

钢及合金中微量硼的快速测定

李怡然

安阳钢铁股份有限公司 河南 安阳 455000

摘要: 本文探讨了硼元素在钢及合金中的重要作用,包括提高淬透性和节约贵重合金元素,详细介绍了硼元素的物理与化学性质及其在钢及合金中的应用机理。重点研究了电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)在钢及合金中微量硼快速测定中的应用,包括方法原理、实验步骤、方法优化与验证。该方法具有灵敏度高、检测限低、分析速度快等优点,适用于钢及合金中微量硼的快速、准确测定。文章还探讨了微量硼测定方法的应用场景与效果,以及未来的发展趋势,如更高灵敏度与准确性、现场快速检测、智能化与自动化、多元素协同分析等。

关键词: 钢及合金; 微量硼; 快速测定; 分析方法

引言: 在钢铁及合金工业中,微量硼元素的含量对材料的性能有着至关重要的影响。准确、快速地测定钢及合金中微量硼的含量,对于优化生产工艺、控制产品质量以及开发新型材料都具有重要意义。近年来,随着分析技术的不断发展,多种快速测定微量硼的方法应运而生,本文将围绕钢及合金中微量硼的快速测定展开深入探讨。

1 硼元素在钢及合金中的重要作用

1.1 提高淬透性

在钢及合金的性能提升方面,淬透性是一个至关重要的指标。硼元素的加入能够显著提高钢及合金的淬透性。当钢在淬火过程中,淬透性决定了其能够获得理想组织和性能的深度。普通钢在淬火时,由于淬透性有限,往往只能在表面形成马氏体组织,而心部仍然是硬度较低的铁素体或珠光体组织,这使得钢的整体性能受到限制。而微量硼的存在,能够在不显著增加合金成本的前提下,极大地改善钢的淬透性。硼原子在钢中主要以间隙固溶的形式存在,它能够吸附在晶界上,降低晶界能,从而阻碍奥氏体向铁素体、珠光体等组织的转变,使得钢在淬火时能够获得更深层的马氏体组织,提高钢的硬度、强度和韧性等综合性能。例如,在汽车制造行业中广泛使用的渗碳钢,通过添加微量硼,能够在保证表面高硬度和耐磨性的同时,使心部具有良好的韧性,有效提高汽车零部件的使用寿命和可靠性。

1.2 节约贵重合金元素

在钢及合金的生产过程中,贵重合金元素如镍、铬、钼等的使用成本较高。而硼元素的合理添加,可以在一定程度上替代部分贵重合金元素的作用,从而实现节约成本的目的。由于硼能够显著提高钢的淬透性,在满足相同性能要求的情况下,可以适当减少其他贵重合

金元素的添加量^[1]。例如,在一些低合金高强度钢的生产中,原本需要添加较多的铬、钼等元素来保证钢的淬透性和强度,通过添加微量硼后,可以降低这些贵重合金元素的用量,同时仍然保持钢的优良性能。这不仅降低了生产成本,还减少了对稀有资源的依赖,对于钢铁及合金行业的可持续发展具有重要意义。

2 硼元素的性质及其在钢及合金中的应用

2.1 硼元素的物理与化学性质

硼元素在元素周期表中位于第二周期第ⅢA族,原子序数为5,相对原子质量为10.81。硼具有多种同素异形体,常见的有无定形硼和晶体硼。无定形硼为棕色粉末,晶体硼呈灰黑色。硼的熔点较高,约为2076℃,沸点为3927℃。从化学性质来看,硼在常温下化学性质相对稳定,不易与氧气、水等发生反应。但在高温条件下,硼表现出较强的化学活性,能够与氧气反应生成三氧化二硼(B_2O_3),与氮气反应生成氮化硼(BN),与金属元素反应形成各种金属硼化物。这些化合物具有独特的物理和化学性质,在材料科学等领域有着广泛的应用。

2.2 硼在钢及合金中的作用机理

硼在钢及合金中的作用机理较为复杂,主要与硼原子在钢中的存在状态和分布有关。如硼原子在钢中主要以间隙固溶的形式存在,并且倾向于吸附在晶界、亚晶界等晶体缺陷处。这种分布状态使得硼能够有效地降低晶界能,阻碍晶界的迁移和晶粒的长大。在钢的加热和冷却过程中,硼的存在会影响相变过程。在奥氏体化过程中,硼能够延缓碳化物的溶解,使奥氏体中的碳含量分布更加均匀,从而影响后续的相变组织和性能。在淬火过程中,硼吸附在晶界上,抑制了铁素体和珠光体的形成,促进了马氏体的转变,提高钢的淬透性^[2]。另外,硼与钢中的其他元素如铁、碳等形成的化合物,也会对

