

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定高碳铬铁中的硅、磷、锰

李志华¹ 刘舟¹ 詹松¹ 黄涛宏² 端裕树²

(1 岛津企业管理(中国)有限公司 广州 510010; 2 岛津全球应用技术支持中心 上海 200052)

摘要 采用氢氟酸和高氯酸的混合酸为溶剂,微波消解法处理高碳铬铁样品,电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)测定溶液中的硅、磷和锰,利用仪器扣背景的功能消除高浓度基体的干扰。结果表明,样品不经基体匹配可以直接测定。方法的线性相关系数大于0.999 94,能够同时测定三种金属元素,具有快速、高效、清洁、污染少等优点,完全能满足分析的要求。

关键词 ICP-AES;高碳铬铁;硅;磷;锰

中图分类号:O657.31;TH744.11 **文献标识码**:A **文章编号**:2095-1035(2013)S0-0048-02

0 引言

高碳铬铁主要用作含碳较高的滚珠钢、工具钢和高速钢的合金剂,提高钢的淬透性,增加钢的耐磨性和硬度;用作铸铁的添加剂,改善铸铁的耐磨性和提高硬度,同时使铸铁具有良好的耐热性;用作无渣法生产硅铬合金和中、低、微碳铬铁的含铬原料;用作电解法生产金属铬的含铬原料;用作吹氧法冶炼不锈钢的原料。因其性能要求高,对其它低含量合金的多少也有很高的要求。目前,对以上三种元素的测量多以分光光度法测定,操作费时,结果易受其它因素干扰;另外因高碳铬铁含碳量在6%~10%,

不易被硝酸、硫酸等酸溶解,碱熔法则会因大量引入钠离子而影响目标元素的测量^[1-4]。

利用微波消解技术溶解样品,以ICP-AES法检测高碳铬铁样品中硅、磷、锰元素含量,方法的精密度和准确度均能满足要求。

1 实验部分

1.1 仪器

ICPS-7510 等离子体发射光谱仪(日本岛津公司),配氢氟酸进样系统。

仪器稳定后,按表1仪器工作条件测定。

表1 仪器工作条件

观测方向	等离子体气/(L·min ⁻¹)	辅助气/(L·min ⁻¹)	载气/(L·min ⁻¹)	高频频率/(MHz)	高频输出功率/(kW)	炬管类型	雾化器	雾化室
纵向	14	1.2	0.7	27.12	1.2	普通	同心	旋流

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液(1+1)浸泡24 h后,用去离子水冲洗,干燥备用;实验所用高氯酸、氢氟酸均为优级纯,实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称取0.2 g(精确至0.000 1 g)国家标准样品高碳铬铁(标准编号:GBW(E)09113-2010)置于消解

罐中,加入6 mL高氯酸,1 mL氢氟酸,放置2 h后,盖上消解罐盖,放入微波消解仪中按照设定程序消解。消解结束后冷却,取出。置于电热板上赶酸完全后,用去离子水定容至50 mL,摇匀备用;并按上述手续操作,制备试剂空白溶液,样品稀释10倍测硅。由于氢氟酸进样系统的配备,样品不需要去除氢氟酸,可以直接进样。

1.4 仪器参数和分析线的选择

利用软件的定性分析功能,可以挑选出光谱干扰少的、灵敏度高的合适波长;然后根据给出的半定量结果制定合适的标准曲线浓度点。

根据表 2 制备硅,磷,锰三元素的混合标准溶液,含硝酸(2%)。

表 2 不同元素标准曲线浓度					
元素	谱线/ nm	标准曲线浓度/(mg•L ⁻¹)			
		STD0	STD1	STD2	STD3
硅	251.612	0	20.00	40.00	60.00
磷	178.287	0	0.10	0.50	1.00
锰	260.569	0	2.00	4.00	6.00

