

微波消解-ICP-AES法测定镁质耐火材料中次量及微量成分

王本辉 梁献雷

中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司 河南洛阳 471039

摘要 用混酸作溶剂,微波消解镁质耐火材料,然后采用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定镁质耐火材料中 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、 CaO 等次量及微量成分。通过试验确定了溶样方法、仪器最佳工作参数、ICP分析条件、分析谱线等,同时研究了基体效应。用本法分析了镁质耐火材料标样BCS319和94-1,测定值与标准值基本一致,相对标准偏差小于3% ($n=6$)。

关键词 微波消解,镁质耐火材料,ICP-AES法,基体效应

目前,对镁质耐火材料化学成分的分析多采用经典的化学法、分光光度法、原子吸收光谱法。在这些方法的分析过程中,常常需要严格控制各项反应条件,操作较为复杂、繁琐。电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)可进行多元素同时测定,具有灵敏度高、干扰少、线性范围宽等优点,被广泛应用于各个行业^[1]。但是,ICP-AES法目前大多采用混合试剂熔融,不但溶样周期长,而且盐类多,无法与仪器配套使用。本试验采用微波消解法溶样,再用ICP-AES测定镁质耐火材料中次量及微量成分。

1 试验

1.1 仪器及工作参数

溶样装置采用上海新仪微波化学科技有限公司的MDS-6型压力自控微波消解仪。

分析仪器采用美国Thermo公司生产的iCAP 6000 SERIES电感耦合等离子体发射光谱仪。仪器功率:1 150 W;雾化器压力:0.2 MPa;辅助氩气流量:0.5 L·min⁻¹;冲洗时间:30 s;冲洗泵速100 r·min⁻¹,分析泵速50 r·min⁻¹;观测高度:15 mm,观测高度一般不可调;积分时间:长波5 s,短波15 s。

1.2 试剂

HNO_3 、 HCl 、 HF 、 H_3PO_4 为优级纯;水为二级反渗透高纯水。

SiO_2 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、 CaO 标准储备液,浓度均为1 mg·mL⁻¹,用时稀释为100 μg·mL⁻¹。

混合标准系列:根据镁质样品中各元素的实际含量,计算出所需上述各标准溶液的毫升数,配制成一整套混合标准系列。

1.3 试验方法

准确称取0.100 0 g试样,置于特氟隆溶样杯中,加10 mL稀盐酸(1+5),摇匀,封盖。置于高压罐中,放入微波溶样装置内,按选定好的程序进行微波消解。冷却后将试样移入200 mL容量瓶中,用水定容,摇匀。采用ICP-AES法,按选定的工作条件测定。

1.4 工作曲线绘制

为了避免混合标准溶液中元素过多导致相互影响,本试验将待测元素标准溶液分为两组。第一组: CaO 、 Al_2O_3 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 ;第二组: SiO_2 。在本方法确定的工作条件下测定各组混合标准溶液,绘制各元素的工作曲线。各元素采用的波长、混合标准溶液的浓度范围及所得工作曲线的线性相关系数见表1。

表1 分析线波长、标准溶液浓度范围和工作曲线线性相关系数

组分	波长/nm	浓度范围/ (μg·mL ⁻¹)	工作曲线的 线性相关系数
SiO_2	288.158	0~50	0.999 960
Fe_2O_3	238.204	0~100	0.999 969
TiO_2	323.452	0~10	0.999 979
CaO	396.847	0~100	0.999 970
Al_2O_3	308.215	0~100	0.999 915

2 结果与讨论

2.1 微波溶样条件试验

微波溶样效果主要由加热压力、时间及溶解试剂3大因素决定。本试验在同一微波消解条件下采用

* 王本辉:男,1977年生,硕士。
E-mail: wangbenhui_2003@163.com
收稿日期:2010-04-16

编辑:黄卫国

不同的混合酸为消解液,对样品进行了溶解试验,溶解效果见表2。由表2可以看出:样品除在1[#]消解液中不能完全溶解外,在其他几种消解液中均可以完全溶解。但在后期ICP-AES分析中的用酸原则是尽量用少量的酸,再考虑到这几种无机酸对谱线强度的影响程度是按HCl→HNO₃→HClO₄→H₃PO₄→H₂SO₄的顺序递增的,因此决定采用稀HCl(1+5)(即4[#])为消解液。

表2 不同消解液的溶解效果

试剂	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]	5 [#]	6 [#]	7 [#]
浓HCl/mL	12	5	0	0	0	0	0
稀HCl(1+5)/mL	0	0	0	10	10	10	10
HF/mL	0	0	0	0	0	0	0
HNO ₃ /mL	0	2	1	0	0	0	0
H ₃ PO ₄ /mL	0	3	9	0	1	2	5
现象	有沉淀	清晰	清晰	清晰	清晰	清晰	清晰

在稀HCl(1+5)消解液中,采用不同的微波消解条件进行了溶样试验,溶解效果见表3。从表3可以看出,样品在这几种不同的微波消解条件下都可以完全消解。为提高工作效率和保证样品完全消解,选用0.5 MPa 2 min和1.0 MPa 10 min二段消解控制方式较为适宜,既可防止消解初期溶样杯内压力过大而产生危险,又能保证较高的消解效率。

