

# ICP-AES 法测定钢铁及合金中痕量钪

毛延晖

(冶金部钢铁研究总院 北京 100081)

**摘要** 本方法用硝酸盐分解试样, ICP-AES 法直接测定钢铁及合金中的痕量钪。方法简单、快速, 干扰少, 灵敏度高。测定下限达到 0.00005%, 测定精度在 10% 以内。

**关键词** 等离子体 发射光谱 钪

钪属于稀有金属之列, 在金属及其合金中的应用还不广泛。测定方法有沉淀分离-极谱法<sup>[1]</sup>、ICP-AES 法<sup>[2]</sup>和 ICP-MS 法<sup>[3]</sup>。用 ICP-AES 法测定金属及合金中痕量钪报道较少。本文考察了 ICP-AES 法测定金属及合金中的干扰情况, 针对 GH169 高温合金, 做了样品加入回收试验和样品分析。提出了测定钢铁及其合金中痕量钪的方法。方法简便、快速, 灵敏度高, 测定下限达到 0.00005% 以下, 精密度在 10% 以内。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

SPECTROFLAME-ICP D 型光谱仪 (双单道扫描) (德国), 配 Dell425s/L Optiplex 计算机。

发生器: 频率 27.12MHz, 自激方式

光谱仪: 焦距 750mm, 光栅刻线 2400 条/mm, 分辨率 0.55nm/mm

雾化器: 同心雾化器

雾室: 双层锥形雾化室

进样方式: 蠕动泵进样

测量方式: 直接定位测量

盐酸、硝酸为优级纯 (GR)

水: 一次离子交换水, 再经二次石英蒸馏

钪标准溶液: 贮备液 1000 $\mu\text{g}$  Sc/ml

标准系列配制: 为消除基体影响, 采用不含钪的相似高温合金试样 (称 0.5000g, 定容 100ml) 打底, 并分别加入 0, 0.005, 0.010, 0.020, 0.070, 0.10 $\mu\text{g}/\text{ml}$  的钪, 用二次水稀释至刻度摇匀 (当天配制)。

### 1.2 实验方法

**1.2.1 试样分解:** 称取 0.2500g 试样于 100ml 烧

杯中, 加入 5ml 混合酸 (HCl + HNO<sub>3</sub> 为 5 + 1 或 7 + 1), 然后置低温电炉上加热溶解。待试样溶解后, 取下冷却, 转移至 50ml 容量瓶中, 用二次水洗涤烧杯, 并入容量瓶中, 再稀释至刻度, 摇匀, 待测量用。

**1.2.2 测量步骤:** 点燃等离子体火焰后, 预热 20~30min, 待仪器稳定后, 调整好各种参数。按计算机提示进行光学系统校准, 选择 Sc 361.384nm 的波长进行测定。

## 2 结果与讨论

### 2.1 仪器最佳测量参数的选择

对 ICP-AES 法的测量参数: 功率、载气压力, 观测高度等进行选择, 如图 1~3, 由图可见, 功率选为 1200W, 载气压力选为 2.8bar, 观测高度选为线圈上方 11~12mm 处。其它参数选择为: 冷却气 15L/min, 辅助气 0.5L/min, 预冲洗时间为 30s, 积分时间为 1s, 进样速度 2.0ml/min。

