

## ICP-AES法测定钢中微量酸溶硼

武文健, 李斌, 张丽英

(莱芜钢铁集团有限公司技术中心, 山东 莱芜 271104)

摘要: 以2.5mol/L硫酸分解样品, 过滤分离酸溶硼, 在铁基体中用ICP直接测定钢中微量酸溶硼, 考察了测定的最佳条件及共存元素对测定的影响。所拟定的方法操作简便、快速、灵敏度高, 检出限为0.035 $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 样品测定下限为0.00035%, 样品加标回收率在99.0%~103.1%之间。

关键词: 电感耦合等离子体发射光谱法; 硼; 检出限

中图分类号: 0657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-4620(2000)05-0060-02

## Determining Micro Acid Soluble Boron in Steel Used of ICP-AES

WU Wen-jian, Li Bin, ZHANG Li-ying

(The Technical Center of Laiwu Iron and Steel Group CO., Ltd, Laiwu 271104, China)

Abstract: To resolve test sample used of 2.5mol/L sulphuric acid, and to filter and separate acid soluble boron, acid soluble boron is indirectly determined in ferritic matrix used of ICP and the optimum condition of determination and influence of coexistence elements to determination are reviewed. This method has the characters of convenient operation, quick speed, high sensitivity, and the detection limit is 0.035 $\mu\text{g}/\text{mL}$  and the determining low limit of sample is 0.00035%. The recovery yield of test sample is from 99.0% to 103.1%.

Key words: inductively coupled plasma atomic emission spectrometry; boron; detection limit

随着低合金高强度钢和微合金钢的大力开发与生产, 钢中的一些微量合金元素的控制要求越来越高。低碳贝氏体型低合金高强度钢是其中的一类, 在这类钢中, 硼含量只有 $(1.0\sim 6.0)\times 10^{-3}\%$ , 但作用巨大, 能否准确测定微量酸溶硼的含量成为这类钢质量控制的关键。根据GB/T223.75-1991, 化学法测定钢中微量酸溶硼一般采用甲醇蒸馏—姜黄素光度法, 手续繁琐, 分析周期长, 对分析器皿要求高, 需要专用的石英蒸馏装置。ICP-AES法具有检出限低、精密度好、基体效应小、自吸效应小、线性范围宽等优点<sup>[1]</sup>。本方法选择了最佳分析线及仪器工作参数, 系统考察了测定的最佳条件及共存元素对测定的影响, 做了样品加标回收试验和精密度试验。与化学法相比, 本法具有更低的检出限和样品测定下限, 而且简便、快速、准确。对国家一级标准样品进行测定, 获得了满意的结果。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与工作条件

PS1000UV型等离子体发射光谱仪: 顺序扫描型(美国Leeman Lab, Inc)中阶梯光栅, 交叉色散系统; 双铂网

雾化器;双检测器:可见光检测器(检测波长设定大于225nm);紫外检测器(检测波长设定不大于225nm)。

工作条件:

功率:1.0kW;冷却气流量:1.6L/min;雾化压力:50PSI;辅助气流量:0.4L/min;泵速:1.5L/min;。最佳观测高度以:MnI为调准元素

## 1.2 主要试剂

纯铁:99.95%

硫酸( $C(H_2SO_4)=2.5mol/L$ ):取浓硫酸140mL注入500mL水中,冷却稀释至1000mL。

硼元素储备液:100 $\mu$ g/mL

## 1.3 实验方法

称取1.0000g试样于250mL石英烧杯中,加入30mL硫酸(2.5mol/L),低温加热溶解。溶解完毕用中速滤纸过滤入100mL容量瓶中,以热水洗6~8次,冷却后水洗至刻度。溶液引入ICP等离子体炬焰中,在制订的工作条件下进行测定。

## 1.4 仪器校正

由于光谱仪和光学系统易受温度、湿度影响而膨胀或收缩,仪器的偶然误差难以避免。Leeman PS系列仪器软件有一套设计独特的光学系统最优化程序(Peak Optics)。该程序运行时,仪器用汞灯代替等离子体作为发射光源,根据Hg8线自动调整狭缝板和光电倍增管(PMT)的位置。仪器每20min自动执行一次,时间间隔可自行设定。本实验设定为10min。

