

ICP电感耦合等离子体发射光谱在金属材料分析中的应用数据

微波消解ICP-AES法测定磷铁中的锰和磷

摘要：本文介绍了采用微波消解样品前处理，结合ICP-AES内标法对磷铁中锰和磷元素同时测定的方法。实验结果表明，与传统的样品制备过程比较，微波消解样品前处理方法制备样品更加简便快速，一次溶样无需稀释直接测定，测定结果准确可靠。

关键词：材料 磷铁 ICP-AES 杂质元素 内标法

铁合金是一种重要的冶炼原料，主要用于铸造和合金冶炼时合金元素的加入剂和脱氧(还原)剂。冶炼高磷的钢板(集装箱钢、耐候钢)，在冶炼中需加入高磷的铁合金(如磷铁)，因此检测和控制磷等元素的含量比例非常重要。传统的方法主要将磷铁样品碱熔，进行对样品处理，但碱熔需要经混合助熔剂熔融，这样带来大量盐类，不利于ICP发射光谱仪的测定。而微波消解对磷铁溶样所用试剂少，又可在密闭容器中进行，其空白更容易控制。目前，微波消解与ICP发射光谱联用的技术已受到人们重视，应用于石化、冶金，生化等领域。本实验采用微波消解方法进行对试样的前处理，与ICP发射光谱相结合，使分析速度大大提高，操作简便，分析精度与准确度已达到甚至优于传统实验方法所规定的要求。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均用硝酸溶液(1+1)浸泡24小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用HNO₃、HCl和HF试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称取0.1000 g试样于消解罐中，加入适量的消解酸(6 mL 王水+2 mL HF)，盖上盖子，装好防爆膜，按仪器操作步骤装入微波装置内，然后按设定的程序进行微波消解。冷却后将试液移到150 mL聚四氟乙烯烧杯中，加5 mL HClO₄ 冒烟至完全，冷却后再移到100 mL容量瓶中，加1 mL 钇标液作为内标，去离子水定容至刻度，混匀待测。

2. 结果与讨论

2.1 测量参数和分析线的选择

仪器稳定后，按表1的仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向/纵向	同心	标准	旋流	1.2	14	0.7	27.12	1.2

2.2 标准曲线配制

称取 0.1000 g 高纯铁 4 份进行基体匹配, 同法前处理制成溶液, 根据磷铁中 Mn、P 的含量分别加入不同量的标液, 配制成系列标准溶液, 各元素浓度见表 2。

表 2 各元素标准曲线浓度及分析波长

元素	分析波长 (nm)	观测方式	标准曲线浓度 (mg/L)			
			Blank	STD1	STD2	STD3
Mn	257.610	纵向	0	1.00	4.00	10.0
P	177.499	轴向	0	50	100	300

2.3 各元素的标准曲线

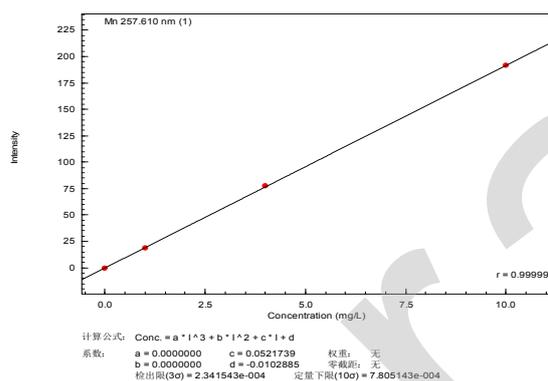


图 1 Mn 的标准曲线

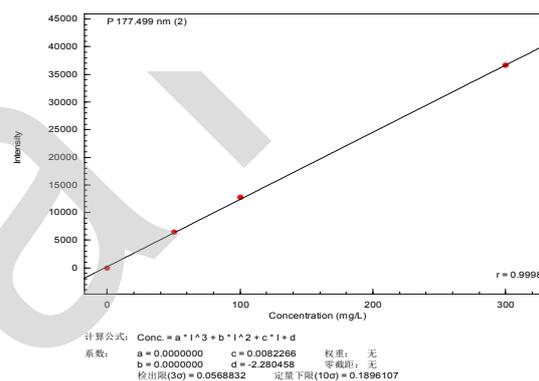


图 2 P 的标准曲线

2.3 各元素谱峰轮廓图

ICPE-Solution 独特的“自动确定最佳波长”功能, 可以从全部波长范围的测定数据中, 在数据库中自动检索提取可能存在的光谱干扰信息, 自动确定最佳波长, 如图 3~图 4。分析者只需指定元素并选定波长, 测定样品, 即可得到最佳波长的分析结果。没有传统的研究多波长数据文件并选择最佳波长的困难。

Mn 257.610 Best

条件1

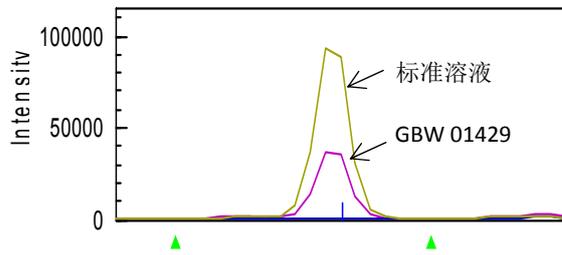


图 3 Mn 的谱峰轮廓图

P 177.499 Best

条件2

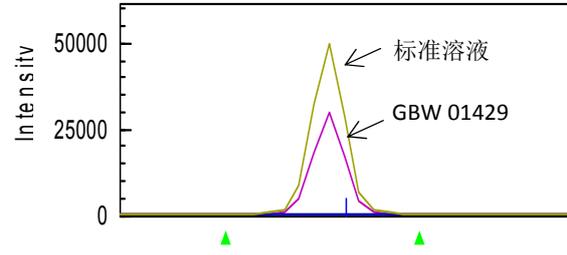


图 4 P 的谱峰轮廓图

2.4 磷铁样品分析结果及检出限

使用 ICP-AES 法测量高温合金中多金属元素的含量。对样品空白的分析元素进行 10 次测定，软件中设置[显示定量下限]，标准曲线自动计算各元素的检出限 (3σ)。实验结果见表 3。

表 3 磷铁品分析结果

元素	检出限 (mg/L)	GBW01429 磷铁		
		测定值(%)	标准值(%)	RSD(%)
Mn	0.002	0.46	0.47±0.01	0.15
P	0.169	17.90	17.90±0.07	0.14

3. 结论

使用王水+氢氟酸微波消解前处理法消解磷铁样品，采用 ICP-AES 内标法测定了磷铁中磷和锰的元素含量。该方法线性范围宽，精密度高，简便快速，分析结果与标准值相吻合，适用于磷铁样品中锰和磷元素的快速定量分析。