

ICP-AES测定软磁材料中微量元素

No.ICP-006

摘要：软磁材料1J50样品经酸消解后直接用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)测定其中的硅、锰、铬、铜、钴、磷微量元素含量。本文对样品的消解方法进行了试验探讨。在优化仪器的工作条件下，通过基体匹配消除了基体干扰的影响。方法简便、快速，可满足工业分析要求。回收率在98.30~100.10%，相对标准偏差<1%(n=6)，溶液检出限在0.003~0.02($\mu\text{g/mL}$)之间,测定结果同认定值相符。

关键词：ICP-AES 软磁材料硅、锰、铬、铜、钴、磷

软磁合金是在弱磁场中具有高的磁导率及低的矫顽力的一类合金。这类合金广泛应用于无线电电子工业、精密仪器仪表、遥控及自动控制系统中，综合起来主要用于能量转换和信息处理两大方面，是国民经济中的一种重要材料。有1J50 1J77 1J79 1J85等牌号。

1J50具有矩形磁滞回线和较高饱和磁感应强度，主要应用于在中等磁场中工作的磁放大器，阻流圈，整流圈，以及计算机装置元件等。

冶炼生产过程中需配合炉前分析，调整组成成分，配比合格方能出炉。钢材成品出厂或购进都需严格质量控制。本文是利用岛津ICP解决了这种需求。



实验部分

1、仪器及工作条件

| | | | |
|--------|------------|-------|-------------|
| 装置 | ICPE-9000 | 等离子气 | Ar0.6 L/min |
| 高频频率 | 27.12 MHz | 载气 | Ar0.7 L/min |
| 高频输出功率 | 1.2 KW | 样品吸入量 | 1.0 ml/min |
| 冷却气 | Ar10 L/min | 观测方向 | 轴向 |
| | | 进样 | 同心雾化器 |

2、实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品；实验所用酸均为BTV-Ⅲ级试剂，工作曲线用标准溶液为国家标准物质中心和日本和光株式会社所制，实验用水为超纯去离子水。

3、样品前处理

称取样品0.2 g于50 mL钢铁容量瓶中，加入10 mL稀硝酸(1:1)、3 mL浓盐酸于电炉盘上低温消解，样品完全消解后，从电炉盘上取下，冷却，定容至刻度,此为溶液A，测定P、Cr、Cu、Co，A液再稀释20倍为B液，测定Si、Mn。

4、工作曲线的配制

采用基体匹配法，可消除基体及共存元素的干扰，避免溶液雾化效率不一致引起的误差。平行称取（0.1 g高纯镍和0.1 g高纯铁）4份，按样品消解方法同步处理，并加入标准系列定容。

表1 工作曲线(μg/mL)

| 元素 | 标准 1 | 标准 2 | 标准 3 | 标准 4 |
|----|------|------|------|------|
| Si | 0 | 1.0 | 5.0 | |
| Mn | 0 | 0.5 | 1.0 | |
| P | 0 | 0.5 | 1.0 | 2.5 |
| Cr | 0 | 0.5 | 1.0 | 2.0 |
| Cu | 0 | 0.1 | 0.5 | 1.0 |
| Co | 0 | 0.5 | 1.0 | |

结果与讨论

1、溶样方法的选择

1J50合金基体为铁和镍，因此易溶于硝酸盐混酸，但是为避免硅酸的析出，采用稀酸并控制消解温度（加热时溶液不能沸腾），这是消解中关键的一点。

2、分析线的选择

考察铁和镍对待测元素的影响。选用纯金属铁、镍溶液（10 mg/mL）和待测元素标准系列中的中等浓度溶液，对待测元素谱线进行扫描，观察铁、镍的干扰情况，选择灵敏度高且不受干扰的谱线作为分析线。

表2 分析线

| 元素 | 波长(nm) |
|----|---------|
| Si | 288.158 |
| Mn | 257.610 |
| P | 177.499 |
| Cr | 267.716 |
| Cu | 324.754 |
| Co | 228.616 |

4、检出限

检出限与仪器的性能、样品的基体、元素的灵敏度等都有密切关系。对含基体空白标准溶液中的分析元素进行10次测定，计算出标准偏差（SD），按下列公式计算，结果见表4。DL=3×SD