表3 不同微波消解条件下的溶样效果

样品	预置压力/MPa	时间/min	功率/W	现象
1 [#]	1.0	10	600	清晰
2 [#]	1.5	5	600	清晰
3 [#]	1.5	10	600	清晰
4 [#]	2.0	5	800	清晰

2.2 基体效应

为考察MgO基体对测定SiO₂、Fe₂O₃、TiO₂、CaO、Al₂O₃的影响,对不同量的MgO基体对待测元素谱线强度的影响进行了试验,结果见表4。从表4可以看出:各待测元素谱线强度随基体MgO质量分数的增加均呈现出不规律的变化,有增感也有抑制。这是因为Mg是一个具有中等激发电位和中等电离电位的元素,它的光谱行为是s电子参加跃迁,谱线较简单,但它有较强的扩散线,易造成背景干扰。且如此大量的基体Mg元素进入等离子体,改变了光谱的激发条件,使 $I = ac$ 式中各有关参量不再固定不变,谱线强度与分析物浓度也偏离了严格的正比关系^[2]。为控制激发条件,改善Mg的散射光影响,须加入与样品相同量

的MgO基体,使样品中待测元素的谱线行为与标准溶液中的趋于一致。表4结果还表明, $w(\text{MgO})$ 从80%变化到90%,而谱线强度变化幅度不大,特别是在中间偏高段(如90%附近),谱线强度相对较稳定。故对校准曲线进行基体匹配时,选择MgO的质量分数为90%。

表4 MgO对待测元素谱线强度的影响

元素	$w(\text{MgO})/\%$							
	80	83	85	88	90	92	93	94
Si	3 196	3 131	3 189	3 229	3 212	3 214	3 236	3 242
Fe	2 539	2 520	2 534	2 495	2 494	2 470	2 498	2 440
Al	2 976	2 882	2 945	2 995	2 956	2 936	2 967	2 959
Ti	16 730	17 000	17 160	17 180	17 330	17 230	17 100	17 020
Ca	391 600	390 000	388 500	389 050	386 000	388 200	389 050	389 200

2.3 精密度和准确度

选择镁质耐火材料标样BCS319和94-1,采用本法对它们连续进行了6次平行测定,计算6次测定结果的平均值和相对标准偏差,结果见表5。由表5可见:方法的相对标准偏差(RSD)小于3%,说明本方法具有较好的精密度;测定结果的平均值与标样的标准值基本一致,说明本方法具有较好的准确度。

表5 样品的分析结果($n=6$)

组分	BCS319			电熔镁砂94-1		
	标准值	平均值	RSD	标准值	平均值	RSD
SiO ₂	1.55	1.52	2.19	1.09	1.15	0.80
CaO	2.28	2.19	0.45	1.83	1.86	0.48
Al ₂ O ₃	0.97	0.98	1.10	0.34	0.28	1.13
Fe ₂ O ₃	4.63	4.65	1.20	0.06	0.58	1.70
TiO ₂	0.03	0.03	2.39	0.016	0.010	2.60

3 结论

与传统分析方法相比,采用微波消解-ICP-AES法测定镁质耐火材料中SiO₂、Al₂O₃、Fe₂O₃、TiO₂、CaO等次量及微量成分,具有分析速度快,步骤简单,提高了分析效率等优点。从方法的精密度以及与标准样品的比较结果来看,此法具有较高的精密度和准确度,可为工艺研究、生产和分析提供可靠的数据。

参考文献

- [1] 辛仁轩. 等离子体发射光谱分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 95-103.
- [2] 寿曼立. 仪器分析(二): 发射光谱分析[M]. 北京: 地质出版社, 1980: 232-233.

微波消解-ICP-AES法测定镁质耐火材料中次量及微量成分

作者: [王本辉](#), [梁献雷](#)
作者单位: [中钢集团洛阳耐火材料研究院有限公司, 河南洛阳, 471039](#)
刊名: [耐火材料](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名: [REFRACTORIES](#)
年, 卷(期): 2010, 44(6)

参考文献(2条)

1. [辛仁轩](#) [等离子体发射光谱分析](#) 2004
2. [寿曼立](#) [仪器分析\(二\):发射光谱分析](#) 1980

本文读者也读过(4条)

1. [赵庆令](#). [ZHAO Qing-ling](#) [ICP-AES法测定石灰石、白云石中的Al₂O₃, CaO, TFe₂ O₃, MgO, MnO, SiO₂, TiO₂](#)[期刊论文]-[分析测试技术与仪器](#)2009, 15(3)
2. [张德平](#). [王鸿燕](#). [鲁化一](#). [孟健](#) [稀土镁合金中元素的ICP分析方法研究](#)[会议论文]-2007
3. [刘丰海](#). [孙广平](#). [王春光](#). [范禹](#) [镍基合金中元素的ICP分析方法研究](#)[期刊论文]-[汽轮机技术](#)2004, 46(3)
4. [魏春艳](#). [董玉兰](#). [刘刚耀](#). [姜秀芹](#) [ICP-AES法测定铁矿石中SiO₂, CaO, MgO, Al₂O₃, MnO和TiO₂](#)[期刊论文]-[冶金分析](#) 2004, 24(1)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_nhcl201006015.aspx