

试验研究

# 氢化物发生—ICP—AES法测定钢铁中的微量碲

王向阳

(山东省冶金科学研究院, 山东 济南 250014)

**摘要:**探讨了氢化物发生—ICP—AES法测定钢铁中微量碲的方法,对碲产生氢化物的条件进行了优化实验,最佳样品测定介质为盐酸(40 mL/100 mL);最佳仪器条件:射频功率1 350 W,雾化气压力0.17 MPa,辅助气流量 $4.2 \times 10^{-4}$  m/s。在最佳条件下,体系的强度与碲离子的浓度成线性关系,线性范围是0~0.01 mg/mL,检出限0.003  $\mu$ g/mL,相对标准偏差1.05%。

**关键词:**微量碲;钢铁;氢化物发生;电感耦合等离子体发射光谱法

中图分类号:O657.31

文献标识码:A

文章编号:1004-4620(2013)06-0039-02

## 1 前言

碲是钢铁尤其是高温合金中的有害杂质元素,控制量较低,一般 $<0.001\ 5\%$ 。碲可改善钢的易切削性能,也作为某些钢种的合金成分。随着碲在冶金、环保等行业的广泛应用,对碲的检测要求也越来越高。迄今为止,对碲的检测研究还较少,目前所用的方法有氢氧化铍共沉淀—乙基罗丹明B—乙酸丁酯萃取光度法、KI—CTMAB—氯仿萃取光度法、悬浊光度法、示波极谱法<sup>[1]</sup>、氢化物发生—原子荧光光谱法<sup>[2]</sup>、原子吸收光谱法等,这些方法检测繁琐。采用电感耦合等离子体发射光谱法直接测定碲,灵敏度极低,且有较强的干扰,无法检测出钢铁中极微量的碲。而采用氢化物发生可有效地提高检测灵敏度,并能消除干扰。本实验尝试利用碲可形成氢化物的特殊性质,通过氢化物发生,用ICP—AES法对钢铁中的微量碲进行检测,取得了满意结果。

## 2 实验部分

### 2.1 主要仪器与试剂

IRIS Intrepid II XSP型电感耦合等离子体发射光谱仪(带氢化物发生装置)。盐酸( $\rho=1.19$  g/mL),硝酸( $\rho=1.42$  g/mL),硫酸( $\rho=1.84$  g/mL),高氯酸( $\rho=1.76$  g/mL),氢氟酸( $\rho=1.15$  g/mL)。硫脲—抗坏血酸溶液:10 g硫脲、5 g抗坏血酸溶于适量水中,稀释至100 mL(当日配制);硼氢化钾溶液:10 g硼氢化钾溶于适量水中,加入4 g NaOH,稀释至1 L,贮存于塑料瓶中;碲标准溶液:1.000 mg/mL,GBW(E)080595,稀释至0.100 mg/mL、0.010 0 mg/mL。实验用水为去离子水。

### 2.2 仪器的工作参数

短波积分时间10 s;雾化气压力0.17 MPa;分析

泵速100 mL/min;辅助气流量 $4.2 \times 10^{-4}$  m/s;射频(RF)功率1 350 W;试样冲洗时间30 s;分析谱线214.218 nm{157}。

### 2.3 工作曲线的绘制

在100 mL容量瓶中,分别加入0.010 0 mg/mL碲标准溶液0.00、1.00、5.00、10.00 mL,0.100 mg/mL碲标准溶液5.00、10.00 mL,分别配制成含碲0.000 0、0.000 1、0.000 5、0.001 0、0.005 0、0.010 0 mg/mL的系列标准溶液,在2.2仪器工作条件下,用硼氢化钾溶液氢化物发生后,ICP进行测定,绘制工作曲线。

### 2.4 样品处理

准确称取样品1.000 0 g,置于125 mL烧杯中;加入10 mL盐酸、3 mL硝酸,2、3滴氢氟酸(非高硅样品可不加氢氟酸),使试样溶解完全;加5 mL高氯酸冒烟,稍冷,加40 mL盐酸;转移至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。在2.2仪器工作条件下,用硼氢化钾溶液氢化物发生后,用ICP进行测定。

## 3 实验结果与讨论

### 3.1 样品处理条件的选择

介质酸的选择:取同一生铁样品,用王水溶解后,分别在同样酸度( $\text{CH}^+=6$  mol/L)的盐酸、硝酸、硫酸介质中测定,发现硫酸介质中基体强度最高而净峰值最低;在盐酸介质中基体强度最低,而净峰值最高。考虑到有些样品较难溶解,实验了王水溶解、氢氟酸分解、高氯酸冒烟后再加盐酸测定,其净峰值等同于盐酸介质。因此选择高氯酸冒烟后再加盐酸介质。

酸浓度的选择:取同一生铁样品溶解后,分别加入不同量的盐酸(5、10、20、30、40、50 mL),在同样的仪器条件下(2.2)测定。随盐酸浓度增加,碲的峰值逐渐增加,浓度达到40 mL/100 L后,峰值不再增加。因此选择测定液盐酸浓度为40 mL/100 L。

氢化物发生条件的选择:碲的4价及6价化合物均可产生氢化物,在本实验条件下,采用硫脲—抗

收稿日期:2013-09-06

作者简介:王向阳,女,1966年生,1989年毕业于兰州大学化学专业。现为山东省冶金科学研究院高级工程师,从事冶金分析及标样研发工作。

坏血酸溶液还原<sup>[3]</sup>的测定结果和不加还原剂的测定结果进行比对。加还原剂后,无法得到稳定的峰值,而不加还原剂则可得到稳定的峰值,且线性关系良好。因此选择不加还原剂氢化物发生后测定。