表4 溶液检出限

| 元素 | 检出限(μg/mL) |
|----|------------|
| Si | 0.02 |
| Mn | 0.001 |
| P | 0.01 |
| Cr | 0.003 |
| Cu | 0.003 |
| Co | 0.003 |

3、精密度试验

平行称取6个试样，按实验方法及测定条件进行检测，并计算6次检测结果的相对标准偏差，RSD在<1%，如表3。

表3 回收率、相对标准偏差(n=6)

| 元素 | 测定值 mg/L | RSD % | 加标 mg/L | 回收率 % |
|----|-------------|----------|------------|----------|
| Si | 0.40 | 0.32 | 0.5 | 98.3 |
| Mn | 0.84 | 0.65 | 0.5 | 99.1 |
| P | <0.03 | - | 0.5 | 98.7 |
| Cr | <0.01 | - | 0.5 | 100.1 |
| Cu | <0.01 | - | 0.5 | 99.8 |
| Co | <0.01 | - | 0.5 | 99.4 |

5、结果对照

按照本试验方法测定结果与认定值相符，见表5。

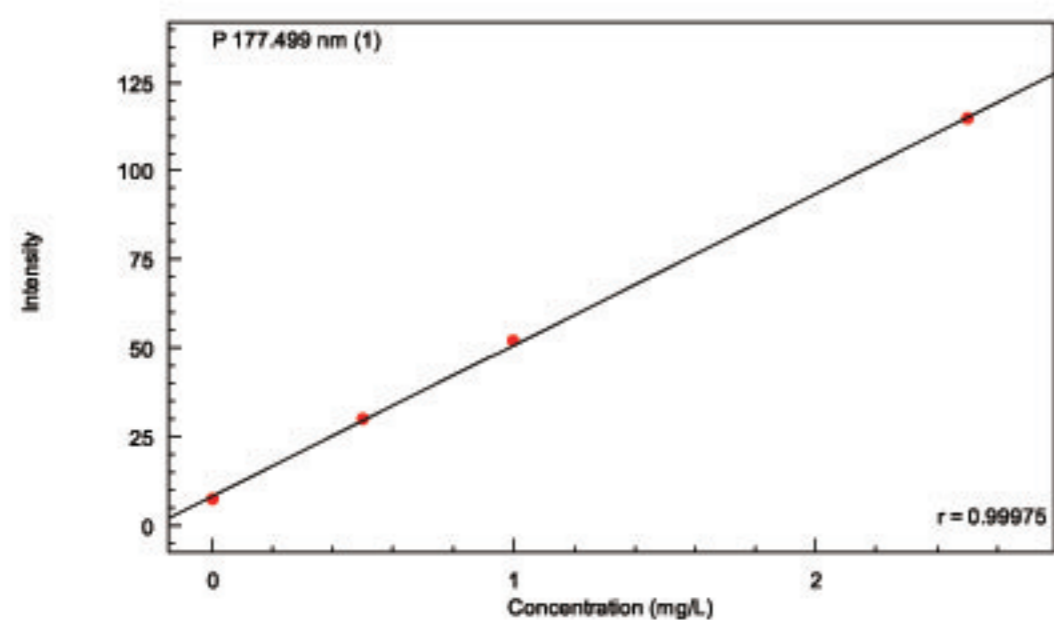
表5 结果对照

| 元素 | ICP 测定值 (%) | 认定值 (%) |
|----|----------------|------------|
| Si | 0.20 | 0.20 |
| Mn | 0.42 | 0.43 |
| P | <0.002 | <0.002 |
| Cr | <0.001 | <0.001 |
| Cu | <0.001 | <0.001 |
| Co | <0.001 | <0.001 |

