

密闭微波消解 – 等离子体发射光谱法测定钢铁样品中的硅

Microwave Decomposition for the Determination of Silicon in Steel Samples by ICP-AES

硅作为冶炼组分,可以提高钢的可淬性、稳定性以及耐腐蚀性。硅也是生产硅钢的重要原料,硅钢是当今最重要的软磁材料。钢铁中绝大部分的 Si 来自于生产过程中加入的脱氧剂——硅铁。在这个过程中 Si 不会生成熔渣而析出, Si 保持溶解于钢水中。高硅含量的钢铁具有很高的化学稳定性。

含硅的钢铁 [$w(\text{Si}) > 0.1\%$] 可以完全溶解于浓 HCl 和浓 HNO_3 的混合酸中;但是用水稀释后,硅酸会凝结出来。因此,为了实现等离子体发射光谱法(ICP-AES)准确测定 Si,样品消解过程必须使用 HF。为避免挥发性 SiF_4 的损失,必须使用密闭罐消解系统。本文研究的目的是开发一个验证的分析方法,测定合金钢中的 Si。

1 仪器

样品消解采用奥地利安东帕公司(Anton Paar GmbH)的 Multiwave 3000 微波消解系统(配 16MF100 转子)。消解后的样品在 Optima 3000 XL ICP-AES 光谱仪(美国 PerkinElmer 公司,配微型同心雾化器和同心雾室)上进行测定。

2 样品和主要试剂

BCS 351 镍基合金; BAM 328 - 1 钴基合金; BAM 289 - 1 高温钢。样品质量 200 ~ 300 mg。

5 mL HCl(优级纯,30%,德国 Merck 公司); 0.5 mL HNO_3 (亚沸蒸馏,65%); 0.5 mL HF(优级纯,40%,德国 Merck 公司)。

3 消解步骤及分析结果

(1) 样品称量。注意带插入温度传感器的参比罐必须放样品。

(2) 加入试剂。为了防止钢铁样品的钝化,试剂必须按照以下次序加入:先加 HCl,等待 10 min 后,分别加入 HNO_3 和 HF。

(3) 微波消解程序。在 Multiwave 3000 微波消解系统中对样品和空白进行消解,消解程序见表 1。消解后得到透明、深绿色溶液,无任何沉淀。

表 1 样品微波消解程序

步骤	功率 P/W	升温时间 t/min	保持时间 t/min	风扇
1	1000	5	15	1
2	0	0	15	3

(4) 样品溶液稀释。用超纯水将样品溶液和空白稀释至 50 mL。

(5) ICP-AES 法测定。Si 在 ICP-AES 测定过程中在管路中留下较高且持续的空白,而且清洗速度慢。用 HCl/ HNO_3 /HF/ H_2O (体积比 100:10:10:880)的混合液清洗效果最好,速度最快;而用稀的 HCl/ HNO_3 混合酸清洗要达到同样的空白水平则需数小时。

用 Optima 3000 XL ICP-AES 光谱仪在 212.412 nm、251.611 nm 和 288.158 nm 波长处测定,以 Mo 元素(或 Ta、V)为内标。Si 的发射线谱线干扰见表 2。测定结果见表 3。

表 2 硅发射线的谱线干扰

Si 发射波长	干扰元素	Si 发射波长	干扰元素
Si 212.412 nm	V, Mo, Ta	Si 252.851 nm	V, Co
Si 221.667 nm	Ni, W	Si 288.158 nm	Ta, W
Si 251.611 nm	Mo, Ta		

表 3 钢铁样品中 Si 的测定结果

钢铁样品	$w(\text{Si})/\%$			
	标定量	212.412 nm	251.611 nm	288.158 nm
BCS 351	0.14 ± 0.01	0.113 ± 0.003	0.111 ± 0.003	0.111 ± 0.003
BAM 328-1	0.629 ± 0.014	0.6401 ± 0.0280	0.6272 ± 0.0280	0.6413 ± 0.0270
BAM 289-1	0.531 ± 0.013	0.5410 ± 0.0210	0.5217 ± 0.0210	0.5255 ± 0.0210

4 基质匹配空白校正技术

为了得到准确的结果,必须使用基质匹配空白校正技术:即用基质匹配空白溶液分别对两个标准溶液和样品的测定结果进行修正后计算含量。校正流程见图 1。

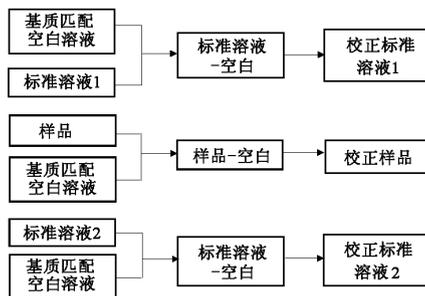


图 1 基质匹配空白校正技术流程

5 结语

为了准确测定高等级钢铁中的 Si,必须使用 HF。用 ICP-AES 法测定 Si 会受到 Co、Mo、Ni、Ta、V 和 W 的严重干扰,仅仅使用外标或内标(标准加入)无法保证足够的准确性,必须使用基质匹配空白校正技术才能得到准确的 Si 的测定结果。利用 Multiwave 3000 密闭式微波加压湿法消解技术结合 ICP-AES 测定高等级钢铁中 Si 的方法,与常规重量法相比,可以极大地节省时间和减小试剂的消耗。

致谢: Dr. Michael Zischka (Institute for Analytical Chemistry, Micro- and Radiochemistry, Graz University of Technology)

奥地利安东帕有限公司供稿