### 3.2 仪器条件的选择

仪器的工作参数主要指高频发生器的射频功率、雾化气压力和辅助气流量等。这些参数与元素的物理化学性质及测定方法有着复杂的关系,一般只能通过实验进行选择。取同一标准工作溶液,考察雾化气压力、辅助气流量及RF功率的影响。在不同条件下对空白溶液测定,背景等效浓度(BEC)随RF功率、雾化气压力增大而增加,随辅助气流量增加而减小。不同实验条件下对碲含量为0.1 μg/mL的实验样品分别进行8次测定,得到的标准偏差(SD)和相对标准偏差(RSD)见表1。综合考虑,选择较小的背景等效浓度和较小的SD及RSD的仪器条件为最优。确定的优化条件为:RF功率1 350 W;雾化气压力0.17 MPa;辅助气流量 $4.2 \times 10^{-4}$  m/s。

表1 不同仪器条件的SD、RSD和BEC

RF功率/W	辅助气流量/ $\times 10^{-4}$ (m·s <sup>-1</sup> )	雾化气压力/MPa	SD/(μg·mL <sup>-1</sup> )	RSD/%	BEC/(ng·mL <sup>-1</sup> )
1 150	2.1	0.17	0.003	4.833 9	9.0
1 350	2.1	0.17	0.002	2.867 3	9.5
1 350	4.2	0.17	0.001	1.181 3	9.8
1 350	4.2	0.35	0.003	4.528 9	11.8

### 3.3 基体影响

采用对比实验的方法,对基体的影响进行了考察,一份样品加入1.000 0 g高纯铁,另一份不加,均加入相当于0.001%量的碲标准溶液,按2.4的方法进行实验,结果表明,铁基体对结果无明显影响。

### 3.4 方法的相关性和检出限

本实验主要研究低含量碲的测定,因此对 $\leq 0.01$  mg/mL含量范围进行了线性考察。在0~0.01 mg/mL范围内,按2.3方法绘制工作曲线,其相关系数为0.999 8。

ICP分析中常用背景等效浓度(BEC)来计算检出限( $C_L$ )<sup>[4]</sup>, $C_L=K \times RSD_b \times BEC=K \times SD$ 。在工作曲线

上对高纯铁空白溶液连续测定11次,得到SD为0.99 ng/mL, $K=3$ 时计算出方法检出限为0.003 μg/mL。

### 3.5 方法精密度实验

按2.4的方法对未知样品进行10次测定,分析结果见表2。结果表明,方法有较高的精密度,可满足测定要求。

表2 精密度实验结果

标准	样品碲含量/(μg·mL <sup>-1</sup> )			RSD/%
	实测	平均	SD	
0.1	0.103 1,0.101 8,0.102 5,0.101 5,0.104 2,0.104 0,0.102 3,0.101 1,0.102 1,0.101 3	0.102	0.001 1	1.05

### 3.6 回收率实验

取一未知样品向其中分别加入碲标准溶液,按2.3方法绘制工作曲线后,按2.4对样品进行测定,测定结果减去不加标准溶液样品测定值后计算回收率,结果见表3。回收率在99.09%~102.19%之间,结果满意。

表3 回收率实验结果

标准加入量/(μg·mL <sup>-1</sup> )	测定结果/(μg·mL <sup>-1</sup> )	回收率/%
0	0.128	
0.1	0.233	102.19
0.2	0.325	99.09
0.5	0.638	101.59
0.8	0.935	100.75

## 4 结论

采用氢化物发生—ICP—AES法测定钢铁中的微量碲,通过优化实验条件,其分析精度达到要求,加标回收率在99.09%~102.19%,测定结果稳定、准确。该方法对样品只需简单的溶解处理,方法简便快捷,灵敏度高,结果可靠。

#### 参考文献:

- [1] 鞍钢钢研所.实用冶金分析[M].沈阳:辽宁科技出版社,1990.
- [2] 王勇.原子荧光光谱法测定黄铁矿中碲的含量[J].光谱实验室,2010(4):1 451-1 454.
- [3] 常春,范海霞.氢化物原子荧光法测定钢中砷锑[J].冶金分析,2004(Z1):237-238.
- [4] 辛仁轩.等离子体发射光谱分析[M].北京:化学工业出版社,2010.

## Determination of Trace Tellurium in Steel by Hydride Generation ICP-AES

WANG Xiangyang

(Shandong Metallurgical Science Research Institute, Jinan 250014, China)

**Abstract:** A method for the determination of trace tellurium in steel by hydride generation—inductively coupled plasma atomic emission spectrometry was studied. The optimization experiment of hydride generation condition of tellurium was discussed. The optimization experiment of hydride generation of tellurium was discussed. The optimal determination condition of the sample is hydrochloric acid medium (40 mL/100 mL). The optimal working conditions of the instrument are as follows: RF power 1 350 W, atomizing air pressure 0.17 MPa, auxiliary gas flow  $4.2 \times 10^{-4}$  m/s. Under optimal conditions, a linear relationship is appeared between the intensity of the system and the tellurium ion concentration, the linear range is 0–0.01 mg/mL, detecting limit is 0.003 μg/mL, and the relative standard deviation is 1.05%.

**Key words:** trace tellurium; steel; hydride generation; inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP—AES)