

解决方案 | 锰铁合金中 B、Pb、Bi、Zn、Mn、P、Cr、Ti 元素含量测定

锰铁合金作为炼钢辅助材料，在多年的技术发展过程中，其冶炼工艺和炼钢过程中的适用方法已经相当成熟，已成为炼钢过程中不可或缺的重要辅料，其质量好坏对钢铁性能起着不可或缺的重要作用。其中的硼、铅、铋、锌、锰、磷、铬、钛等元素，对高端品种钢和纯净钢可能会起到脆断、裂纹、降低加工性能等不良作用。

相关元素采用的分析方法主要有重量法、滴定法、分光光度法和原子吸收光谱法、X 射线荧光光谱法等，但或者含量范围不合适、准确度相对较差，所有试剂危害较大，或者分析速度太慢、基体匹配度要求太高等，均不能同时满足要求。电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）因其具有灵敏度高、检出限低、精密度好、正确度高、干扰水平低、分析速度快、多元素同时测定等特点，已得到广泛应用。本文采用 ICP-OES 测定锰铁合金中硼、铅、铋、锌、锰、磷、铬、钛，有效解决了样品分解方法、溶液介质和酸度、共存元素干扰的消除等一系列问题，测定结果满意，可供相关人员参考。

实验部分

仪器与试剂

GBC Quantima 电感耦合等离子原子发射光谱仪

B 元素标准溶液

Pb 元素标准溶液

Bi 元素标准溶液

Zn 元素标准溶液

Mn 元素标准溶液

P 元素标准溶液

Cr 元素标准溶液

Ti 元素标准溶液

仪器条件

元素	波长 (nm)	Power (W)	Neb (L/min)	Height (mm)	Plasma (L/min)	Aux (L/min)
B	208.959	1000	0.8	8.0	10	0.5
Pb	220.353	1000	0.8	8.0	10	0.5
Bi	306.772	1000	0.8	8.0	10	0.5
Zn	213.856	1000	0.8	8.0	10	0.5
Mn	259.373	1000	0.8	8.0	10	0.5
P	214.914	1000	0.8	8.0	10	0.5
Cr	267.716	1000	0.8	8.0	10	0.5
Ti	323.452	1000	0.8	8.0	10	0.5

样品前处理

微波消解法：

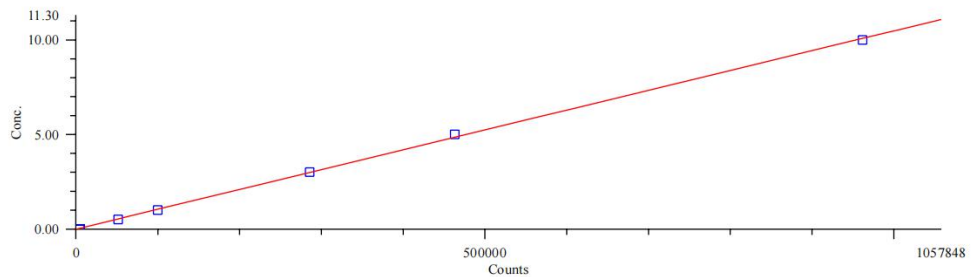
称取 0.5g 样品（精确至 0.0001g）置于聚四氟乙烯消解管中。用少量水润湿
后，逐滴加入 3mLHCl，1mLHNO₃，1mLHF 后，摇匀，待反应 30min 后，

盖盖。置于微波消解仪中消解。微波反应程序：第一步：180°C反应 15min，第二步：200°C反应 30min。待反应停止后，冷却至室温，倒入 50mL 塑料容量瓶中，用去离子水冲洗微波消解罐至少 3 次，合并洗液于量瓶中并定容至刻度，摇匀，过滤，待测。

实验结果

标准曲线

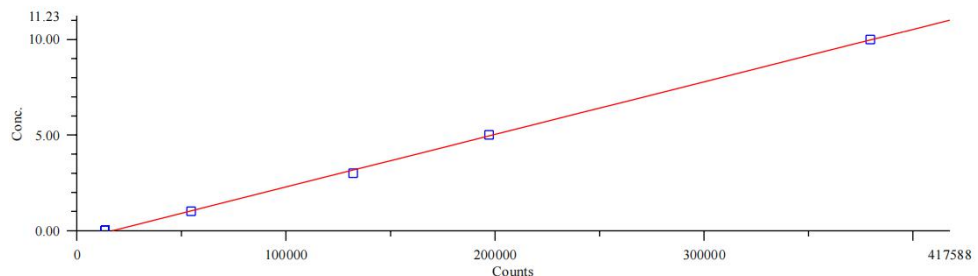
Bi I 208.959 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 1	961680	10.00	10.07	0.737
Standard 2	463196	5.000	4.846	-3.08
Standard 3	285715	3.000	2.984	-0.520
Standard 4	99859.1	1.000	1.035	3.52
Standard 5	51401.9	0.5000	0.5270	5.40
Blank	4392.00	0	0.03398	***

