

Анализ стандартного образца ферросиликомарганца методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой

Лузянина П. А., Попкова Г. Н.

ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург, Россия, e-mail: analitik@icrm.ru

Аннотация: Исследованы возможности метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой для аттестации алюминия, кальция, титана и бора в стандартном образце ферросиликомарганца.

Ключевые слова: стандартный образец, ферросплавы, атомно-эмиссионный анализ, ферросиликомарганец, способы разложения, условия определения

Ферросплавы широко используются для раскисления и легирования различных сплавов, сталей, чугунов. Однако положительные влияния элементы, входящие в состав ферросплавов, оказывают только при определенных концентрациях. При более низких или высоких содержаниях вводимых элементов может проявляться негативный эффект. Вследствие этого важной аналитической задачей является контроль количественного состава ферросплавов, который можно осуществить благодаря использованию стандартных образцов [1].

Для анализа ферросплавов известны одноэлементные аналитические методы: титриметрия [2], гравиметрия [3], спектрофотометрия [4], потенциометрия [5] и атомно-абсорбционная спектроскопия [6], обладающие значительной продолжительностью и трудоёмкостью.

Целью данной работы была разработка методики определения алюминия, кальция, титана и бора в стандартном образце ферросиликомарганца ИСО Ф23-1 методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП).

Измерения проводили на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой iCAP 6500 DUO (Thermo Scientific, США), снабженном оптической системой Эшелле, радиочастотным генератором, полупроводниковым CID-детектором с термоэлектрическим охлаждением, плазменной горелкой и системой ввода образца с перистальтическим насосом.

Процесс разработки методики включал несколько этапов:

- выбор оптимальных длин волн эмиссионных спектров элементов;
- изучение влияния основных элементов, входящих в состав ферросплава;
- выбор способа подготовки проб для анализа;
- назначение метрологических характеристик методики

На выбранных длинах волн, обладающих наибольшей чувствительностью, проведена оптимизация операционных параметров регистрации спектров. На втором этапе работы были рассмотрены три способа перевода анализируемой пробы СО в раствор.

Первая методика разложения образца предполагала сплавление навески пробы с гидроксидом калия и последующим растворением плава в смеси соляной и фосфорной кислот. Вторая – растворение пробы с использованием азотной, фтористоводородной и хлорной кислот. В основе третьей методики лежит вариант разложения ферросиликомарганца в системе HotBlock [7]. После разложения в полученных растворах проб было определено содержание алюминия, кальция, титана и бора методом АЭС-ИСП. Измерение аналитического сигнала осуществляли на длинах волн наиболее чувствительных и свободных от спектральных наложений. Контроль правильности полученных результатов был произведен с использованием метода добавок.

Проведенные исследования позволили разработать методику одновременного определения изученных элементов в ферросиликомарганце методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой [8].

ЛИТЕРАТУРА

1. Кудрин В. А. Теория и технология производства стали: учебник для вузов. М.: Мир, ООО Издательство АСТ, 2003. 528 с.
2. ГОСТ 14250.1-90 Ферротитан. Метод определения титана. М.: Изд-во стандартов, 1991. 14 с.
3. ГОСТ 16591.4-87 (ИСО 4158-78) Силикомарганец. Методы определения кремния. М.: Изд-во стандартов, 1988. 9 с.
4. ГОСТ 16591.5-94 Ферросиликомарганец. Метод определения фосфора. М.: Изд-во стандартов, 1996. 6 с.
5. ГОСТ 16591.3-94 (ИСО 4159-78) Ферросиликомарганец. Методы определения марганца. М.: Изд-во стандартов, 1996. 9 с.
6. Химические и физико-химические методы анализа ферросплавов : Справоч. изд. / В. В. Степин [и др.]. М.: Металлургия, 1991, 282 с.
7. HotBlock. Система для гидролиза. Руководство по эксплуатации. Издание Environmental // ИнПроТех [сайт]. URL: <https://enprotech.ru/produktsiyan/obshhelaborotornoe-oborudovanie/environmental-express/sistema-razlozheniya-prob-hotblock/>
8. НДИ 01.04.154–2022 Силикокальций. Ферросиликомарганец. Определение массовой доли кальция, алюминия, титана, железа, фосфора, бора. Метод атомно-эмиссионного анализа с индуктивно связанной плазмой.