

电感耦合等离子体发射光谱法 (ICPE-9820) 测定钢铁及合金中痕量钙和镁含量

ICP-145

摘要: 参考国家标准《GB/T 223.88-2019 钢铁及合金钙和镁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了钢铁及合金中痕量钙和镁元素含量。分析结果表明，该方法检出限为钙 0.19 $\mu\text{g/g}$ 、镁 0.11 $\mu\text{g/g}$ ，钙、镁测定结果与标准物质标准值一致，该方法灵敏度高，重复性良好，可用于钢铁及合金中痕量钙、镁元素含量的快速测定。

关键词: 电感耦合等离子体发射光谱法 钢铁 合金 钙 镁

钙和镁元素是钢铁冶炼生产过程中残留的微量元素，主要来自于石灰石、白云石等原料和辅助材料，冶炼高炉的耐火材料及其他辅助材料。钙镁含量是冶金工艺中物料配比和平衡、烧结等工艺控制的参数，镁能使钢中夹杂物数量减少、分布均匀、改善形态等，加入微量钙可提高钢的加工性能，因此钙镁含量分析对于钢铁冶炼生产具有重要意义。

钙和镁主要的分析方法包括 EDTA 滴定法、原子吸收光谱法 (AAS)、电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES)、电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 和 X

射线荧光光谱法 (XRF) 等。钙镁是环境常量元素，前处理和测试中减少试剂使用和操作步骤是控制痕量钙、镁分析空白的关键步骤。

电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES) 作为一种成熟的多元素分析方法，应用范围广，分析速度快，线性范围宽，能实现不同含量的多指标元素同时分析，该方法钙和镁离子线灵敏度高，干扰小。本文采用王水分解样品，使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICPE-9820) 分析了钢铁及合金中痕量钙、镁含量。

■ 实验部分

1.1 仪器设备

岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪。



图1 岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪

表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	14.0 L/min
辅助气流速	1.20 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	标准炬管	雾化器类型	同轴
雾化室	旋流	高频频率	27.12 MHz

■ 样品前处理

准确称取 0.2 g 样品于一次性消解管中，加入 4 mL 王水（酸经过亚沸蒸馏器二次蒸馏），置于电热板上低温缓慢加热溶解。溶解完成后，冷却，加入 50 μ L 浓度 1000 mg/L 的钪内标溶液，纯水定容至 50 g，混匀，静置澄清待测，同时做空白试验。

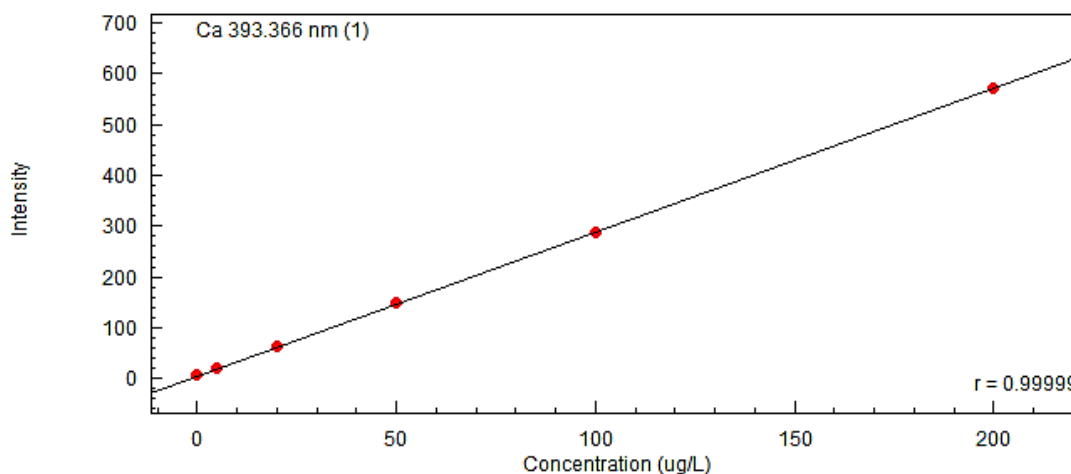
■ 结果与讨论

3.1 标准曲线和检出限

以 5% 王水将钙和镁混合溶液稀释配制成混合标准溶液序列，浓度见表 2，元素标准曲线线性图和谱峰轮廓图见图 2~ 图 5。

表 2 元素标准序列浓度

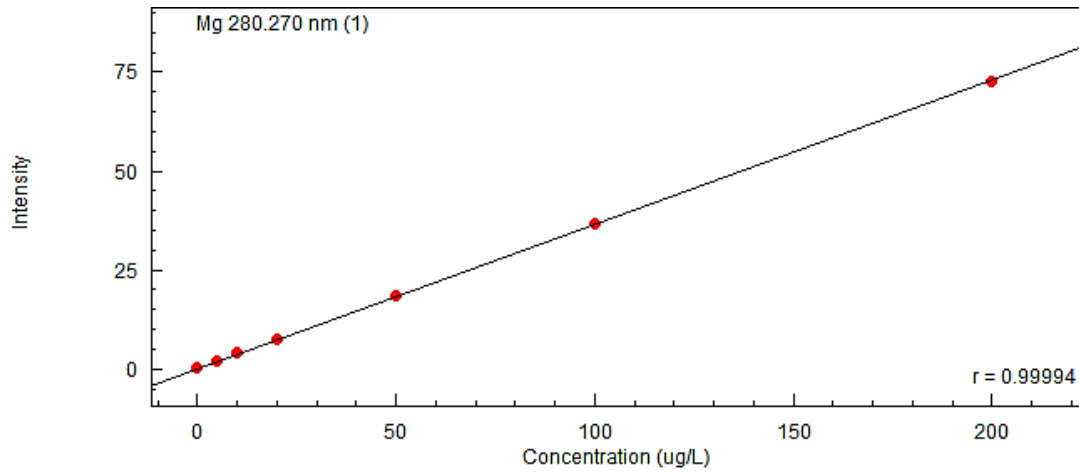
元素	标准序列 (μ g/L)						
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7
钙 (Ca)	0	5	10	20	50	100	200
镁 (Mg)	0	5	10	20	50	100	200