Calibration Coefficients	C0	C1	R
	-0.01209	1.049e-5	0.9995

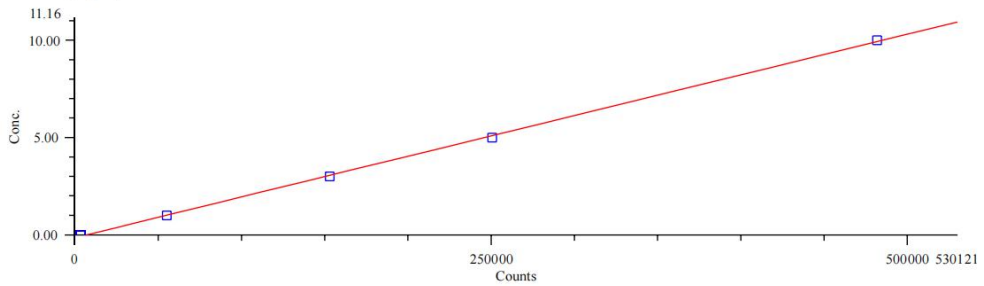
Bi I 306.772 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 1	379625	10.00	9.969	-0.312
Standard 2	197258	5.000	4.951	-0.975
Standard 3	132227	3.000	3.162	5.40
Standard 4	54631.1	1.000	1.027	2.71
Blank	13330.5	0	-0.1092	***

Calibration Coefficients	C0	C1	R
	-0.47599	2.751e-5	0.9993

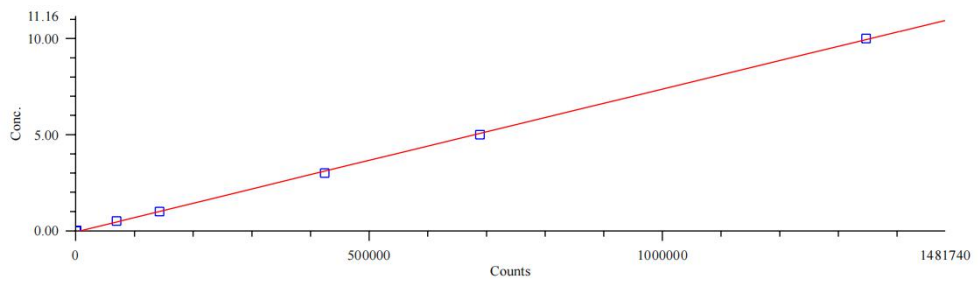
Pb II 220.353 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 1	481929	10.00	9.935	-0.654
Standard 2	250611	5.000	5.095	1.89
Standard 3	152986	3.000	3.052	1.73
Standard 4	55052.1	1.000	1.003	0.263
Blank	3138.51	0	-0.08362	***

Calibration Coefficients
 C0 C1 R
 -0.14929 2.092e-5 0.9996

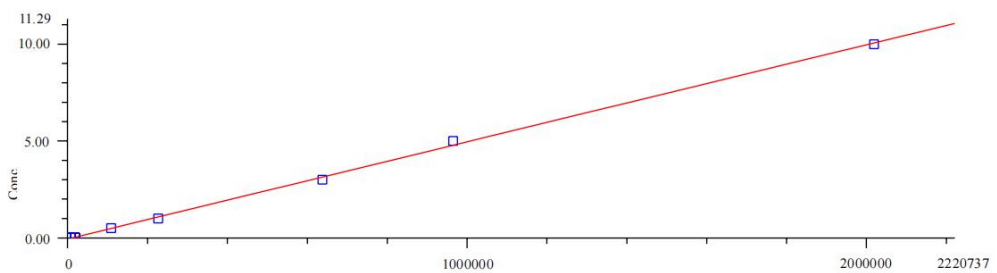
Zn I 213.856 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 1	1347040	10.00	9.944	-0.561
Standard 2	688955	5.000	5.057	1.15
Standard 3	424338	3.000	3.092	3.08
Standard 4	142439	1.000	0.9992	-0.0815
Standard 5	69292.0	0.5000	0.4560	-8.79
Blank	1286.95	0	-0.04894	***

Calibration Coefficients
 C0 C1 R
 -0.05850 7.426e-6 0.9997

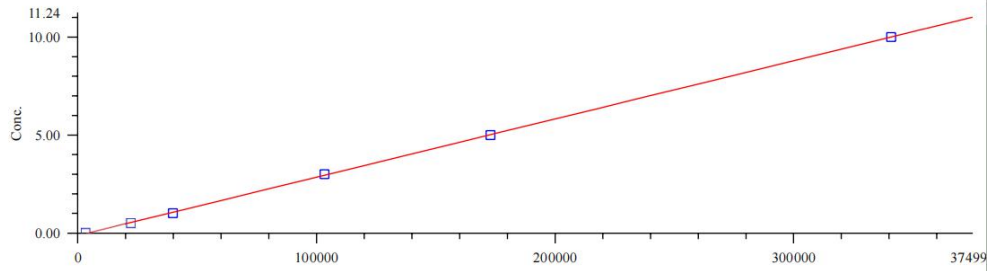
Mn II 259.373 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 1	2018850	10.00	10.06	0.583
Standard 2	965106	5.000	4.775	-4.49
Standard 3	637399	3.000	3.133	4.42
Standard 4	226437	1.000	1.072	7.22
Standard 5	108651	0.5000	0.4817	-3.65
Blank	17859.5	0	0.02656	***

