

电感耦合等离子体原子发射光谱法 测定铁铬铝纤维丝中钇

杨军红, 李 佗*, 翟通德, 李 娟

(西部金属材料股份有限公司理化检验中心, 陕西宝鸡 721014)

摘要: 采用 10 mL 盐酸(1+1)和 4 mL 硝酸(1+1)混合酸溶解样品, 选择 Y 371.030 nm 作为分析线, 建立了使用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定铁铬铝纤维丝中钇的方法。结果表明, 铁基体对测定结果有影响, 而合金元素铬、铝对测定结果基本无影响。使用基体匹配法绘制校准曲线可消除基体效应的影响。钇的质量浓度在 0.10~2.00 $\mu\text{g/mL}$ 范围内与发射强度呈线性, 校准曲线的线性回归方程为 $y=2\ 643.3\ x+1\ 261$, 线性相关系数 $r=0.999\ 9$ 。方法中钇的检出限为 0.001 0 $\mu\text{g/mL}$ 。按照实验方法测定两个样品中钇含量, 结果的相对标准偏差(RSD, $n=11$)分别为 2.2% 和 2.5%, 回收率为 95%~102%。结果与使用对硝基偶氮氯磷直接光度法的测定结果基本一致。

关键词: 电感耦合等离子体原子发射光谱法; 铁铬铝纤维丝; 钇

文献标志码: A

文章编号: 1000-7571(2016)02-0075-04

铁铬铝($\text{FeCr}_{20}\text{Al}_5$)合金是一种重要的电热合金, 通过集束拉拔可以制备成铁铬铝纤维, 再经过无纺技术铺制成纤维毡, 然后高温烧结成铁铬铝纤维滤材。这种制备成微米级的金属纤维及其制品, 在高温气体过滤、汽车尾气净化、燃烧器和燃气密封等方面有广泛的应用^[1]。铁铬铝合金中添加稀土元素 Y, 可以与 Fe 形成化合物(如 Y_2Fe_{17}), 能够增强合金的抗氧化性和抗热腐蚀能力, 而且冷加工性能和抗高温脆化性也随之提高^[2]。

鉴于 Y 在铁铬铝合金中的重要作用, 因此准确测定其含量就显得尤为重要。目前鲜见有关该合金中 Y 元素测定的相关报道。Y 的测定一般可以采用极谱法^[3]、离子色谱法^[4]、分光光度法^[5-6]和电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)^[7-8]等方法。ICP-AES 在测定元素时因其具有高的灵敏度及好的精密度、动态线性范围宽并且可以多元素同时测定等特点, 在金属元素测定的应用中日益广泛^[9-11]。本文采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铁铬铝纤维丝中 Y 含量, 确定了分析条件和 Y 元素的分析谱线, 并在选定条件下进行了精密度及回收率试验。结果表明, 方法用于铁铬铝纤维丝样品中 Y 的测定, 结果令人满意。

1 实验部分

1.1 主要仪器及参数

Prodigy 型高分辨率全谱电感耦合等离子体原子发射光谱仪(美国利曼公司), 仪器的最佳工作条件见表 1。

表 1 ICP-AES 工作条件

Table 1 Working conditions of ICP-AES

参数 Parameters	数值 Value
功率/kW	1.10
雾化气压力/MPa	0.36
冷却气流量/(L/min)	20.00
辅助气流量/(L/min)	0.50
溶液提升量/(mL/min)	1.40

1.2 主要试剂

Y 标准储备溶液(钢铁研究总院): 1.00 mg/mL; Y 标准工作溶液: 10.00 $\mu\text{g/mL}$, 由 Y 标准储备溶液逐级稀释而成; 纯铁(纯度不小于 99.99%)。

