

# ICPE-9820 测定钒铁中硅、锰、磷、铝、铜、铬、镍、钛含量

ICP-152

**摘要：**参考国家标准《GB/T 8704.10-2020 钒铁 硅、锰、磷、铝、铜、铬、镍、钛含量的测定 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 测定了钒铁中多元素含量。采用硝酸-盐酸溶解样品，基体匹配法制作工作曲线，消除了基体干扰，分析结果表明，所测元素线性关系及重复性良好，定量准确，线性相关系数大于 0.9998，RSD 值在 0.21% ~ 2.91% 之间，该方法可以满足钒铁样品中 8 种元素的测定。

**关键词：**电感耦合等离子体发射光谱法 钒铁 元素含量

钒铁作为一种重要的铁合金产品，是国家发展的重要工业原料和战略物资。钒铁合金是炼钢用合金添加剂，在钢铁冶炼过程中加入钒铁，钒在钢中起脱氧、脱氮作用，并形成晶粒小而硬的难熔金属碳化钒和氮化钒，增强了钢材的韧性、耐磨性以及耐热性。

含钒钢由于具有强度高、韧性好、耐磨性以及耐腐蚀性好等优点而被广泛应用于机械制造、汽车、航空航天、铁路和桥梁等领域。

钒铁合金中的杂质元素影响钢的性能，国家标准 GB/T 4139-2012 中仅对硅、磷、铝、锰等 4 个杂质元素含量有要求。钢铁冶炼技术的快速发展对纯净钢技术提出了更高的要求，钒铁杂质元素控制在原来硅、锰、铝、磷的基础上又增加了铜、铬、镍、钛等杂质元素的检测。

目前钒铁合金中杂质元素的测定普遍采用滴定法、重量法、光度法以及原子吸收光谱法等，这些方法存在分析时间长、灵敏度低等问题，不能满足钒铁生产时快速检测的需求，因此开发简便、快速、准确测定钒铁中多元素分析方法非常必要。

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。本文参照 GB/T 8704.10-2020，采用硝酸-盐酸处理样品，基体匹配法制作工作曲线，使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪（ICPE-9820）分析了钒铁中 8 种元素含量，该方法完全满足钒铁样品中杂质元素测试需求。

## ■ 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

## 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 HNO<sub>3</sub>、HCl 试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

## ■ 样品处理及校准溶液制备

### 2.1 样品制备

准确称取样品 0.25 g 两份各置于塑料烧杯中，以适量水冲洗杯壁，加入 2 mL HNO<sub>3</sub> 低温加热溶解，待样品基本溶解后加入 2 mL HCl，继续低温加热 2 min~3 min，取下冷却，转移至 100 mL 塑料容量瓶中定容摇匀。随同样品制备空白溶液。

### 2.2 基体溶液的制备

称取五氧化二钒 (>99.99%) 0.2232g 和铁粉 (>99.99%) 0.1250g 6 组于塑料烧杯中，以适量水冲洗杯壁，加入 2 mL HCl 低温加热溶解，待样品基本溶解后加入 2 mL HNO<sub>3</sub>，继续低温加热 2 min~3 min，取下冷却，转移至 100mL 塑料容量瓶，作为校准溶液的基体溶液。

### 2.3 校准曲线溶液的制备

于 6 个盛有基体溶液的 100mL 容量瓶中，加入适量各元素的标准溶液配制成系列校准溶液，定容。校准曲线溶液各元素浓度见表 1。

表 1 校准曲线序列溶液

元素	标准溶液序列浓度 (mg/L)					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Al	0.0	2.5	10.0	25.0	75.0	125.0
Cu	0.0	0.25	2.5	5.0	7.5	10.0
Cr	0.0	0.25	2.5	10.0	15.0	30.0
Mn	0.0	0.25	2.5	10.0	15.0	30.0
Ni	0.0	0.25	2.5	10.0	15.0	30.0
P	0.0	0.25	2.5	5.0	7.5	10.0
Si	0.0	125.0	75.0	25.0	10.0	2.5
Ti	0.0	0.25	2.5	7.5	12.5	25.0

## ■ 结果与讨论

### 3.1 仪器参数

采用标准炬管，同心雾化器及旋流雾室，仪器工作条件见表 2。

表 2 仪器工作条件

观测方向	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)	功率 (kW)	曝光时间 (s)
轴向 / 径向	1.2	14	0.7	27.12	1.2	10

### 3.2 分析线的选择

因采用基体匹配法制备工作曲线，因此只考虑光谱干扰和背景的影响，选择干扰少的谱线，且灵敏度能够满足测定要求。见表 3。

表 3 波长及观测方式

元素	波长 /nm	观测方式	元素	波长 /nm	观测方式
Al	396.153	轴向	Ni	221.647	径向
Cu	327.396	轴向	P	178.287	轴向
Cr	267.716	轴向	Si	251.611	轴向
Mn	260.569	轴向	Ti	337.280	轴向

