ICP分析法测定炼铁除尘灰中的K, Na, Pb, Zn

张宪康¹ 宋丹丹²

1. 安阳钢铁股份有限公司 河南 安阳 455004

2. 安阳学院 河南 安阳 455004

摘要: 本研究采用ICP分析法对炼铁除尘灰中的K、Na、Pb、Zn元素进行准确测定。通过优化仪器工作条件、配制标准溶液、严格样品预处理及测定流程, 确保分析结果的准确性和可靠性。研究建立各元素的工作曲线, 实现对样品中元素含量的精确定量。

关键词: ICP分析法; 炼铁除尘灰; K; Na; Pb; Zn

1 ICP 分析法原理及仪器概述

1.1 ICP分析法原理

ICP工作原理主要基于电感耦合等离子体(ICP)技术。ICP是一种高温、高密度的等离子体源, 它能够将样品中的原子或分子激发到高能态, 从而产生特征光谱。这些特征光谱包含了样品中元素的种类和浓度信息。当高频电磁场作用于工作气体(如氩气)时, 气体分子被电离形成等离子体。这种等离子体具有极高的温度和能量, 为样品激发提供了理想的条件。在ICP环境中, 样品原子被激发并产生特定波长的光, 这些光随后被光谱检测器捕捉, 并转化为元素分析数据。

1.2 ICP分析仪器

本实验所采用的ICP为赛默飞科技公司的Thermo iCAP7400型全谱直读等离子体原子发射光谱仪的7400型设备, 配耐氢氟酸进样系统。其主要分析参数如下: 高频发射功率1150W, 辅助气为氩气, 流量 $0.5\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$, 雾化器气体流量 $0.70\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$, 冷却气流量 $12\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$, 蠕动泵转速 $50\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$, 样品冲洗时间30s, 测定积分时间30s。

主要试剂

硝酸: ($\rho = 1.42\text{g}/\text{ml}$);

氢氟酸: ($\rho = 1.15\text{g}/\text{ml}$);

K_2O 、 Na_2O 、Pb、Zn含铁尘泥标准样品(山东冶金研究院);

实验所用试剂均为优级纯, 水为去离子水。

2 炼铁除尘灰样品的采集与预处理

2.1 样品采集

炼铁除尘灰样品的采集是一个关键步骤, 它直接影响到后续分析的准确性和可靠性。在采集过程中, 需要遵循以下原则: 首先, 选择具有代表性的采样点, 确保采集的样品能够真实反映整个除尘灰的特性。其次, 采用适当的采样工具, 如干净、无污染的不锈钢或塑料勺, 以避免对样品造成污染。在采集时, 应在不同位

置、不同深度进行多点取样, 以确保样品的均匀性和代表性, 采样过程中应记录详细的信息, 如采样时间、地点、环境条件等, 以便后续分析时进行参考。

2.2 样品预处理

炼铁除尘灰样品的预处理是分析前的一个重要步骤, 它旨在消除样品中的干扰因素, 提高分析的准确性和灵敏度。预处理方法通常包括几个步骤: 首先, 对样品进行干燥处理, 以去除其中的水分, 避免在分析过程中对结果产生影响。其次, 根据分析方法的需要, 对样品进行研磨或筛分处理, 以得到符合分析要求的颗粒大小。对于含有有机物的样品, 可能还需要进行消解处理, 以消除有机物对分析结果的干扰。在预处理过程中, 需要严格控制操作条件, 避免对样品造成污染或损失。应记录详细的预处理步骤和条件, 以便后续分析时进行参考。预处理完成后, 样品即可进行ICP分析或其他相关的分析测试。

3 ICP 分析法测定炼铁除尘灰中 K、Na、Pb、Zn 的实验方法

3.1 标准溶液的配制

在进行ICP分析法测定炼铁除尘灰中K、Na、Pb、Zn等元素之前, 首先需要配制一系列标准溶液。标准溶液的配制是确保分析准确性的基础, 它提供了用于建立工作曲线和校正测量的基准。标准溶液的配制步骤: 对于K、Na、Pb、Zn等元素, 选择市售含铁尘泥标准物质, 本实验选用的标准物质见下表:

表1 绘制工作曲线所选择的标准样品

标样	$\text{K}_2\text{O}\%$	$\text{Na}_2\text{O}\%$	Pb%	Zn%
110	0.55	1.2	0.014	0.15
107	5.45	2.19	0.026	0.3
135	0.0049	0.0087	0.0005	0.0031
131	2.36	0.6	0.15	2.64
128	4.69	8.13	0.35	5.81