实验所用盐酸、硝酸等试剂均为优级纯; 实验用水为去离子水。

1.3 实验方法

1.3.1 样品处理

称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)铁铬铝纤维丝样

收稿日期: 2015-03-23

作者简介: 杨军红(1977-), 男, 高级工程师, 主要从事金属材料分析工作; E-mail: yangjunhong@sina.com

* 通讯联系人: 李 佗(1982-), 男, 高级工程师, 主要从事金属材料分析工作; E-mail: lit200504@hotmail.com

品于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(1+1)和 4 mL 硝酸(1+1),于 100 °C 电热板上加热溶解。待反应完全后,转移至 100 mL 容量瓶中,定容、摇匀,待测。

1.3.2 标准溶液系列的配制

分别称取 0.150 0 g 纯铁于 5 个 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(1+1)和 4 mL 硝酸(1+1),在 100 °C 电热板上加热溶解,待反应完全后,转移到 100 mL 容量瓶中,再分别加入 10.00 μg/mL Y 标准工作溶液 0、1.00、5.00、10.00、20.00 mL,定容、混匀。此标准溶液系列中 Y 的质量浓度分别为 0、0.10、0.50、1.00、2.00 μg/mL。

2 结果与讨论

2.1 溶样酸用量

铁铬铝纤维丝样品可以快速的溶解于盐酸-硝酸混合酸中,但酸的用量影响溶液粘度和表面张力,从而引起溶液进入等离子炬的速度和粒子分布的变化^[12]。在实验条件下,试验了盐酸和硝酸不同用量时,其对 Y 发射强度的影响。在实验中发现,盐酸和硝酸用量增加的同时,Y 的发射强度却略微呈下降趋势。实验选择使用 10 mL 盐酸(1+1)和 4 mL 硝酸(1+1)溶解铁铬铝纤维丝样品。

2.2 分析谱线

分析谱线选择的正确与否,对测定结果的正确度和精密度有着重要的影响。因此在分析谱线选择时要比较被测元素谱线的灵敏度及干扰等情况,从而确定“灵敏度高、光谱干扰小、背景较低、信噪比较

高的谱线”作为待测元素的分析谱线。选定谱线库提供的多条谱线,分别对 0.50 μg/mL Y 标准工作溶液以及样品溶液进行谱图扫描,根据扫描峰的形状及基体和共存元素对该峰的光谱干扰情况,选择峰形对称、信噪比高的谱线 Y 371.030 nm 作为 Y 的分析线。

2.3 基体和合金元素的影响

按照实验方法,分别测定了铁铬铝纤维丝中基体 Fe、合金元素 Cr 和 Al 对 Y 发射强度的影响。结果表明,1.50 mg/mL 基体 Fe(相当于实际样品中 $w(\text{Fe}) = 75\%$)对 Y 测定结果有一定的影响,而 0.40 mg/mL Cr(相当于实际样品中 $w(\text{Cr}) = 20\%$)和 0.10 mg/mL Al(相当于实际样品中 $w(\text{Al}) = 5\%$)对 Y 测定结果基本无影响。由于 Fe 大量基体在引入等离子体的同时,溶液的粘度和表面张力随之增大,从而造成溶液的雾化效率减小,参与激发的原子和离子数目也减少,最终造成 Y 的发射强度降低,使测定结果偏低^[13]。实验在配制标准溶液系列时采用基体匹配法,即在标准溶液系列中加入与试液中浓度一致的 Fe 来消除基体效应的影响。

2.4 校准曲线和检出限

在试验选定的条件下,测定标准溶液系列中 Y 的发射强度。以 Y 的质量浓度为横坐标,发射强度为纵坐标,绘制校准曲线,校准曲线的线性范围、线性回归方程和相关系数见表 2。在同样条件下对标准溶液系列中的空白溶液连续测定 11 次,以 3 倍标准偏差计算方法中 Y 的检出限,结果见表 2。

表 2 校准曲线的线性回归方程、相关系数和检出限

Table 2 Linear regression equation and correlation coefficient of calibration curve and detection limit

元素 Element	分析谱线 Spectral line/nm	线性范围 Linear range/(μg/mL)	线性回归方程 Linear regression equation	相关系数 Correlation coefficient	检出限 Detection limit/(μg/mL)
Y	371.030	0.10~2.00	$y=2\ 643.3\ x+1\ 261$	0.999 9	0.001 0

