

文章编号:1003-7837(2004)02-0148-03

ICP-AES法测定炼钢孕育剂中的钡

徐立, 谢辉, 赖心

(广州有色金属研究院分析检测研究中心, 广东 广州 510651)

摘要:用电感耦合等离子体光谱法测定炼钢孕育剂中的钡,先将样品中的钡转化成 BaCO_3 沉淀,再转化成 Ba^{2+} ,并选择合适的谱线及仪器参数.该法操作简便、分析快速,相对标准偏差小于1%($n=6$),加料回收率96.1%~99.1%.

关键词:孕育剂;钡;发射光谱分析

中图分类号:0657.31 **文献标识码:**A

孕育剂是近年来用于炼钢的一种新型试剂.密度大的钡加入到炼钢炉中,有利于造渣除杂,提高钢的质量.目前,钡的测定方法有光度法和重量法.对于孕育剂中钡的测定,如采用重量法^[1],则手续烦琐,试剂消耗量大,分析周期长;如采用光度法^[2],钙和稀土干扰测定,且钙、镁和稀土的允许量较低.本文提出了用熔融无水碳酸钠,使钡转化为碳酸钡,通过过滤除去大量的钠、硅及部分干扰元素,用盐酸溶解碳酸钡,以ICP光谱法在455.4 nm处测定钡^[3].

1 试验部分

1.1 仪器和试剂

JY-390型顺序扫描等离子光谱仪;ICP光源:ICP-RD₂高频等离子光源(北京师大);ICP炬管:三同心石英管;雾化器:LB型玻璃气雾化器(广西冶金研究所).

碳酸钠(AR);氢氧化钠(AR);盐酸(AR);钡标准液:用碳酸钡(光谱纯)配制;二次离子交换水.

1.2 试样溶液的制备

称取样品0.1~0.2 g(称准至0.0002 g),置于预先放入2 g无水碳酸钠的石墨坩埚中,加入2 g氢氧化钠混匀,再覆盖0.5 g无水碳酸钠,然后在电炉

上烤去水分,于喷灯上熔融,稍冷,放入盛有50 mL热水的200 mL烧杯中浸取,冷却后用慢速滤纸过滤,用热的10 g/L碳酸钠溶液洗涤烧杯4次,沉淀8~10次,用20 mL热盐酸(1+1)溶解沉淀于原烧杯中,用热水洗涤滤纸至无黄色后,再洗3~4次,溶液定容于200 mL容量瓶中.在制备样品溶液的同时,做空白试验.

1.3 测试

吸取上清液,稀释10倍(控制Ba含量在0~5 mg/L),用ICP光谱仪测定钡含量.

$$u(\text{Ba}) = \frac{(\rho - \rho_0) \times 10 \times 200 \times 10^{-6}}{m} \times 100\%$$

式中: ρ ——测定样品溶液中钡的质量浓度,mg/L;
 ρ_0 ——测得空白溶液中钡的质量浓度,mg/L; m ——称取样品的质量,g;10——稀释的倍数;200——定容的体积,mL.

2 试验条件的选择

2.1 样品溶液的制备

将2.5 g无水碳酸钠及2 g氢氧化钠置于石墨坩埚中熔融,使钡全部转化为碳酸钡沉淀,然后用慢速滤纸过滤,用热的10 g/L碳酸钠溶液洗涤除去钠、硅等干扰元素,盐酸溶解碳酸钡后,用ICP光谱

法测定 Ba.

2.2 光谱测定条件

2.2.1 分析线的选择

Ba 的灵敏线有 455.4 nm ,233.5 nm 及 263.5 nm ,其中 455.4 nm 最灵敏^[3].考虑试样成分较简单 ,主要含 Si ,Fe ,Ca 及稀土 ,并且 ICP 光谱法测定的试液经过稀释后所含杂质少 ,而灵敏度要求高 ,故采用 455.4 nm 作为分析线 .

2.2.2 电参数的选择

试验数据列于表 1.考虑到电流大小对 ICP 仪器的承受力及稳定性的影响 ,以及 Ba 的光强已足够高 ,故选择 B 条件 .

表 1 电参数

Table 1 Electrical parameters

编号	栅流/A	板压/kV	板流/mA	光强值
A	0.70	2.9	0.12	39421
B	0.75	3.0	0.13	56033
C	0.81	3.3	0.14	66491
D	0.86	3.5	0.15	67566

注：Ba 的质量浓度 1 mg/L

2.2.3 载气压力的选择

载气压力与光强关系的试验结果见图 1.从图 1 可见 ,载气压力为 0.13 ~ 0.14 MPa 时 ,光强出现峰值 ,故试验选择载气压力为 0.14 MPa .

2.2.4 火焰观察高度的选择

火焰观察高度试验结果示于图 2.考虑到火焰高度在 7 mm 处光强已足够灵敏 ,同时当仪器共用时 ,测定其它元素通常定在此焰高处 ,故选择火焰观察高度为线圈上方 7 mm .

