

# ICP-AES 法测定高碳铬铁中的硅、磷、锰

ICP-058

**摘要：**采用氢氟酸和高氯酸的混合酸为溶剂，微波消解法处理高碳铬铁样品，电感耦合等离子体发射光谱仪测定溶液中的硅、磷和锰，利用仪器扣背景的功能消除高浓度基体的干扰。结果表明，样品不经基体匹配可以直接测定。该方法线性相关系数大于 0.99994，能够同时测定三种金属元素，具有快速、高效、清洁、污染少等优点，完全能满足分析的要求。

**关键词：**ICP-AES 高碳铬铁 硅 磷 锰

高碳铬铁主要用作含碳较高的滚珠钢、工具钢和高速钢的合金剂，提高钢的淬透性，增加钢的耐磨性和硬度；用作铸铁的添加剂，改善铸铁的耐磨性和提高硬度，同时使铸铁具有良好的耐热性；用作无渣法生产硅铬合金和中、低、微碳铬铁的含铬原料；用作电解法生产金属铬的含铬原料；用作吹氧法冶炼不锈钢的原料。因其性能要求高，对其它低含量合金的多少也有很高的要求。

目前，对以上三种元素的测量多以分光光度法测定，操作费时，结果易受其它因素干扰；另外因高碳铬铁含碳量在 6%~10% 之间，不易被硝酸、硫酸等酸溶解，碱熔法则会因大量引入钠离子而影响目标元素的测量。

本文利用微波消解技术溶解样品，以 ICP-AES 法检测高碳铬铁样品中硅、磷、锰元素含量，方法的精密度和准确度均满足要求。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPS-7510 等离子体发射光谱仪  
仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件测定。

表 1 仪器工作条件

观测方向	等离子体气 (L/min)	辅助气 (L/min)	载气 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)	矩管类型	雾化器	雾化室
纵向	14	1.2	0.7	27.12	1.2	普通	同心	旋流

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HClO<sub>4</sub>、HF 均为优级纯，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

称量 0.2 g 国家标准样品高碳铬铁 (标准编号: GBW (E) 09113-2010) 置于消解罐中，加入 6 mL HClO<sub>4</sub>，1 mL HF，放置 2 h 后，盖上消解罐盖，放入微波消解仪中按照设定程序消解。消解结束后冷却，取出。置于电热板上赶酸完全后，用去离子水定容至 50 mL，摇匀备用；并按上述手续操作，制备试剂空白溶液，样品稀释 10 倍测硅。

### 1.4 仪器参数和分析线的选择

根据表 2 制备 Si、P、Mn 三元素的混合标准溶液，含 2% 硝酸。

表 2 不同元素标准曲线浓度

元素	标准曲线浓度 (mg/L)			
	STD0	STD1	STD2	STD3
Si	0	5.00	10.00	20.00
P	0	0.10	0.50	1.00
Mn	0	2.00	4.00	6.00