钢的性能产生影响,如硼化物的析出可以起到弥散强化的作用,进一步提高钢的强度和硬度。

3 钢及合金中微量硼的快速测定方法

3.1 测定方法

目前,用于钢及合金中微量硼测定的方法有多种,如电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)、原子吸收光谱法(AAS)、分光光度法等。考虑到快速测定的需求以及方法的准确性、经济性和可操作性,本研究选择电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)作为钢及合金中微量硼快速测定的主要方法。ICP-MS是一种将电感耦合等离子体离子源与质谱仪相结合的分析技术,具有灵敏度高、检测限低、分析速度快、多元素同时测定等优点,能够满足钢及合金中微量硼快速、准确测定的要求。

3.2 方法原理与实验步骤

3.2.1 方法原理

电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)的基本原理是利用电感耦合等离子体(ICP)作为离子源,将样品中的原子或分子电离成离子,然后通过质谱仪对离子进行质量分析。在ICP离子源中,样品溶液被雾化成气溶胶,然后进入高温(约6000-10000K)的等离子体中。在等离子体的高温环境下,样品中的原子被激发、电离,形成各种离子。这些离子在电场的作用下加速进入质谱仪,质谱仪根据离子的质荷比(m/z)对离子进行分离和检测。通过测量不同质荷比离子的强度,可以确定样品中各种元素的含量。对于硼元素的测定,选择合适的硼同位素(如 ^{11}B)进行检测,根据其离子强度与标准样品中硼同位素离子强度的比较,计算出样品中硼元素的含量。

3.2.2 实验步骤

(1) 样品制备:将钢及合金样品切割成小块,准确称取一定质量(约0.1-0.5g)的样品置于聚四氟乙烯烧杯中。加入适量的混合酸(如氢氟酸-硝酸混合酸),在低温电热板上加热溶解样品。溶解过程中要注意控制温度和酸的用量,避免样品飞溅和元素挥发损失。待样品完全溶解后,将溶液冷却至室温,然后转移至容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀备用^[3]。

(2) 标准溶液配制:准确称取一定量的硼标准物质(如硼酸),用适量的酸溶解后,配制成一系列不同浓度的硼标准溶液(如0.1 μ g/mL、0.5 μ g/mL、1.0 μ g/mL、5.0 μ g/mL、10.0 μ g/mL)。将标准溶液转移至容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀备用。

(3) 仪器调试:打开电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS),按照仪器操作手册进行仪器的预热、初始化和参数设置。设置合适的等离子体功率、雾化气流

量、辅助气流量等参数,以确保仪器处于最佳工作状态。同时,对质谱仪的质量扫描范围、分辨率等参数进行优化,选择合适的硼同位素(如 ^{11}B)进行检测。

(4) 样品测定:将配制好的标准溶液和样品溶液依次引入ICP-MS中进行测定。按照浓度由低到高的顺序测定标准溶液,绘制标准曲线。然后测定样品溶液,根据标准曲线计算出样品中硼元素的含量。每个样品平行测定3次,取平均值作为测定结果。

3.3 方法优化与验证

3.3.1 方法优化

为了提高电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定钢及合金中微量硼的准确性和灵敏度,对实验条件进行了优化。在样品制备方面,通过改变混合酸的比例和溶解温度,研究其对样品溶解效果和硼元素回收率的影响。实验结果表明,当氢氟酸与硝酸的体积比为3:1,溶解温度控制在80 $^{\circ}$ C左右时,样品能够完全溶解,且硼元素的回收率较高。在仪器参数方面,对等离子体功率、雾化气流量、辅助气流量等参数进行了优化。通过实验发现,当等离子体功率为1350W,雾化气流量为0.8L/min,辅助气流量为0.2L/min时,硼元素的检测信号强度最大,背景干扰最小。另外,还对质谱仪的质量扫描范围和分辨率进行优化,选择合适的积分时间和扫描次数,以提高测定的准确性和重复性。

3.3.2 方法验证

为了验证优化后的电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定钢及合金中微量硼的准确性和可靠性,采用标准物质验证和加标回收实验进行验证。选择与样品基体相似的标准物质,按照上述实验步骤进行测定,将测定结果与标准物质的标准值进行比较。实验结果表明,测定值与标准值之间的相对误差在 $\pm 5\%$ 以内,说明该方法具有较高的准确性。在加标回收实验中,向已知硼含量的样品中加入一定量的硼标准溶液,按照实验步骤进行测定,计算加标回收率。实验结果显示,加标回收率在95%-105%之间,表明该方法具有良好的可靠性和准确性,能够满足钢及合金中微量硼快速测定的要求。

