

关键词

- ICP-5000
- 碳钢
- 硅和磷
- 微波消解

ICP-5000 测定碳钢中微量金属元素含量

Determination of trace Elements in the Steel by ICP-5000

李 丹 李 鹰

聚光科技（杭州）股份有限公司

技术特点

- 微波消解法处理碳钢
- 不同含量金属元素
- 多元素同时检测
- 硅和磷的分析

碳钢也叫碳素钢，主要指碳元素的含量小于2.11%的铁碳合金。碳素钢中的残余元素和杂质元素如锰、硅、镍、磷、硫、氧、氮等，对碳素钢的性能有影响。电感耦合等离子体发射光谱法可实现多元素的分析检测，具有分析速度快，动态范围大、精密性及抗干扰能力好等特点。

本文采用 ICP-5000 基体匹配法同时测定碳钢样品中微量的铬、锰、镍、磷和硅。结果令人满意，表明该法可用于实际碳钢样品分析检测。

样品前处理

称取 0.25g（准确至 0.0001g）样品于微波消解罐中，加入新鲜配制的王水，摇动后盖上密封盖，静置一夜。次日，将该样品装好防爆膜，置入微波消解仪中进行消解。程序结束后冷却至室温，打开罐盖用超纯水冲洗内盖及罐壁，将其定容至 25 mL，待测。

仪器配置

仪器：ICP-5000 等离子体原子发射光谱仪；双向观测（水平+垂直），分析参数见表 1。
进样系统：旋流雾化室，玻璃同心雾化器。
前处理设备：SmartLab HP-306DN 数字型精密电热板、Mill-Q 超纯水机。



表 1 ICP-5000 的仪器条件

参 数	设 置
RF 功率	1150 w
等离子观测	水平
冷却气	12 L/min
辅助气	1.00 L/min
雾化气	0.50 L/min
进样泵速	50 rpm
冲洗泵速	100 rpm
分析时间	长波 10 s, 短波 15s 智能积分

标准溶液配置

被测元素的标准溶液配制梯度见表 2，线性相关系数均大于 0.999。

表 2 各元素的标准溶度配制梯度 单位：mg/L

溶液编号	元素名称	标准溶液浓度
1	Cr、Mn、Ni、P、Si	0、1.0、2.0、8.0

方法检出限

按样品空白连续11次测定的3倍SD乘以稀释倍数计算样品中各个元素的方法检出限(MDL)，结果列于表3。

表3 被测元素的方法检出限 单位：mg/Kg

元素波长(nm)	MDL
Cr 267.716	0.061
Mn 257.610	0.018
Ni 352.454	0.083
P 213.618	0.672
Si 288.158	0.212

注：方法检出限=3 倍标准偏差×稀释倍数(0.25 g 到 25 mL)

结果

采用 ICP-5000 测定 5 个平行样品，考察各元素方法精密度和回收率，结果见表 4 所示。

表 4 碳钢中金属元素的分析结果 单位：mg/Kg

元 素	标准值	五个加标平行样的测定值					平均回收率(%)
		1	2	3	4	5	
Cr	1574	1560.01	1540.26	1515.31	1527.34	1586.3	98.21
Mn	365.2	364.89	369.88	361.35	359.75	360.6	99.48
Ni	43.99	40.12	42.38	41.81	43.59	42.15	95.50
P	92.88	88.18	93.25	89.36	95.12	91.28	98.45
Si	201.0	200.4	193.7	205.3	196.1	180.5	97.11

结论

本文采用ICP-5000测定碳钢样品中微量铬、锰、镍、磷和硅，考察方法精密度和回收率，结果表明回收率在95.50%~99.48%之间，表明ICP-5000可用于碳钢中微量元素分析。

参考文献

[1] GB 20125-2006，低合金钢 多元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法[S]. 2006.



聚光科技（杭州）股份有限公司
浙江省杭州市滨江（高新）区滨安路 760 号
邮编：310052
电话：0571-85012188
传真：0571-85012001
网址：www.fpi-inc.com
客服热线：400-7007-555



sysywfzb.list@fpi-inc.com