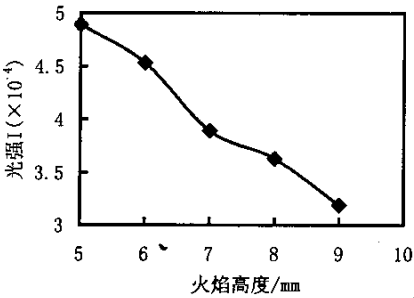


图 2 观测高度曲线
Fig.2 Observing height curve

3 试验结果与讨论

3.1 共存元素的影响

孕育剂约含 67% ~ 70% 硅 ,20% 铁 ,0.1% ~ 10% 钙及少量镁和稀土等 .样品经熔融浸取过滤后 ,大量的硅、钠、铝等进入滤液而被分离 ,不干扰测定 .溶液经稀释 ,在上述光谱条件下 ,对 Fe ,Ca 等共存元素对测定 Ba 的影响进行了试验 ,测得 100 mg/L Fe 标准溶液在 455.4 nm 处引起的光强变化只相当于 0.00085 mg/L 的 Ba ,而试样溶液中只含约 10 ~ 20 mg/L Fe ,故对 Ba 的光谱测定无明显影响^[4].试样溶液中其它共存元素 Ca ,Mg 和稀土等含量少 ,经试验对测定 Ba 无影响 .

3.2 方法的准确度

对上述两个试样进行加料回收试验 ,结果列于表 2.由表 2 可知 ,加料回收率为 96.1% ~ 99.1% .

3.3 方法的精密度

对实际样品进行分析测定 ,并与重量法比较 ,结果列于表 3.从表 3 可知 ,测定的相对标准偏差小于 1% .

表 2 加料回收试验结果
Table 2 Results of recovery test

样品名称	加入 Ba 量 /mg	测得 Ba 量 /mg	回收率 /%
孕育剂 1 号	2.000	1.928	96.4
	4.000	3.844	96.1
孕育剂 2 号	2.000	1.982	99.1
	4.000	3.878	97.0

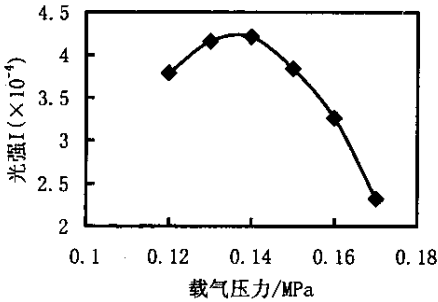


图 1 载气压力对光强的影响

Fig.1 Effect of carrier gas pressure on light intensity

表 3 样品分析结果($n = 6$)
Table 3 Analytical results of the samples

样品名称	光谱法			重量法测定 $u(\text{Ba})$
	测定值 $u(\text{Ba})/\%$	平均值 $u(\text{Ba})/\%$	相对标准偏差 $\%$	$\%$
孕育剂 1 号	2.37 2.38 2.39 , 2.39 2.39 2.41	2.39	0.56	2.39
孕育剂 2 号	2.51 2.51 2.51 , 2.53 2.54 2.55	2.52	0.73	2.56

4 结 论

建立了等离子体原子发射光谱法测定孕育剂中钡的新方法. 该法分析结果与重量法分析结果一致 , 加料回收率为 96.1% ~ 99.1% , 相对标准偏差小于 1.0%($n = 6$) , 分析流程简单、检测快速、结果准确 , 具有较高的使用价值 , 可用于在线分析 .

参考文献 :
[1] 北京矿冶研究总院分析室 . 矿石及有色金属分析手册 [M]. 北京 : 冶金工业出版社 , 1990 . 128 .
[2] 孙龄高 , 郭玉竹 , 丁杏春 . 国内高灵敏度光度法手册 [M]. 北京 : 中国标准出版社 , 1996 . 9 .
[3] M 汤普森 , J N 沃尔升 . ICP 光谱分析指南 [M]. 符斌 , 殷欣平 , 译 . 北京 : 冶金工业出版社 , 1991 . 103 .
[4] 陈成坤 . 电感耦合等离子体光谱法原理和应用 [M]. 天津 : 南开大学出版社 , 1987 . 232 .

Determination of barium in steel-making inoculant by
plasma atomic emission spectrometry

XU Li , XIE Hui , LAI Xin

(Analytical and Testing Research Center , Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals , Guangzhou 510651 , Chi-
na)

Abstract : During determination of barium in inoculant by plasma spectrometry , barium in the sample is firstly converted to BaCO₃ deposit and then to Ba²⁺ , and suitable spectrum lines and instrumental parameters are selected . This method is simple in operation and rapid in determination . The relative standard deviation is less than 1.0% ($n = 6$) and the standard addition recovery is 96.1% – 99.1% .

Key words : inoculant ; barium ; emission spectrometric analysis