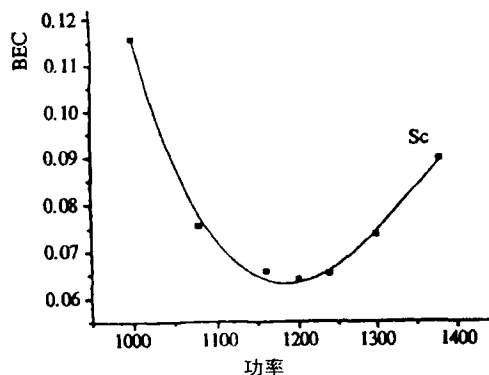


图 1 功率的影响曲线

### 2.2 酸用量及种类的影响

选择了 ICP-AES 法测量分解试样常用的 5 种

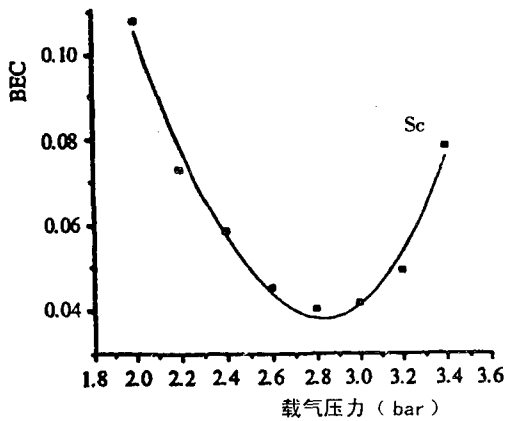


图2 载气压力影响曲线

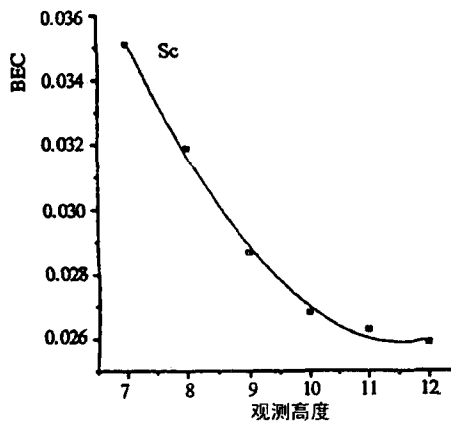


图3 观测高度影响曲线

酸 (HCl, HNO<sub>3</sub>, HCl + HNO<sub>3</sub>, HClO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), 分别做了其用量对测量信号的影响试验, 试验表明, 除了 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 对测量信号有较明显的抑制外, 在实验所做的用量范围内没有明显的影响。因此, 在分解试样时, 对 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 的用量应注意, 最好控制在 5% 以内。

### 2.3 共存元素的影响

就高温合金中常见的 15 种合金元素进行了干扰试验, 见表 1 及图 4 和图 5, 由图表可见, 铜和钨对 Sc 361.384nm 有谱线重叠干扰, 而 Mo 在 Sc 361.384nm 附近有强峰, 故使 Sc 361.384nm 处的背景显著增高, 同样 Zr, Cr 在 Sc 361.384nm 附近有强的干扰峰, 使得 Sc 361.384nm 处的背景增高。Ni 在 Sc 361.384nm 处也有背景增高现象, 但从回收试验来看影响都不大。针对 GH169 高温金合, 不含 W, 含 Cu 量在 0.0x%, 故不存在谱线重叠干扰, 因此测量时不用分离就可直接测定, 但基于高温合金是一种较为复杂的合金, 存在一定的基体效应和背景增高现象, 故测定痕量钪时采用不含钪的相似合金打底作工作曲线,

以消除诸如基体效应、背景增高等影响。

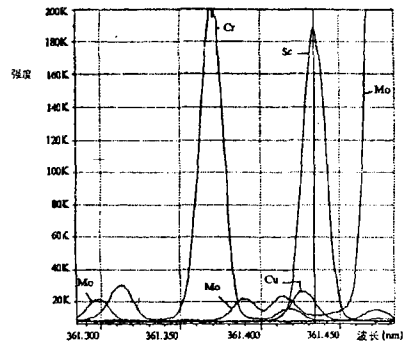


图4 Sc 的谱线扫描图

Sc 361.384nm, C<sub>Sc</sub> = 1.0μg/ml

浓度: Cr 5.0mg/ml; Co 5.0mg/ml; Mo 4.0mg/ml;

Mn 5.0mg/ml; Cu 5.0mg/ml。

积分时间: 100ms; 功率: 1200W。

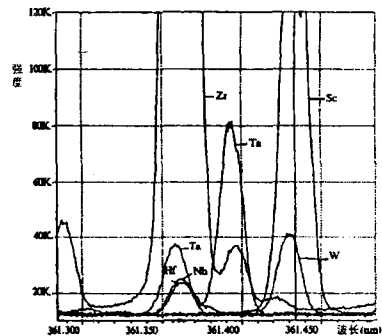


图5 Sc 361.384nm 扫描谱线图

Sc 361.384nm, C<sub>Sc</sub> = 1.0μg/ml

浓度: Zr 0.25mg/ml; Ta 2.0mg/ml;

W 0.25mg/ml; V 0.25mg/ml;