4 微量硼测定方法的应用场景与效果

4.1 应用场景

钢及合金中微量硼快速测定方法在多个领域有着广泛的应用场景,在钢铁生产企业中,该方法可用于生产过程中的质量控制。在炼钢过程中,实时监测钢水中微量硼的含量,能够及时调整生产工艺参数,确保钢材的质量符合要求。例如,在生产高强度汽车用钢时,精确控制微量硼的含量可以保证钢材具有良好的淬透性和综合力学性

能。在合金材料研发领域，该方法可以帮助研究人员快速准确地测定合金中微量硼的含量，研究硼元素对合金性能的影响规律，从而开发出性能更优异的合金材料。在材料质量检验机构中，该方法也可用于对钢及合金产品进行质量检测，为产品质量评估提供科学依据^[4]。

4.2 应用效果

通过实际应用，电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定钢及合金中微量硼取得了良好的效果。该方法具有分析速度快特点，单个样品的测定时间仅需几分钟，能够满足钢铁生产企业对快速检测的需求，大大提高了生产效率。在准确性方面，该方法的检测限低，能够准确测定钢及合金中痕量（ $\mu\text{g/g}$ 级）的硼元素含量，测定结果的相对误差较小，能够为质量控制和产品研发提供可靠的数据支持。同时，该方法可以实现多元素同时测定，不仅可以测定硼元素，还可以同时测定钢及合金中的其他微量元素，为全面了解材料的成分和性能提供了便利。此外，该方法的自动化程度高，操作相对简便，减少了人为误差，提高了分析结果的重复性和稳定性。

5 微量硼快速测定技术的发展趋势

随着钢铁及合金行业对产品质量要求的不断提高，以及新材料研发的持续推进，对钢及合金中微量硼快速测定技术也提出更高的要求，未来该技术将朝着以下几个方向发展。

5.1 更高灵敏度与准确性：为满足对更低含量硼元素的准确测定需求，研发具有更高灵敏度和准确性的检测技术将是重要方向。一方面，进一步优化现有ICP-MS技术，通过改进离子源设计、优化质谱仪性能等方式，降低检测限，提高测量精度。另一方面，探索新的检测原理和技术，如基于纳米材料的传感器技术，利用纳米材料独特的物理化学性质，开发高灵敏度的硼元素检测传感器，实现对微量硼的快速、精准检测。

5.2 现场快速检测：在钢铁生产现场，实时获取钢水中微量硼的含量信息对于及时调整生产工艺至关重要。因此，便携式、现场快速检测设备的研发将成为趋势。未来的检测设备将朝着小型化、集成化方向发展，结合微流控技术、便携式质谱仪等，实现对钢及合金中微量

硼的现场快速测定，减少样品运输和实验室检测的时间成本，提高生产效率。

5.3 智能化与自动化：随着人工智能和自动化技术的发展，微量硼测定技术将与这些技术深度融合。通过引入机器学习算法，对大量的检测数据进行分析 and 处理，实现对检测过程的智能优化和故障诊断。自动化检测系统将更加完善，从样品的自动采集、处理到数据的自动分析和报告生成，实现全流程自动化，减少人为操作误差，提高检测结果的可靠性和稳定性。

5.4 多元素协同分析：钢及合金中元素种类繁多，各元素之间相互作用对材料性能有着重要影响。未来的微量硼测定技术将不仅仅局限于硼元素的单独测定，而是朝着多元素协同分析方向发展。结合先进的光谱、质谱技术，实现对钢及合金中多种微量元素的同时快速测定，并深入研究各元素之间的协同作用机制，为新材料的研发和生产提供更全面的成分分析数据支持。

结束语

综上所述，电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）在钢及合金中微量硼的快速测定中展现出显著优势，为钢铁及合金行业的质量控制和产品研发提供有力支持。随着技术的不断发展，微量硼测定方法将朝着更高灵敏度、现场快速检测、智能化与自动化、多元素协同分析等方向发展，进一步满足行业对高质量、高性能材料的需求。未来，期待看到更多创新性的技术突破，为钢铁及合金行业的发展注入新的活力。

参考文献

- [1]贾云海,孙晓飞,袁良经.分析仪器长期稳定性表征方法研究[J].冶金分析.2019,(1).05-23.
- [2]王娇娜,周西林,刘迪,等.光电直读原子发射光谱法测定钢球中碳、硅、锰、磷和硫的含量[J].理化检验(化学分册).2018,(3).30-25.
- [3]缪小吉,宋璐,麻恒,等.激光冲击对18CrNiMo7-6齿轮钢气体渗碳影响研究[J].航空制造技术.2020,63(17).71-75.
- [4]康前飞,杨卫民,魏坤霞,等.离子氮铝共渗方法及对42CrMo钢组织性能的影响[J].表面技术.2023,52(1).394-400.