将称取好的基准物质置于烧杯中, 加入适量的酸

(如硝酸、盐酸或氢氟酸等)进行溶解。溶解过程中应注意控制酸的浓度和温度,以避免对基准物质造成损失或引入杂质。将溶解后的溶液转移至容量瓶中,并用去离子水稀释至刻度线。容量瓶的选择应根据所需的溶液体积和精度来确定。根据需要分析的元素种类和浓度范围,将各元素的标准溶液按一定比例混合,得到混合标准溶液。混合标准溶液的浓度应覆盖待测样品中可能存在的元素浓度范围。为了建立工作曲线,需要对混合标准溶液进行梯度稀释,得到一系列不同浓度的标准溶液。这些标准溶液将用于后续的分析测量和校正。

3.2 仪器工作条件优化

谱线选择

各元素的标准溶液配制完成后,用等离子体原子发射光谱仪分别在共存被测元素的分析线波长处扫描待测元素背景信号强度值,结果表明各待测元素间基本无干扰。因此从K、Na、Pb、Zn元素的谱线中选择灵敏度高的谱线为分析线。如表2所示。

表2 元素的最好分析谱线

元素	K	Na	Pb	Zn
谱线的波长nm	766.49	589.59	220.35	213.86

在进行ICP分析之前,需要对仪器的工作条件进行优化,以确保分析的准确性和稳定性。仪器工作条件的优化包括RF功率、观测方式、观测高度、冷却气流速、辅助气流速等参数的调整。仪器工作条件优化的步骤:RF功率是影响ICP炬焰温度和等离子体密度的关键因素。通过调整RF功率,可以控制等离子体的温度和稳定性,从而影响分析灵敏度和精度。一般来说,随着RF功率的增加,等离子体温度和密度会增加,但过高的功率可能会导致炬焰不稳定或仪器损坏。需要根据具体样品和分析要求选择合适的RF功率。ICP光谱仪的观测方式包括垂直观测和水平观测两种。垂直观测方式具有背景干扰小的优点,适用于高灵敏度分析;水平观测方式则适用于多元素同时分析。根据待测元素和分析要求选择合适的观测方式。观测高度是指光谱仪检测器与ICP炬焰之间的距离。通过调整观测高度,可以优化光谱信号的强度和信噪比。一般来说,观测高度过高会导致信号强度减弱,而观测高度过低则可能受到炬焰中颗粒物的干扰,需要根据具体样品和分析要求选择合适的观测高度。冷却气流速和辅助气流速是影响ICP炬焰稳定性和分析灵敏度的关键因素。冷却气流速用于冷却炬管和保护光学系统,辅助气流速则用于包裹样品溶液并防止其扩散。通过调整冷却气流速和辅助气流速,可以优化等离子体的稳定性和分析灵敏度。

3.3 标准曲线的绘制

试验采用挑选5个市售标准样品配制成梯度合理的标准系列溶液,采用ICP测定各个元素的信号强度,绘制成各个元素的强度-含量校准工作曲线。实验结果表明,用该标准系列溶液绘制的标准曲线线性关系良好,并能根据试样中被测元素的含量变化灵活地调节曲线的线性范围,结果见表3。

表3 校准曲线的线性方程、相关系数及线性范围

元素	线性范围 $\omega/\%$	相关系数
K ₂ O	0.005-5.5	0.9992
Na ₂ O	0.009-8.2	0.9996
Pb	0.0005-0.35	0.9993
Zn	0.003-5.8	0.9995

3.4 样品测定

在进行样品测定之前,需要对待测样品进行预处理,如干燥、研磨、筛分等步骤,以确保样品符合分析要求。预处理完成后,即可进行ICP分析测定。样品测定的步骤:将预处理后的样品置于烧杯中,加入适量的酸(如硝酸、盐酸或氢氟酸)进行溶解。溶解过程中应注意控制酸的浓度和温度,以避免对样品造成损失或引入杂质。溶解完成后,将溶液转移至容量瓶中,并用去离子水稀释至刻度线。将制备好的样品溶液通过蠕动泵或注射器等进样装置引入ICP光谱仪中。进样过程中应控制进样速度和进样量,以避免对分析结果产生影响。在仪器工作条件优化完成且稳定后,开始对待测样品进行分析测量。分析过程中应记录光谱信号的强度和波长等信息,并根据标准溶液建立的工作曲线计算出待测元素的浓度。对分析测量得到的数据进行处理和分析,包括去除异常值、计算平均值、绘制浓度分布图等步骤^[1]。根据处理后的数据可以评估待测样品中K、Na、Pb、Zn等元素的含量和分布情况。

4 炼铁除尘灰中K、Na、Pb、Zn的测定

4.1 样品溶液的测定结果与数据处理

在完成炼铁除尘灰中K、Na、Pb、Zn的ICP分析测定后,获得了大量的原始数据,这些数据以光谱信号的强度形式存在,反映了样品中各元素的相对含量。需要对这些数据进行科学处理,以便准确解读和表示测定结果。数据处理步骤:首先,对原始光谱信号进行校正,消除背景噪声、基线漂移等干扰因素。这通常通过扣除空白样品(即不含待测元素的溶液)的光谱信号来实现,确保测量结果的准确性。利用已知浓度的标准溶液系列,建立各元素浓度与光谱信号强度之间的关系曲线,即工作曲线。工作曲线应具有良好的线性关系,且