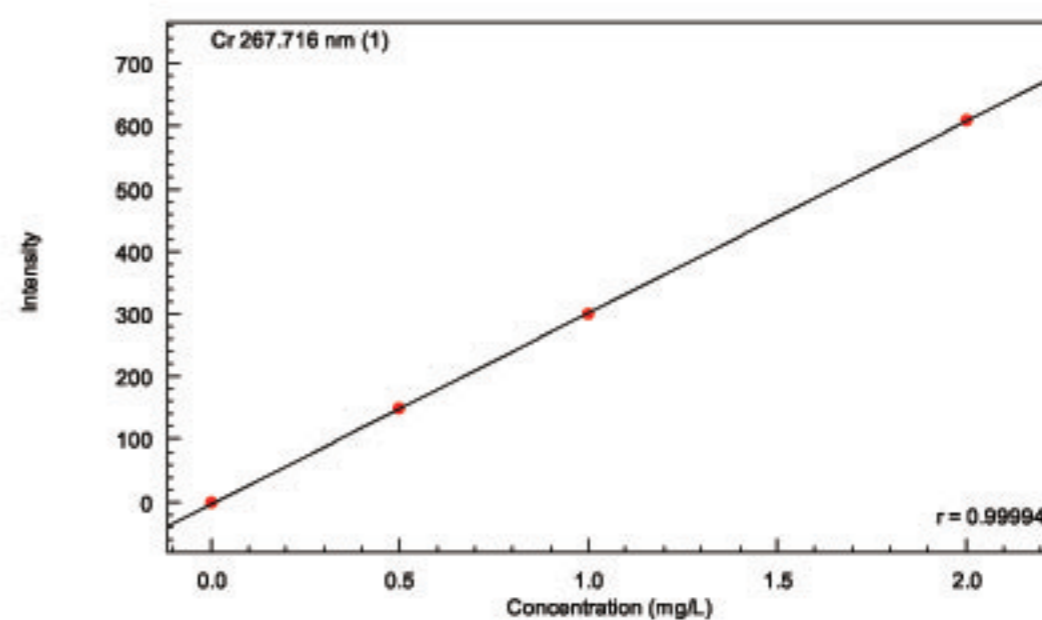
结论

从以上分析结果可以看出：使用本方法可以快速、准确地测定1J50合金中多种元素，对其他软磁类合金的元素分析提供很好的借鉴。

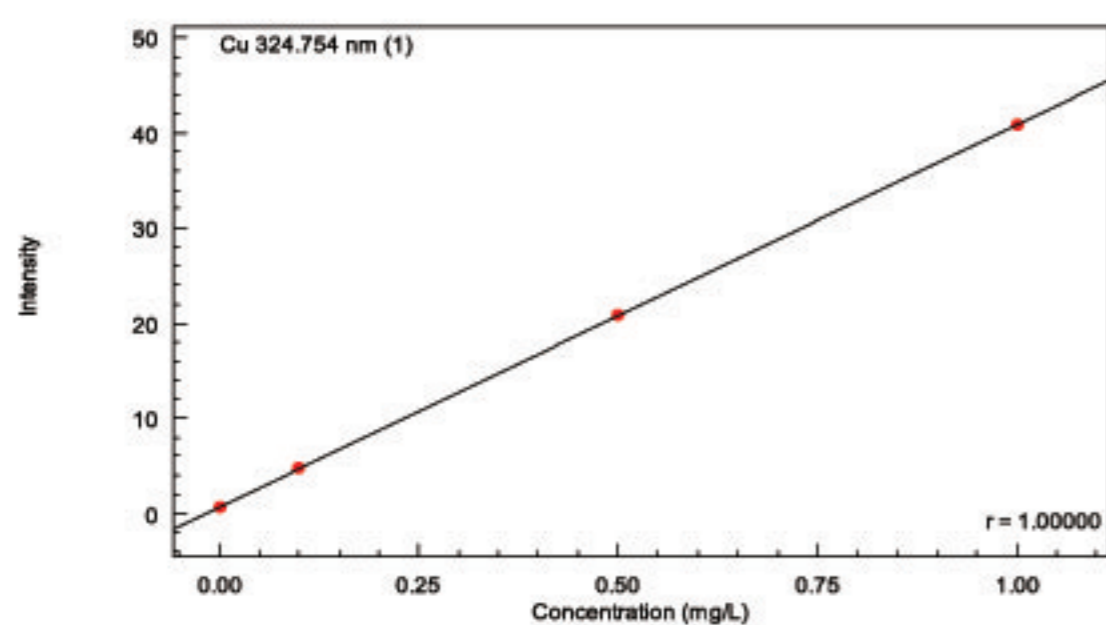
工作曲线图：



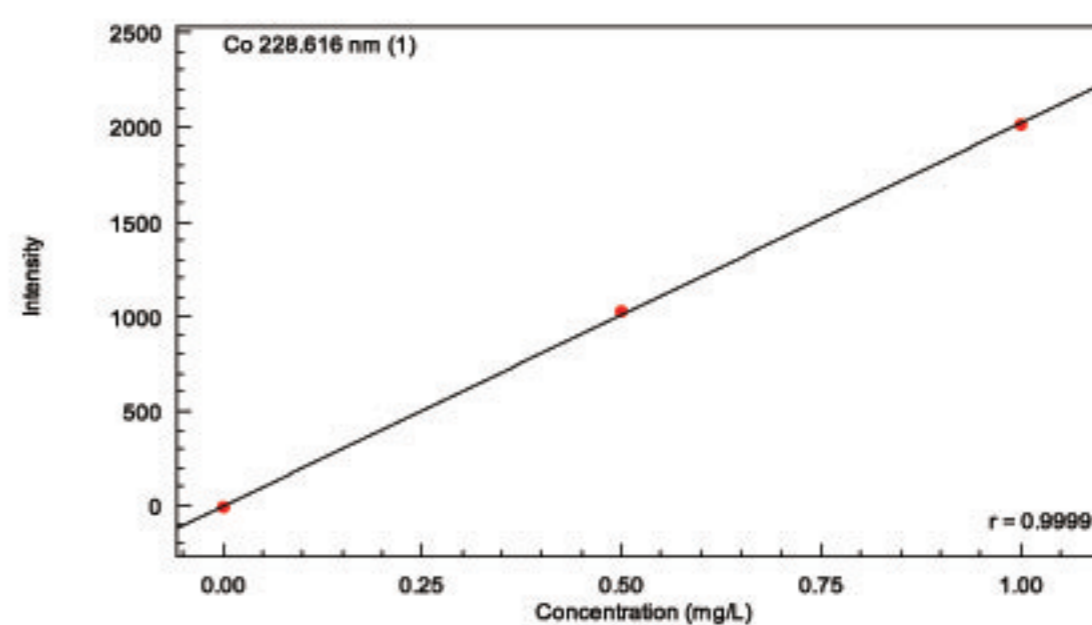
Equation: $\text{Conc} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 Factor: a = 0.0000000 c = 0.0233751 Weight: None