Calibration Coefficients
 C0 C1 R
 -0.06298 5.013e-6 0.9991

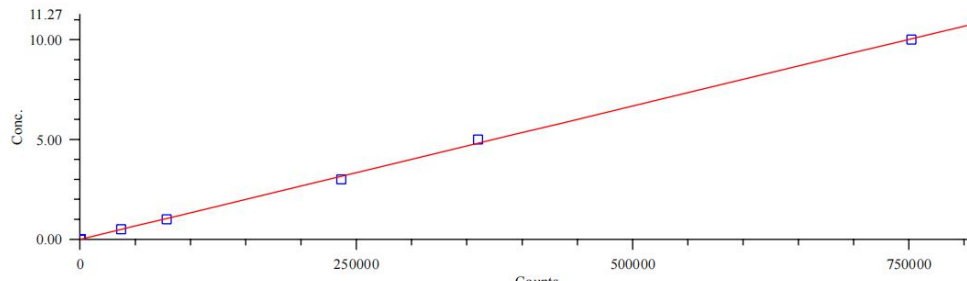
PI 214.914 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 1	340901	10.00	10.01	0.0630
Standard 2	172897	5.000	5.009	0.187
Standard 3	103329	3.000	2.940	-1.99
Standard 4	39790.9	1.000	1.050	5.04
Standard 5	22068.6	0.5000	0.5233	4.65
Blank	3484.58	0	-0.02948	***

Calibration Coefficients	C0	C1	R
	-0.13312	2.974e-5	0.9999

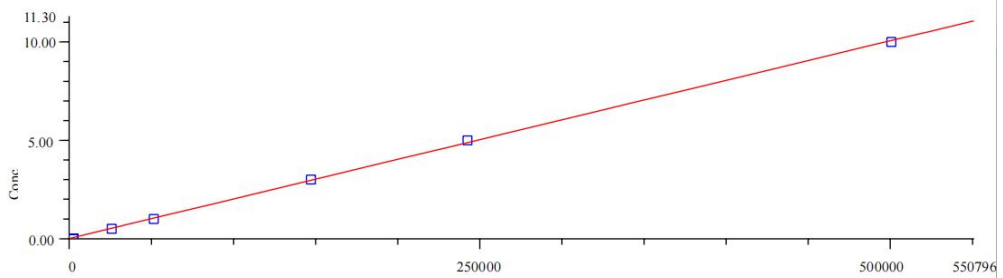
Cr II 267.716 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 1	752532	10.00	10.05	0.466
Standard 2	360195	5.000	4.800	-3.99
Standard 3	236578	3.000	3.147	4.91
Standard 4	78551.8	1.000	1.034	3.43
Standard 5	37183.7	0.5000	0.4812	-3.76
Blank	460.835	0	-0.009862	***

Calibration Coefficients	C0	C1	R
	-0.01602	1.337e-5	0.9991

Ti II 323.452 nm (mg/L)



Standard	Counts	Real Conc	Calc Conc	% Diff
Standard 1	500724	10.00	10.07	0.677
Standard 2	242537	5.000	4.876	-2.48
Standard 3	147177	3.000	2.958	-1.39
Standard 4	51461.8	1.000	1.034	3.36
Standard 5	25844.1	0.5000	0.5185	3.69
Blank	2347.70	0	0.04597	***

Calibration Coefficients	C0	C1	R
	-0.00124	2.011e-5	0.9996

样品结果

单位：mg/kg

样品元素	高碳锰铁合金	低碳锰铁合金
B	56.855	16.215
Pb	64.325	81.79
Bi	未检出	未检出
Zn	17.7	172.7
Mn	676550	844800
P	1487	1552.5
Cr	259	331.1
Ti	656.9	未检出

结果与讨论

锰铁合金中成分含量决定了产品的质量。以往长采用化学法或原子吸收光谱法进行测定，但存在准确度较差或测定速度不能满足要求等问题。为了实现多种元素的准确、快速测定，建立了采用电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-OES）测定锰铁合金中硼、铅、铋、锌、锰、磷、铬、钛等元素的方法。实验用硝酸、盐酸、氢氟酸、高氯酸分解样品。实验结果表明，铁不干扰测定，在各元素的校准曲线范围内，线性相关系数在 0.9991~0.9999 之间，并且进行了验证实验，可以满足相关分析要求。