## 1.5 校正曲线

在两个石英锥形瓶中,各称取1.0000g纯铁,按实验方法溶解过滤到100mL容量瓶中,分别加入0、500 $\mu$ g硼,定容后分别作为校正曲线用的标准1、标准2。

将标准1、标准2的硼元素浓度值输入仪器后,在分析条件下测定,每个标准重复测定3次,认可硼元素的校正曲线。

## 2 结果与讨论

### 2.1 谱线的选择

该仪器软件功能强大,谱线库内存4万条谱线,而且根据需要可扩展。每种元素,谱线库都提供了多条可选用的谱线,每条谱线可能存在的干扰也都作了详细说明,查看方便,并且对每种元素都推荐了一条或多条最佳测定谱线。

将进样针置于标准1溶液(纯铁空白),在测定波长处进行扫描,得到背景基体铁的扫描图。将进样针置于标准2溶液,扫描得到基体铁中硼的扫描图。将进样针置于5 $\mu$ g/mL硼标准溶液中,扫描得到硼的扫描图。根据扫描图,观察光谱干扰情况,并参考仪器软件谱线库中的元素间的干扰情况以不受或少受光谱干扰为原则来选

择分析线。

测定硼有4条常用谱线:硼的249.773nm谱线受到铁的严重干扰,Fe峰与B峰相差0.009nm;硼的208.959nm谱线受到Mo的严重干扰,两峰相差0.005nm;硼的249.678nm谱线左右两侧各有一个Fe峰,与B峰分别相差0.024nm、0.022nm,实验表明,在该谱线下测定的稳定性不好;硼的208.893nm谱线不受Fe的干扰,与W峰相差0.023nm,仪器能将两峰分开,W峰干扰较小,实验表明,在该谱线下测定,检出限较低,稳定性好。本实验选用208.893nm为硼的测定谱线。

## 2.2 方法的检出限

将空白溶液在仪器上测定11次,按IUPAC规定<sup>[2]</sup>,取k为3,按下式计算分析方法的检出下限:

$$C_L = kS_b / S = 3S_b / S$$

式中  $C_L$ ——方法的检出限; $S_b$ ——空白测量标准偏差; $S$ ——方法的灵敏度 $\Delta I / \Delta C$ ,亦即该分析方法的校正曲线的斜率。

本实验校正曲线的参数如下:

$$a(\text{截距}) = -3.096319; b(\text{斜率}) = \Delta C / \Delta I = 1.08941 \times 10^{-5}; r = 1.0000 (0.99997)$$

本实验中 $S_b$ 为1060.70,则方法的检出限为0.035 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

## 2.3 标准加入回收实验

在标样GBW01310和GBW01311中分别加入30、50 $\mu\text{g}$ 硼,按实验方法进行样品处理,按照选定的条件和程序测定,作加标回收实验,结果表明回收率为99.0%~103.1%。见表1。

表1 样品加标回收实验结果

标样名称	加入量 $m/\mu\text{g}$	回收量 $m/\mu\text{g}$	回收率/%	RSD/%
GBW01310	30	29.70	99.00	0.4
GBW01310	50	49.57	99.14	0.5
GBW01311	30	30.93	103.10	4.9
GBW01311	50	50.48	100.96	1.5

## 2.4 标样测定结果及精密度

按选定的条件和程序对6个国家一级标准物质进行了测定,并进行精密度实验,结果见表2。

表2 标样中硼的测定结果及精密度 (n=10)

标准试样名称	推荐值W/%	测定值(n=10)W/%	RSD/%
低合金钢GBW01307	0.011	0.011	5.3
低合金钢GBW01310	0.0058	0.0055	3.1

低合金钢GBW01311	0.0028	0.0028	7.7
低合金钢GBW01312	0.028	0.027	1.3
低合金钢GBW01325	0.0037	0.0039	3.1
TB90-01ML15MnVB	0.0011	0.0011	11.2

参考文献:

(1) 董永平. 钢铁与合金的溶液法光电光谱分析(ICP)[J]. 光谱实验室, 1993 (10) 增刊: 123

(2) 郑用熙. 分析化学中的数理统计方法. 北京: 科学出版社. 1986. 116

---

[返回上页](#)