## 结果与讨论

### 2.1 标准曲线与轮廓图

各元素的标准曲线如下：

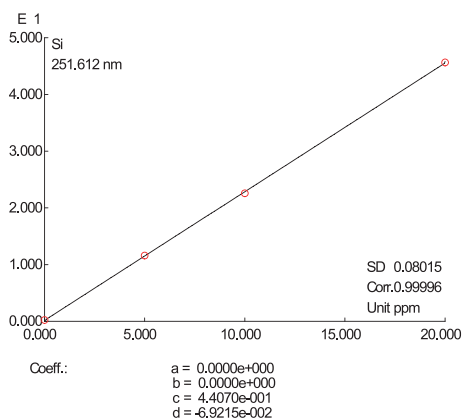


图 1 硅的标准曲线

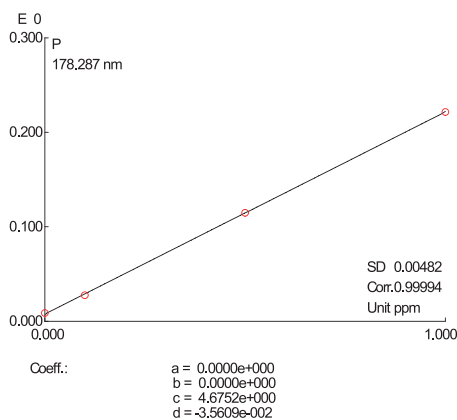


图 2 磷的标准曲线

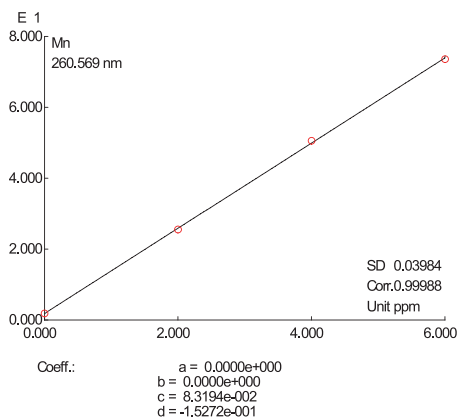


图 3 锰的标准曲线

### 2.2 各元素谱峰轮廓图

各元素的轮廓图如下：

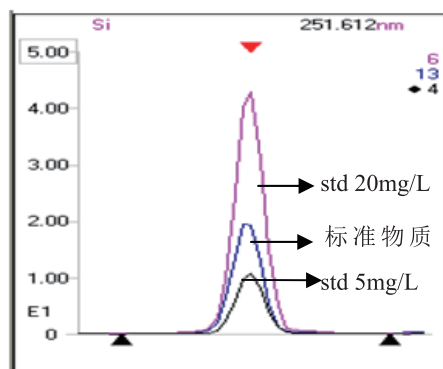


图 4 硅的谱峰轮廓

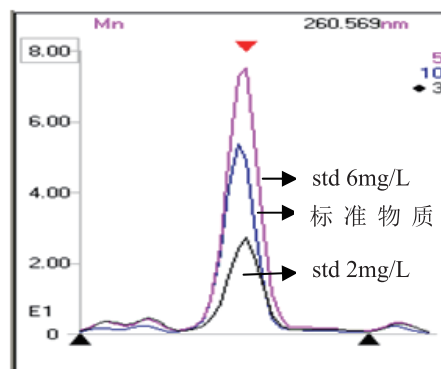


图 5 锰的谱峰轮廓

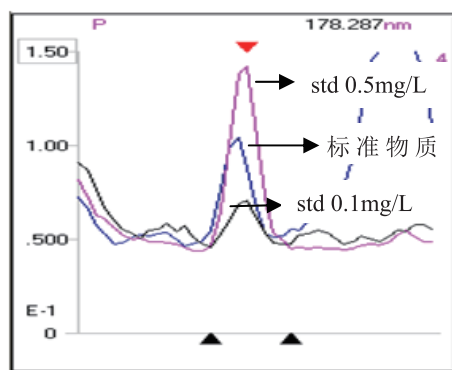


图 6 磷的谱峰轮廓

### 2.3 方法的检出限

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 3。

表 3 各元素的检出限

元素名称	Si	P	Mn
检出限(mg/L)	0.04	0.01	0.36

### 2.4 标准品测定结果及标准值

按实验方法对 GBW ( E ) 09113-2010 标准物质进行分析，分析结果见表 4。

表 4 质控 GBW(E)09113-2010 的测定结果及标准值

元素名称	Si	P	Mn
测定结果(%)	2.31	0.01501	0.22
GBW ( E ) 09113-2010(%)标准值	2.3±0.04	0.017±0.002	0.23±0.01
RSD(%)	0.71	0.32	1.6

## 结论

本文重点研究了前处理过程，采用氢氟酸和高氯酸的混合酸为溶剂，微波消解法处理高碳铬铁样品，样品消解完全，去除了高碳的影响；电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定溶液中的硅、磷和锰，利用仪器扣背景的功能消除高浓度基体的干扰，样品可以不经基体匹配直接测定，完全能满足高碳铬铁样品中主体和杂质元素的测试要求。