Ti 0.24mg/ml; Al 2.0mg/ml; Nb 0.25mg/ml; Hf 0.25mg/ml。

积分时间: 100ms; 功率: 1200W。

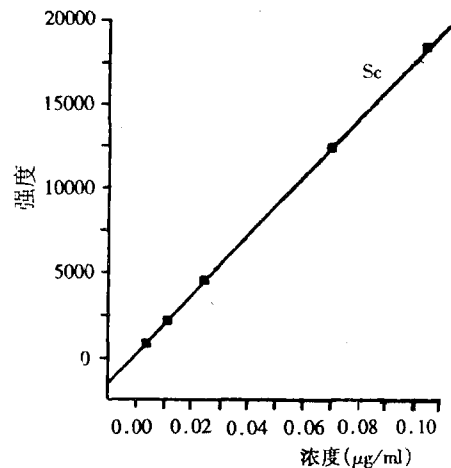


图6 样品分析工作曲线

表1 共存元素的影响

干扰元素	Fe	Ni	Cr	Co	Cu	Mo	Mn	V
干扰限量 (mg/ml)	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	4.0	5.0	0.25
回收率 (%)	99	97	96	96	谱线重	背景增	98	107
(Sc 361.384nm)					叠干扰	高干扰		

干扰元素	Ti	Al	Zr	Hf	Nb	Ta	W
干扰限量 (mg/ml)	0.24	2.0	0.25	0.25	0.20	2.0	0.25
回收率 (%)	102	101	强峰背景	101	105	102	重叠干扰
(Sc 361.384nm)			增高干扰				

注: 干扰元素试验中, 加入钪的浓度为 1.0 $\mu$ g/ml。

表3 样品分析结果

试样名称	本法测定值 (%) <sup>*</sup>	RSD (%)
GH169-1	0.000087	7.4
GH169-2	0.000265	11.5
GH169-3	0.000115	8.5
GH169-4	0.000109	8.8
GH169-5	0.000055	6.2

<sup>\*</sup> n = 6。

### 3 样品加入回收试验及样品分析

针对 GH169 高温合金试样进行了加入回收试验, 其回收率都在 90% ~ 110% 之内 (见表 2)。并对 GH169 系列标准样品进行试样分析, 结果见表 3, 表 3 中每个数据为 6 次分析的平均结果, 其统计的相对标准偏差 RSD 大多在 10% 以内。

表2 样品加入回收试验

试样名称	Sc 的加入量 ( $\mu$ g/ml)	测量值 ( $\mu$ g/ml)	回收率 (%)
GH169-2	0.005	0.0046	92.0
GH169-3	0.010	0.011	110
GH169-4	0.050	0.0498	99.6
GH169-1	0.10	0.102	102

### 4 结论

经测量参数的选择、干扰试验、样品加入回收试验和样品分析, 表明本方法适用于不含 W 的钢铁及高温合金材料中痕量钪的测定。方法简便、快速, 灵敏度高。测定下限达到 0.00005%。

#### 参考文献

- [1] 张进才等. 冶金分析, 1990, 10 (4): 25
- [2] 王家凤. 光谱学与光谱分析, 1992, 12 (1): 72
- [3] 陈鼎. GH169 高温合金样品测试方法汇编, 1995

## Determination of trace Scandium (Sc) in Iron and Steel and its Alloy with Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrograph

Mao Yanhui

(The Center Iron and Steel Research Institute Beijing 100081)

**Abstract** Determination of trace scandium in Iron and Steel and its Alloy with Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrograph is simply, quickly Sensitive and less interference. Sample is directly measured after dissolved with nitric acid and chlorhydric acid. The determination Limit is to 0.00005% and the precision is in 10%.

**Key Words** Iron and steel and its Alloy Sc Icp-AES

(上接第 22 页)

## Determination of Alkali Elements in Carbon Fiber with ICP-AES

Liu Menggang

(National research institute of certification reference materials Beijing 100013)

**Abstract** The method and of determining Alkali metal and Alkaline earth metal with ICP-AES is presented. The pretreat method condition such as ash temperature is studied, as well as the optimum instrument condition is also studied. The recoveries are in the range of 100 to 110%. The results are satisfactory.

**Key words** ICP-AES Carbon Fiber Element Analysis