(3) 514-515	141(13): 212205a
362	王巍 杨秀王 张晓霞	DBC-偶氮胂分光光度法测定水样中钙	2004, 21(3) 511-513	141(13): 212204z
363	翟庆洲 韦利杭	非色散红外吸收法测定地表水和废水中的总有机碳	2004, 21(3) 507-510	141(13): 212203y