3 样品分析

按照实验方法测定两个铁铬铝纤维丝样品中

Y,进行精密度和加标回收试验,并将测定结果与使用硝基偶氮氯磷直接光度法^[14]的测定结果进行对比,见表 3。

表 3 铁铬铝纤维丝样品中 Y 的测定结果(n=11)

Table 3 Determination results of Y in iron-chromium-aluminum fiber samples

样品编号 Sample No.	测定值 Found/ (μg/mL)	平均值 Average/ (μg/mL)	RSD/ %	加入量 Added/ (μg/mL)	测得总量 Total found/ (μg/mL)	回收率 Recovery/%	对硝基偶氮氯磷直接光度法 p-nitrochlorophosphonazo spectrophotometry/(μg/mL)
1	0.96,0.98,0.92,0.98	0.95	2.2	0.50	1.46	102	0.94
	0.96,0.94,0.92,0.94			0.80	1.74	99	
	0.96,0.96,0.96			1.00	1.96	101	
2	0.36,0.36,0.35,0.36	0.36	2.5	0.20	0.55	95	0.36
	0.36,0.36,0.36,0.38			0.30	0.65	97	
	0.36,0.36,0.36			0.40	0.76	100	

参考文献:

- [1] 杨照玲,李建平,杨延安,等. 铁铬铝金属纤维的制备与性能[J]. 稀有金属材料与工程,2008,37(9):1684-1687.
YANG Zhao-ling, LI Jian-ping, YANG Yan-an, et al. Preparation and performance of the FeCrAl metallic fiber [J]. Rare Metal Materials and Engineering,2008,37(9): 1684-1687.
- [2] 李磊,孟广恩,吴双霞,等. 铁铬铝钇合金研制[J]. 稀土, 1988(3):8-13.
- [3] 杜芳艳. 极谱法测定茶叶中微量钇的研究[J]. 西北林学院学报,2006,21(4):123-125.
DU Fang-yan. Determination of trace yttrium in tea by oscillo polarography[J]. Journal of Northwest Forestry University,2006,21(4):123-125.
- [4] 徐焯,顾鑫荣,王乃芝. 离子色谱法测定黄金中钇[J]. 冶金分析,2005,25(5):46-48.
- [5] 翟庆洲,张晓霞. DBC-偶氮氯膦固相光度法测定稀土元素铈、镧、钇[J]. 分析试验室,2005,24(10):52-54.
ZHAI Qing-zhou, ZHANG Xiao-xia. Determination of rare earth elements cerium, europium, yttrium with DBC-chlorophosphonazo by solid phase spectrophotometry[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory,2005,24(10):52-54.
- [6] 安中庆,朱利亚,金娅秋,等. 分光光度法测定金合金中的钇、钇[J]. 贵金属,2010,31(1):21-24,28.
- [7] 齐荣,杨国武,韩美,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钛合金中钇[J]. 冶金分析,2014,34(2): 53-57.
QI Rong, YANG Guo-wu, HAN Mei, et al. Determination of lanthanum, cerium, yttrium in titanium alloys by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis,2014,34(2):53-57.
- [8] 庞纪士. ICP-AES法测定钛合金中微量钇[J]. 材料工程,1997(9):47-49.
PANG Ji-shi. Determination of trace yttrium in titanium alloys using ICP-AES[J]. Journal of Materials Engineering,1997(9):47-49.
- [9] 成勇,袁金红,彭慧仙,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钒钛高炉渣中钇[J]. 冶金分析,2014,34(11):18-23.
CHENG Yong, YUAN Jin-hong, PENG Hui-xian, et al. Determination of barium in vanadium-titanium blast slag by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Metallurgical Analysis,2014,34(11):18-23.
- [10] 刘洁. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定增碳剂中钇和钙[J]. 冶金分析,2015,35(1):77-80.
LIU Jie. Determination of titanium and calcium in re-carburized by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Metallurgical Analysis,2015,35(1):77-80.
- [11] 白石花,莫平英,陈吉祥. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定锌铝合金中锡铅铁[J]. 冶金分析,2014,34(11):77-80.
BAI Shi-hua, MO Ping-ying, CHEN Ji-xiang. Determination of tin, lead and iron in zinc-aluminum alloy by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis,2014,34(11):77-80.
- [12] 朱立光,张燕平,王杏娟,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定保护渣中氧化钾和氧化钠[J]. 冶金分析,2014,34(11):28-31.
ZHU Li-guang, ZHANG Yan-ping, WANG Xing-juan, et al. Determination of potassium oxide and sodium oxide in mold flux by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Metallurgical Analysis,2014,34(11):28-31.
- [13] 辛任轩. 等离子体发射光谱[M]. 北京. 化学工业出版社,2006:156.
- [14] 马玉珊. 对硝基偶氮氯膦直接光度法测定钢及高温合金中微量钇[J]. 冶金分析,1985,5(3):37-39.