### 3.3 标准曲线

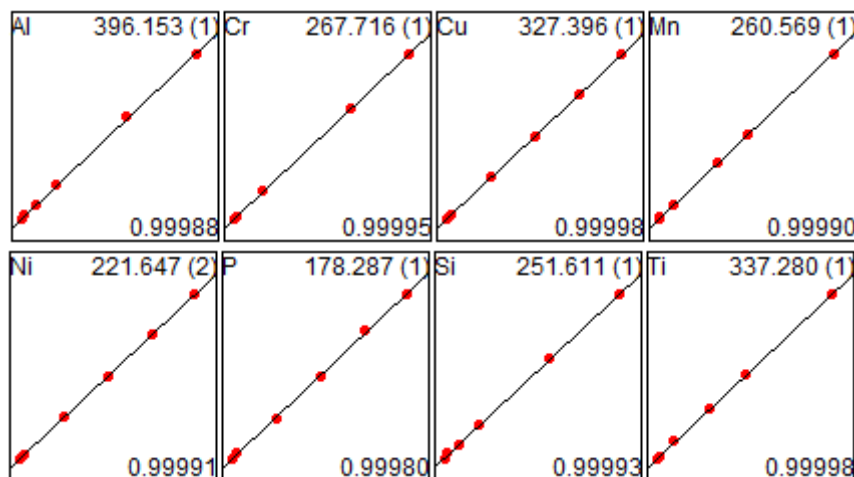


图 2 各元素标准曲线

### 3.4 部分谱峰轮廓

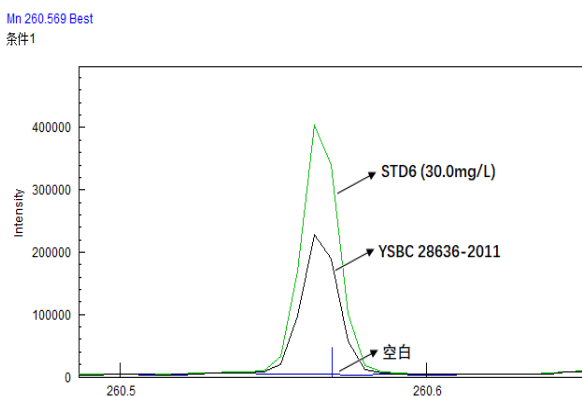


图 3 锰 (Mn) 谱峰轮廓图

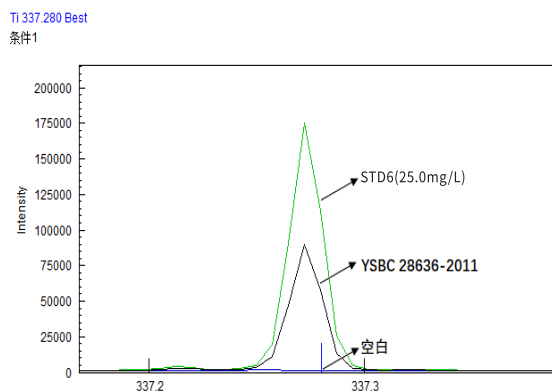


图 4 钛 (Ti) 谱峰轮廓图

### 3.5 方法检出限

利用工作曲线对样品空白溶液进行 10 次测定，3 倍空白溶液浓度的标准偏差即为此次方法的元素检测限，其结果见表 4。

表 4 元素方法检出限

元素	检出限 (mg/L)	元素	检出限 (mg/L)
Al	0.007	Ni	0.027
Cu	0.005	P	0.10
Cr	0.006	Si	0.013
Mn	0.001	Ti	0.001

### 3.6 样品结果

应用本方法测定标准试样 YSBC 28636-2011 的结果如下，见表 5。

表 5 样品测试结果

元素	YSBC 28636-2011		
	测定值 (%)	标准值 (%)	RSD (n=6, %)
Al	0.508	0.500	0.88
Cu	0.053	0.054	0.21
Cr	0.109	0.110	0.23
Mn	0.660	0.663	0.43
Ni	0.010	0.011	2.91
P	0.056	0.056	2.12
Si	0.672	0.682	0.67
Ti	0.504	0.500	0.46

注：标样中 Al 和 Ti 元素为采用标准溶液加入的含量。

## ■ 结论

参考国家标准《GB/T 8704.10-2020 钒铁 硅、锰、磷、铝、铜、铬、镍、钛含量的测定 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 测定了钒铁中多元素含量。分析结果表明，该方法准确性好，分析速度快，可用于钒铁中硅、锰、磷、铝、铜、铬、镍、钛多等元素含量的快速测定。

岛津应用云

