

ICPS-7510 测定镍铬生铁中的镍铬磷含量

ICP-022

摘要：采用氢氟酸、高氯酸、1:1 的硝酸盐酸混合酸在电热板上低温加热消解样品，基体匹配法测定了镍铬生铁中的镍铬磷含量。实验结果表明，该方法线性相关系数及重复性良好，定量准确，镍铬磷的的检测限分别为 0.00010%，0.00016%，0.00082%，样品回收率分别为 102%，100% 和 100%，该方法测定结果与化学法测定值相符，可以满足日常快速定量分析的要求。

关键词：镍铬生铁 镍 铬 磷

镍铬生铁是冶炼不锈钢的主要原料，生铁中铬是决定不锈钢抗腐蚀性能的主要元素，镍也是优良的耐腐蚀材料，但镍的抗腐蚀作用需要与铬配合后才能发挥出来，镍在不锈钢中的作用在于它使高铬钢的组织发生改变，从而使不锈钢的耐腐蚀性能及工艺性能获得改善。通常情况下，磷对不锈钢是有害的，磷含量过高会影响钢的冷脆性，使焊接性能、可塑性、韧性、冷弯性能降低。因此通常要求钢中含磷量小于 0.045%，优质钢要

求磷量更低。对镍铁中多元素含量分析，通常采用传统化学方法，这种方法虽然准确可靠，但需要一元素一元素测定，而且操作步骤繁琐、分析周期长。本文参考国标 GB/T 24585-2009《镍铁 磷、锰、铬、铜、钴和硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》，采用 ICPS-7510 对镍铬生铁样品中的镍铬磷进行了测试，前处理快速，本方法同时也适合于锰、铜、钴的测定，大大提高了分析速度且分析结果准确，更好地满足现代化生产和实验室日常分析的要求。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPS-7510 电感耦合等离子体发射光谱 控温电加热板

1.2 分析条件

高频发生器功率：1.2 kw
观察高度：Lo
冷却气流量：14 L/min，
等离子体气流量：1.2 L/min
载气流量：0.7 L/min
溶剂冲洗时间：10 s
样品冲洗时间：60 s

镍分析线：231.604 nm

铬分析线：267.716 nm

磷分析线：178.287 nm

1.3 试剂

浓盐酸
浓硝酸
氢氟酸
高氯酸
高纯铁粉
1000 mg/L 镍、铬、磷标准溶液

1.4 样品制备

分别准确称取 0.2 g(精确至 0.0001 g) 样品两份于锥形瓶中, 加入 10 mL 浓盐酸, 10 mL 浓硝酸, 1 mL 氢氟酸摇匀后放置于电热板上低温加热至反应停止, 再加入 5 mL 高氯酸摇匀后继续加热至白烟基本冒尽, 样品成湿盐状态。取出, 冷却后用 2% 硝酸回溶盐分并转移至 100 mL 容量瓶中, 用纯水定容至刻度摇匀。同时做空白试验。Ni、Cr 稀释 10 倍测定, P 直接测定。

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线

精确称量 0.2 g 高纯铁粉于 4 个 100 mL 的容量瓶中, 加入少量水, 3 mL 浓盐酸和 1 mL 浓硝酸, 待铁粉完全溶解后, 再分别加入 0、0.2、0.5、1 mL 1000 mg/L 的镍和铬标准溶液, 0、0.1、0.2、0.5 mL 1000 mg/L 的磷标准溶液, 再用纯水定容至刻度, 则镍和铬的标准曲线浓度为 0.0%、0.1%、0.25%、0.5% 磷的标准曲线浓度为 0.0%、0.05%、0.1%、0.25%。