Determination of yttrium in iron-chromium-aluminum fiber by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

YANG Jun-hong, LI Tuo*, ZHAI Tong-de, LI Juan

(Physics & Chemistry Inspection Center for Western Metal Materials Co., Ltd., Baoji 721014, China)

Abstract: The sample was dissolved with 10 mL of hydrochloric acid (1+1) and 4 mL of nitric acid (1+1). Y 371.030 nm was selected as the analytical line. The determination method of yttrium in iron-chromium-aluminum fiber by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) was established.

The results showed that the determination results were affected by iron matrix, while the alloying elements including chromium and aluminum had no influence. The matrix effect was eliminated by preparation of calibration curve using matrix matching method. The mass concentration of yttrium in range of 0.10-2.00 $\mu\text{g/mL}$ was linear to the emission intensity. The linear regression equation of calibration curve was $y=2\ 643.3\ x+1\ 261$ with linear correlation coefficient of $r=0.999\ 9$. The detection limit of yttrium was 0.001 0 $\mu\text{g/mL}$. The content of yttrium in two samples was determined according to the experimental method. The relative standard deviation (RSD, $n=11$) was 2.2% and 2.5%, respectively. The recoveries were between 95% and 102%. The found results were consistent with those obtained by *p*-nitrochlorophosphonazo spectrophotometry.

Key words: inductively coupled plasma atomic emission spectrometry; iron-chromium-aluminum fiber; yttrium

ThermoFisher
SCIENTIFIC

请扫码关注:赛默飞世尔科技中国官方微信



赛默飞与北京大学签署战略合作框架协议

——携手促进应用科学领域创新科技转化

2016年1月25日,北京——科学服务领域的世界领导者赛默飞世尔科技(以下简称:赛默飞)近日与北京大学签署战略合作框架协议,双方将携手加速生命科学和自然科学领域,尤其是整合可持续性解决方案、生物医学科学、转化医学和材料科学等方面的科技创新,共同推进研发成果向应用市场的转化。

赛默飞中国区总裁江志成表示:“此次合作与中国‘十三五’核心理念中的‘创新’和‘共享’高度契合。我们将为研究机构提供优异转化平台,实现科技创新产品从研发到市场的对接,加速应用科学领域的科技进步。”北京大学产业技术研究院副院长、北京大学科技开发部副部长兼北京大学技术转移中心主任李士杰表示:“通过与赛默飞的合作,我们不仅可以在技术层面上获得优异支持,更可以在创新科技转化效率方面获得显著提升,让我们研发的科技产品有更多机会为民所用。”

赛默飞致力于通过创新科技产品与服务,帮助客户使世界更健康、更清洁、更安全。此次与国内顶尖高校北京大学签订战略合作,旨在通过基础和应用生命科学研究,推进基础知识发展,同时加强互惠科研交流,并针对战略合作期间的研究发现开发相关应用。该合作模式的成功经验未来会将有望推广到中国其他科研机构,甚至覆盖亚太地区。