

密闭微波消解法测定钢铁样品中的硼
Microwave Decomposition for the Determination of Boron in Steel Samples

即使在低浓度($\mu\text{g/g}$)的情况下,硼会对钢的多种物理性能如硬度、可模锻性、可焊接性和淬透性都有不利影响。含2% (质量分数) 硼的钢被核电厂用来存储和运输燃料棒,富含 ^{10}B 的钢具有吸收热中子的性能从而提供充分的辐射屏蔽。因此,对硼含量进行高精度和高准确的分析对于保证特种材料经济而可靠的生产具有十分重要的意义。

1 仪器

样品的消解采用奥地利安东帕公司(Anton Paar GmbH)的Multiwave 3000微波消解仪,配16MF100转子[100 mL PTFE-TFM 反应罐,程序压力2.0 MPa(20 bar)],带p/T传感器。元素分析是在PerkinElmer公司的Optima 3300 DV等离子体原子发射光谱仪(ICP-OES)上进行(轴向观测,分析波长249.677 nm)。

2 样品与主要试剂

EURONORM CRM 287-1钢中的硼欧洲标样,样品取样量200 mg。3 mL HCl[优级纯,30% (体积分数,下同),美国Merck公司],1 mL HNO_3 (亚蒸馏,65%),0.5 mL HF (优级纯,40%,美国Merck公司),0.5 mL H_3PO_4 (优级纯,85%,美国Merck公司)。

3 消解步骤

(1) 样品称量。注意:带插入温度传感器的参比罐必须放样品。

(2) 加入试剂。为了防止钢铁样品的钝化,必须按照以下次序加入:先加HCl,等待10 min后,分别加入 HNO_3 、HF和 H_3PO_4 。

(3) 在Multiwave 3000微波消解仪中对样品和空白进行消解。消解程序见表1。消解后得到透明、绿色的溶液,无任何沉淀。

表1 样品微波消解升温程序

步骤	功率(Power) P/W	t/min		风扇 Fan
		爬坡(Ramp)	保持(Hold)	
1	1000	10	30	1
2	0	0	15	3

(4) 样品溶液稀释。用超纯水将样品精确定容至20 mL。如需进一步稀释,也要用超纯水。对空白溶液进行相同操作,空白溶液可用来配制标准溶液或进行空白检查。

(5) 校准。用空白溶液和5个在线性范围内的标准溶

液进行校准。空白溶液和标准溶液的配制是用相同组成的酸和与样品溶液中相同浓度的Fe、Ni和Cr组成。另外用随机样品溶液进行标准添加试验。

(6) ICP-OES测定。硼在ICP-OES测定过程中往往具有较高和持续的空白,并且冲出速度较慢。因为全质子化的硼酸容易吸附在仪器的管路表面并在雾化器内挥发。实验证明,稀HF(HF与水体积比为1:20)具有最好冲出效果。

4 方法特点和不确定度

微波消解是对钢铁试样进行快速分解的非常有效的途径。密闭式压力反应罐可防止酸的蒸发和挥发性元素的损失,并且微波消解加热快速,钢样可以用最少体积的酸溶解。

本文对用微波消解ICP-OES法测定硼的分析精度、再现性、重复性和准确度等进行了考察和优化,并且对记忆效应、光谱干扰、漂移补偿、离子体参数、回收率、内标和外标的使用及依据国际公认标准的可溯源性进行了研究。

本项工作研究的目的是根据《EURACHEM/CITAC 量化分析测量不确定度指南》^[1]的要求开发一种经验证的测定方法。根据该指南,本文对认证分析过程及获得主要影响因素进行了相关统计。

对于含1.80% (质量分数) 硼的钢的分析,其总不确定度被评定为0.02% (标准偏差),相当于相对标准偏差(RSD)为1.1%。相关的研究表明^[2],在整个分析方法的不确定度中,来自于样品制备步骤的贡献远远小于ICP-OES仪器不稳定性的影响(见图1)。

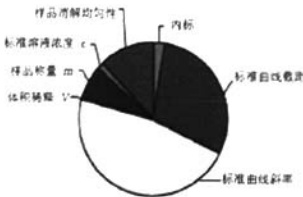


图1 分析过程中相关步骤对方法不确定度的贡献

5 参考文献

[1] EURACHEM. Quantifying uncertainty in analytical measurement [ZB/OL]. <http://www.eurachem.org>, 2000.
[2] Christoph Moser. Uncertainty contribution evaluation of the method ICP-OES for boron measurement in steel[D]. Graz: Graz University of Technology, 2001.

奥地利安东帕有限公司供稿

奥地利安东帕有限公司上海代表处 地址:上海市北京西路1701号 静安中华大厦1002室
电话: +86-21-62887878 传真: 86-21-62886810 E-mail: info.cn@anton-paar.com

邮编: 200040
网址: www.anton-paar.com.cn