 b = 0.0000000 d = -0.1919624 Origin: None



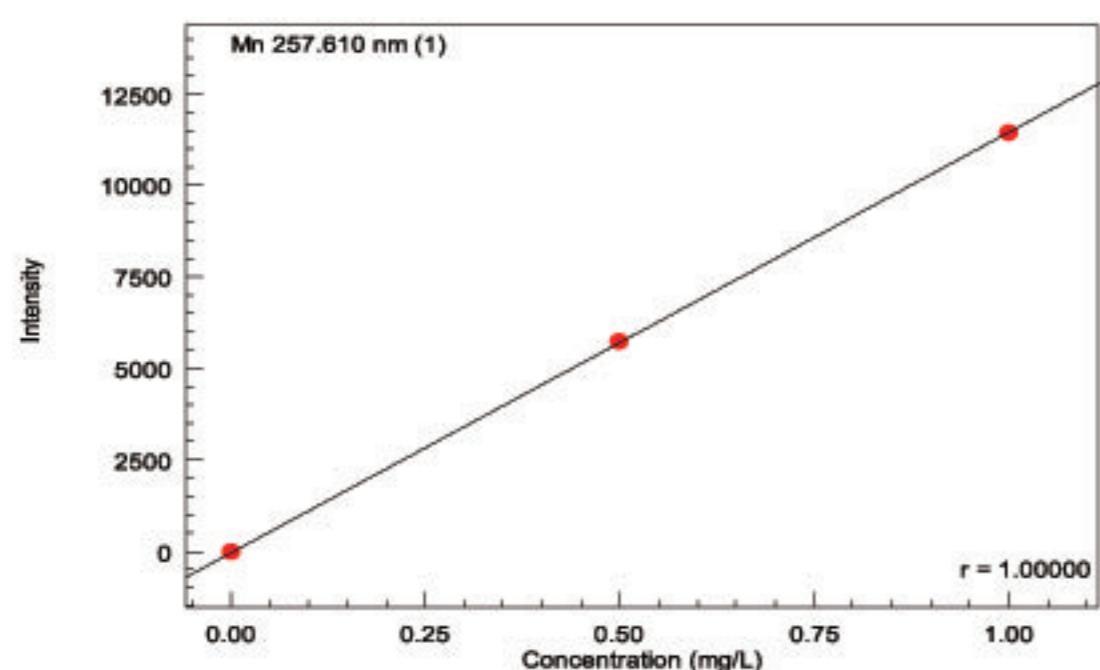
Equation: $\text{Conc} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 Factor: a = 0.0000000 c = 0.0032686 Weight: None
 b = 0.0000000 d = 0.0100686 Origin: None