相关系数接近1, 以确保测量结果的可靠性。将样品溶液的光谱信号强度代入对应元素的工作曲线中, 通过插值或回归计算得出样品中各元素的浓度。这一步骤是数据处理的核心, 直接关系到测定结果的准确性。对测定结果进行质量控制, 包括检查异常值、剔除离群点、计算平均值和标准差等统计指标, 以确保数据的稳定性和可靠性。

4.2 元素含量的计算

元素含量的计算是炼铁除尘灰中K、Na、Pb、Zn测定的重要环节, 它直接关系到测定结果的准确性和实用性。在计算元素含量时, 需要综合考虑样品的质量、测定体积、稀释倍数等因素。计算步骤: 准确称量样品的质量, 这是计算元素含量的基础。根据样品溶液的制备过程, 确定用于测定的溶液体积。如果样品溶液经过稀释, 还需考虑稀释倍数对测定体积的影响。将测定得到的光谱信号强度代入对应元素的工作曲线中, 计算出样品溶液中各元素的浓度。

4.3 测定结果的重复性与精密度评估

测定结果的重复性与精密度是评估炼铁除尘灰中K、Na、Pb、Zn测定方法可靠性的重要指标。通过评估, 可以了解测定结果的稳定性和一致性, 为后续的数据分析和应用提供有力支持。评估方法: 在相同的测定条件下, 对同一样品进行多次测定, 计算各次测定结果之间的相对标准偏差(RSD)。RSD越小, 说明测定结果的重复性越好。通过比较测定结果与已知浓度的标准溶液或参考物质的值, 计算测定结果的准确度(如回收率)和精密度(如标准偏差或相对标准偏差)。准确度反映了

测定结果与真实值的接近程度, 而精密度则反映了测定结果的稳定性和一致性。

精密度和准确度

为了考察测定结果的精密度和准确度, 按实验方法及选定的条件对YSBC287132-2022中各元素进行10次测定, 结果见表4。

从表4中可以看出该钕铁标样中K₂O、Na₂O、Pb、Zn测定结果的相对标准偏差小于1.0%。测定值与标准值相符。

表4 精密度和准确度实验结果

元素	K ₂ O	Na ₂ O	Pb	Zn
测定值 ω/%	0.172	0.088	0.051	0.312
	0.171	0.086	0.052	0.311
	0.173	0.086	0.051	0.312
	0.171	0.087	0.051	0.311
	0.172	0.087	0.052	0.311
	0.174	0.088	0.051	0.310
	0.172	0.087	0.052	0.312
	0.173	0.087	0.052	0.309
	0.172	0.088	0.051	0.312
	0.171	0.086	0.051	0.311
平均值ω/%	0.172	0.087	0.051	0.311
标准值ω/%	0.170	0.087	0.051	0.310
相对标准偏差(%) RSD	0.55	0.89	0.96	0.30

加标回收试验

选择2个除尘灰试样进行加标回收试验, 结果见表5。由表5可知: 本方法加标回收率在98.0%-102%之间, 结果具有较高的准确度。

表5 回收试验结果

元素	样品1				样品2			
	测定值/%	加标量/%	测得总量/%	回收率/%	测定值/%	加标量/%	测得总量/%	回收率/%
K ₂ O	4.2	0.5	4.71	102	2.1	0.5	2.61	102
Na ₂ O	6.1	0.5	6.605	101	1.6	0.5	2.11	102
Pb	0.15	0.05	0.201	102	0.25	0.05	0.299	98
Zn	2.2	0.5	2.72	104	4.8	0.5	5.29	98

结束语

通过本次ICP分析法测定炼铁除尘灰中的K、Na、Pb、Zn元素研究, 我们不仅掌握各元素的准确含量, 还验证ICP分析法在复杂样品分析中的优越性能。未来, 我们将继续探索更高效的样品预处理方法、更优化的仪器工作条件, 以进一步提升分析的准确性和效率。同时也期待将这一方法应用于更多领域的元素分析, 为科研和生产实践提供更强大的技术支持。

参考文献

[1]马东华.论高炉炼铁节能降耗及资源合理利用技术

[J].冶金与材料,2020,40(06):71-72.

[2]宋世涛,梁红星,王拓,肖峰,赵振江.低成本炼铁生产实践[J].甘肃冶金,2020,42(06):19-23+26.

[3]何红梅.熔融制样-X射线荧光光谱法测定矿石中的锡[J].江西化工,2022,38(01):61-65.

[4]雷占昌,韩斯琴图,蒋常菊,梁慧贞.过氧化钠碱熔-电感耦合等离子体质谱法测定原生矿石中的锡[J].岩矿测试,2019,38(03):326-332.