计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$

系数: $a = 0.0000000$ $c = 0.3526455$ 权重: 1/I
 $b = 0.0000000$ $d = -2.092067$ 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.7670438 定量下限(10σ) = 2.556813

图 2 钙 (Ca) 标准曲线



计算公式: $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$

系数: $a = 0.0000000$ $c = 2.737787$ 权重: 1/I
 $b = 0.0000000$ $d = -0.4376117$ 零截距: 无
 检出限(3σ) = 0.0413256 定量下限(10σ) = 0.1377520

图3 镁 (Mg) 标准曲线

Ca 393.366

SB:13.63 条件1

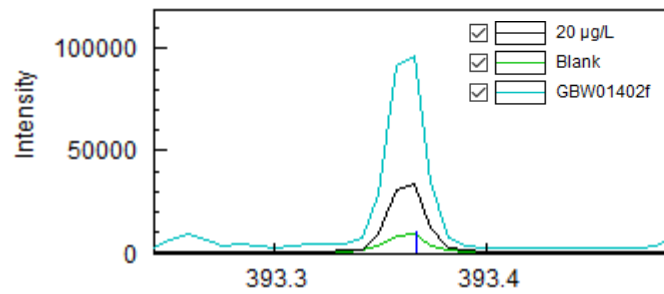


图4 钙 (Ca) 谱峰轮廓图

Mg 280.270

SB:9.12 条件1

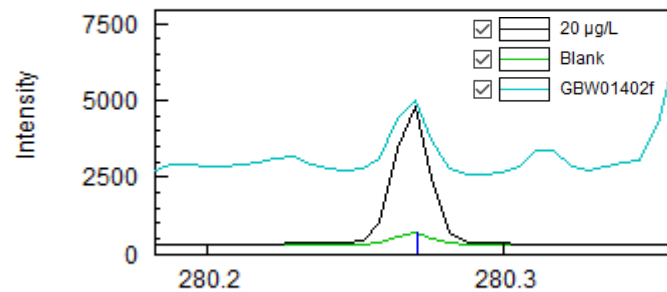


图5 镁 (Mg) 谱峰轮廓图

以方法空白溶液连续测定 10 次，计算方法检出限，以称样 0.2 g 定容到 50 g 计算，得到该方法的检出限 (MDL)，钙和镁检出限为分别为 0.19 $\mu\text{g/g}$ 和 0.11 $\mu\text{g/g}$ ，详细结果见表 3。

表 3 元素方法检出限

元素	波长 (nm)	观测方向	MDL($\mu\text{g/g}$)
钙 (Ca)	393.366	轴向	0.19
镁 (Mg)	280.270	轴向	0.11

3.2 样品结果

取纯铁标准物质 (GBW01402f) 样品平行三份，其余钢铁、合金样品平行取两份，空白三份，按照样品前处理程序处理后进样、内标法测定，测定结果见表 4 和表 5。使用一次性消解管避免污染残留、减少中间转移和定容，降低环境常量元素钙镁的空白值，平行样品重复性良好，钢铁中痕量元素钙、镁测定值与标准值一致。使用内标法可以有效校正钢铁及合金样品中铁、镍等主量元素的基体干扰。

表 4 样品测试结果

元素	波长 (nm)	空白		钢铁 GBW01402f			
		测试值 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (% , n=3)	测试值 ($\mu\text{g/L}$)	样品结果 ($\mu\text{g/g}$)	RSD (% , n=3)	标准值 ($\mu\text{g/g}$)
钙 (Ca)	393.366	3.60	3.47	72.7	17.3	0.71	17 \pm 2
镁 (Mg)	280.270	1.38	10.2	13.0	2.91	1.60	2.7 \pm 0.4

表 5 钢铁及合金测试结果

元素	钙 (Ca)			镁 (Mg)		
	测试值 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (% , n=2)	样品结果 ($\mu\text{g/g}$)	测试值 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (% , n=2)	样品结果 ($\mu\text{g/g}$)
纯铁	N.D.	-	-	N.D.	-	-
钢铁	124	0.45	31.0	22.5	1.75	5.61
低合金钢	N.D.	-	-	N.D.	-	-
精细合金	N.D.	-	-	N.D.	-	-

N.D.: 未检出。

■ 结论

参考标准《GB/T 223.88-2019 钢铁及合金钙和镁含量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法》，使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪测定了钢铁及合金中钙和镁元素含量。该方法抗基体能力强，钙、镁离子线灵敏度高，精密度好，内标校正可以有效降低钢铁合金主量元素的基体干扰。ICPE-9820 垂直炬管设计，可有效减少样品残留和防止炬管积碳积盐，适用于高基体钢铁及合金样品中痕量钙、镁元素的分析测定。

岛津应用云