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

各元素的标准曲线如图 1,2,3。

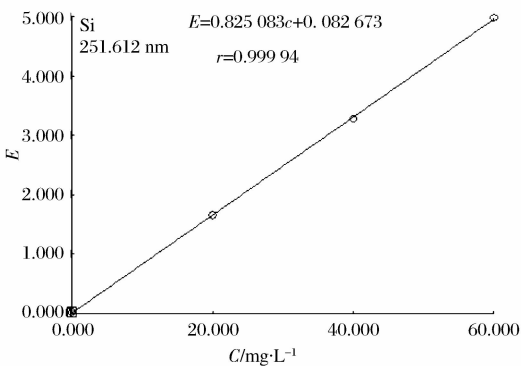


图 1 硅的标准曲线

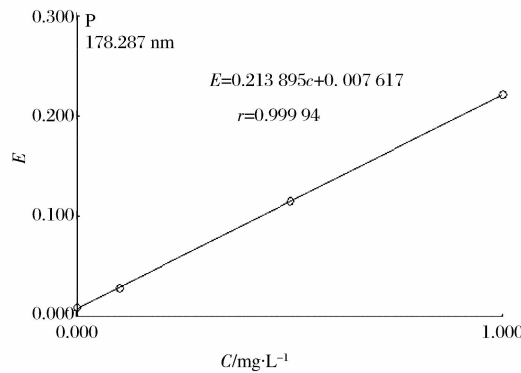


图 2 磷的标准曲线

2.2 方法的检出限

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定,取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限,其结果见表 3。

2.3 标准品测定结果的精密度及准确度

按实验方法对 GBW(E)09113-2010 标准物质

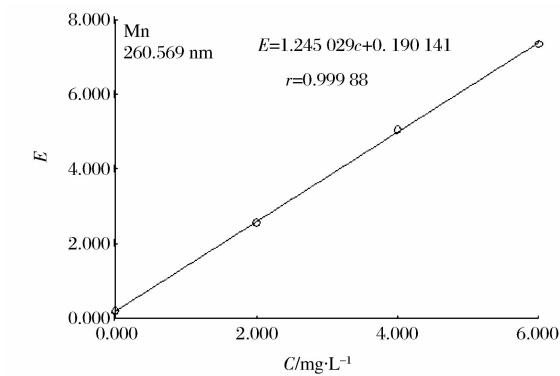


图 3 锰的标准曲线

进行分析,分析结果见表 4。从表 4 可以看出,方法的相对标准偏差 RSD 都小于 2%,测定结果与标准值基本吻合。方法准确、可靠。

表 3 各元素的检出限			
元素名称	硅	磷	锰
检出限/(mg•L ⁻¹)	0.04	0.01	0.36

表 4 质控 GBW(E)09113-2010 的测定结果及标准值 /%			
元素名称	硅	磷	锰
测定结果	2.31	0.01501	0.22
标准值	2.3±0.04	0.017±0.002	0.23±0.01
RSD	0.71	0.32	1.6

3 结论

重点研究了前处理过程,采用氢氟酸和高氯酸的混合酸为溶剂,微波消解法处理高碳铬铁样品,样品消解完全,去除了高碳的影响;ICPS-7510 测定溶液中的硅、磷和锰,利用仪器高分辨率和扣背景的功能消除高浓度基体的干扰,样品可以不经基体匹配直接测定,完全能满足高碳铬铁样品中杂质元素的测试要求。

参考文献

[1] 孙哲平. ICP-AES 法测定高碳铬铁中的硅[J]. 冶金分析,1994,14(6):32-34.

[2] 王振坤,李异,姚传刚,等. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高碳铬铁中硅磷[J]. 冶金分析,2010,30(2):62-65.

[3] 王彬果,徐静,赵靖,等. X 射线荧光光谱法测定电解锰中锰、硅、磷和铁含量[J]. 中国无机分析化学,2011,1(3):43-45.

[4] 戚淑芳,王莹,邓军华,等. 高碳铬铁中磷和锰的联合测定[J]. 冶金分析,2007,27(12):63-65.