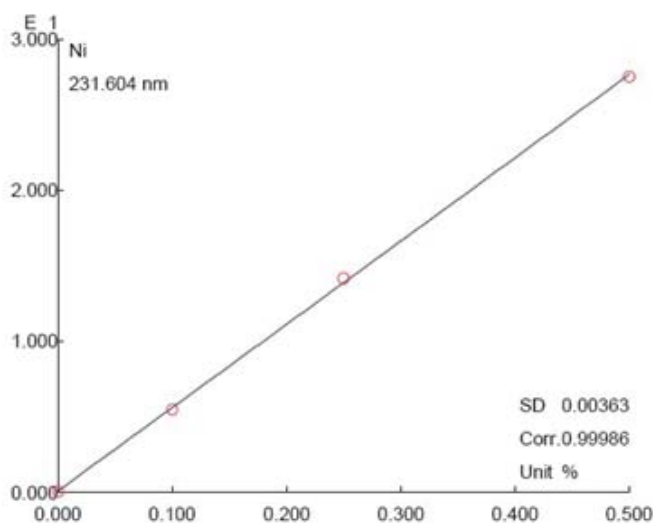


图 1 镍标准曲线图

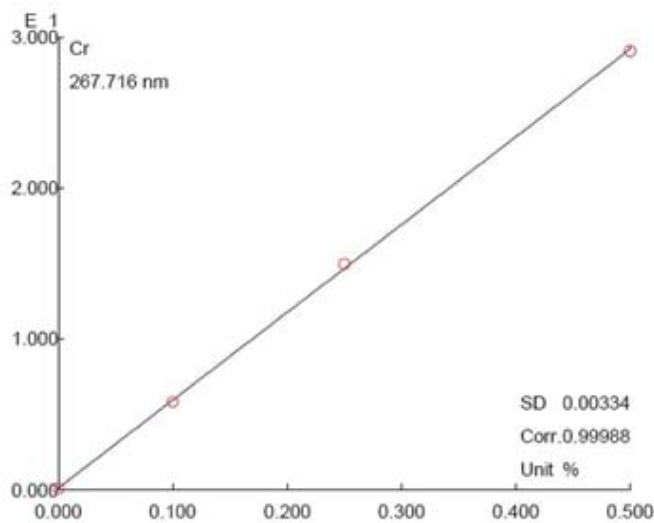


图 2 铬标准曲线图

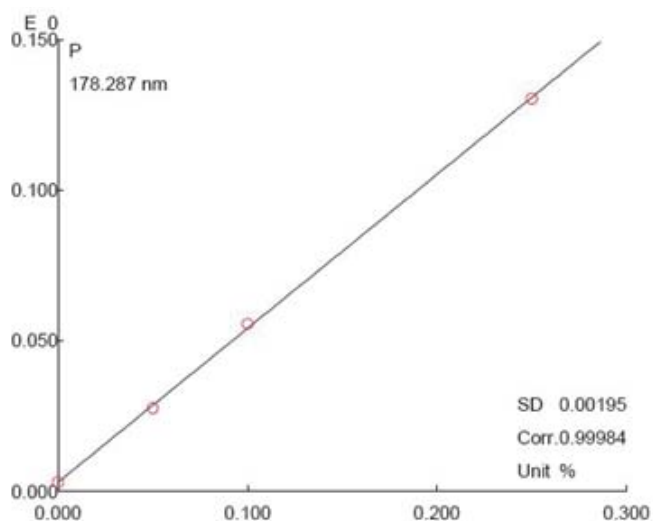


图 3 磷标准曲线图

2.3 样品测试结果及精密度

表 2 样品测试结果及精密度 (单位: %)

样品名	Ni	Cr	P	RSD(%)
平行样 1	1.53	3.38	0.039	0.71
平行样 2	1.54	3.44	0.042	0.82
平均值	1.54	3.41	0.041	0.77

2.4 仪器检测限及回收率

对空白样品进行 11 次测定, 3 倍的标准偏差除以斜率即为元素的检出限, 往样品中加入 1 mL1000 mg/L 的 Ni、Cr 标准溶液, 0.1 mL1000 mg/L 的 P 标准溶液, 按同样的方法进行前处理测定, 检测限及加标回收率结果见表 3。

表 3 仪器检测限及加标回收率

元素	检测限 (%)	加标前浓度 (%)	加标量 (%)	加标后浓度 (%)	回收率 (%)
Ni	0.000 10	1.54	0.5	2.05	102
Cr	0.00016	3.41	0.5	3.91	100
P	0.000 82	0.041	0.05	0.091	100

2.5 方法测试结果对比

同样样品与化学滴定法测试结果对比见表 4

表 4 方法结果对比 (单位: %)

方法结果	Ni	Cr	P
ICP 测试结果	1.54	3.41	0.04
化学法测试结果	1.49	3.46	0.04

2.6 讨论

2.6.1 消解用酸的选择

镍铬生铁样品由于碳硅含量较高,所以在前处理的过程中需要用到氢氟酸和高氯酸,另外硝酸和盐酸浓度比例也会影响消解的彻底性。在本次的实验过程中采用了王水、逆王水、1:1 的硝酸和盐酸的混合酸进行了处理,实验结果表明,1:1 的硝酸盐酸混合酸可以将样品消解完全。

2.6.2 消解用容器的选择

在前处理的过程中可能会用到聚四氟乙烯烧杯、玻璃烧杯、锥形瓶。实验结果表明,由于聚四氟乙烯烧杯导热性能差,所以消解时间较长,另外由于少量样品粉末在加热消解的过程中会随着热的水蒸气沿容量壁爬升,需要不断地摇动消解容器,所以使用锥形瓶进行消解效果最佳。

2.6.3 该前处理方法不能用于测定硅元素

由于在前处理的过程中使用了氢氟酸和高氯酸,硅会变成氟化硅而损失,所以该前处理方法不能用于测定硅元素

2.6.4 赶酸

由于氢氟酸会损坏雾化器和炬管,所以在前处理过程中应该尽量赶酸至尽干。

结论

本文参考国标 GB/T 24585-2009《镍铁 磷、锰、铬、铜、钴和硅含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》,采用 ICPS-7510 对镍铬生铁样品中的镍铬磷进行了测试,前处理快速,本方法同时也适合于锰、铜、钴的测定,实验结果表明仪器线性及重复性良好,定量准确,镍铬磷的检测限分别为 0.00010%, 0.00016% 和 0.00082%,样品回收率分别为 102%, 100% 和 100%,该方法分析速度快,可更好地满足现代化生产和实验室日常分析的要求。