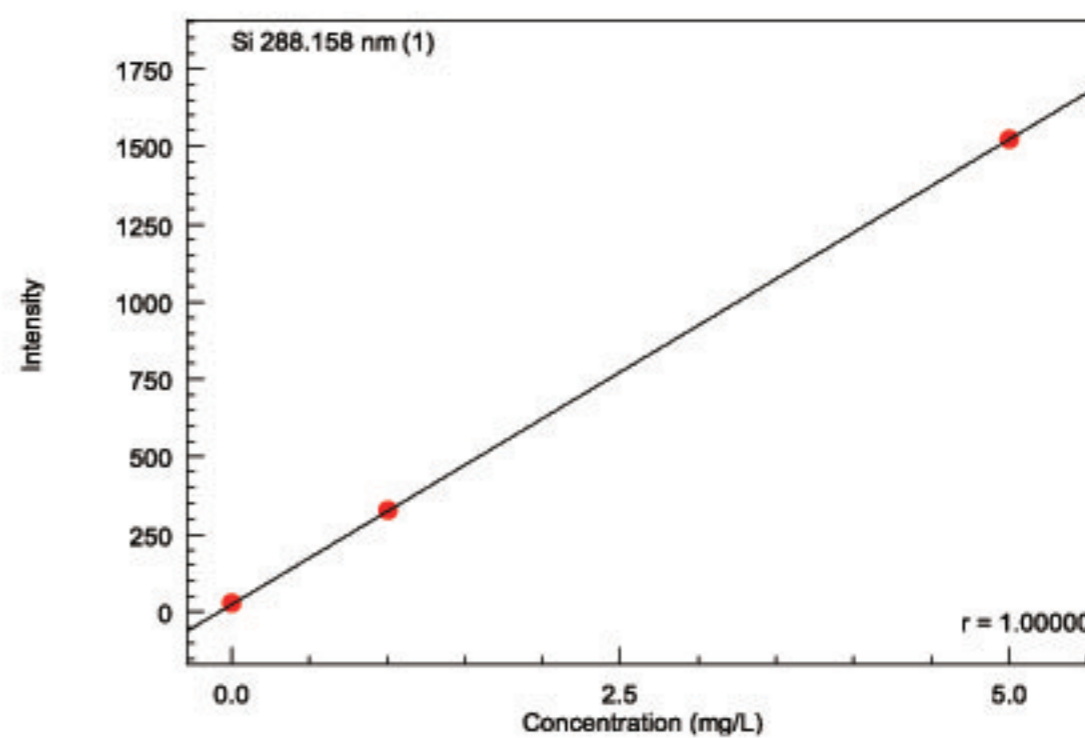
Equation: $\text{Conc} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 Factor: a = 0.0000000 c = 0.0248728 Weight: None
 b = 0.0000000 d = -0.0184074 Origin: None



Equation: $\text{Conc} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 Factor: a = 0.0000000 c = 4.939407e-004 Weight: None
 b = 0.0000000 d = 2.608518e-004 Origin: None



Equation: $\text{Conc} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 Factor: a = 0.0000000 c = 8.696693e-005 Weight: None
 b = 0.0000000 d = 0.0021096 Origin: None



Equation: $\text{Conc} = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 Factor: a = 0.0000000 c = 0.0033337 Weight: None
 b = 0.0000000 d = -0.0876943 Origin: None