



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103175824 B

(45) 授权公告日 2015. 08. 26

(21) 申请号 201310058507. 8

(22) 申请日 2013. 02. 25

(73) 专利权人 内蒙古包钢钢联股份有限公司

地址 014010 内蒙古自治区包头市昆区河西工业区

(72) 发明人 王宴秋 刘建华 战丽君 戴文杰 乔宇 赵布和 段晓晨

(74) 专利代理机构 北京康盛知识产权代理有限公司 11331

代理人 张良

莫庆军 等. ICP_AES 法测定锰铁中硅和磷方法研究.《光谱学与光谱分析》. 2004, 第 24 卷 (第 12 期), 1666-1668.

唐华应 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定锰铁合金中铬硅磷.《冶金分析》. 2007, 第 27 卷 (第 9 期), 48-50.

涂昀 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝锰铁合金中铝磷硅.《江西冶金》. 2009, 第 29 卷 (第 5 期), 43-45.

审查员 魏嵬

(51) Int. Cl.

G01N 21/73(2006. 01)

G01N 1/28(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 102393386 A, 2012. 03. 28, 全文.

葛晶晶. ICP_AES 法测定锰铁中微量的硅和磷.《河北冶金》. 2007, (第 159 期), 52-53.

郝荷芳. ICP_AES 法测定低碳锰铁中磷、铁、硅.《山西化工》. 2011, 第 31 卷 (第 5 期), 22-23.

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

电感耦合等离子体光谱发射仪测定锰铁中硅磷含量的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种电感耦合等离子体光谱发射仪测定锰铁中硅磷含量的方法,包括:配制锰铁样品的雾化溶液,配制标准溶液,所述标准溶液包括锰标准溶液、磷标准溶液和硅标准溶液;将雾化溶液引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪,测定待测元素谱线强度,根据已知浓度的所述标准溶液测得的谱线强度,得出所述锰铁样品中硅和磷的含量。利用本发明技术方案可以快速、准确地测定锰铁中硅和磷的含量。

1. 一种电感耦合等离子体光谱发射仪测定锰铁中硅磷含量的方法,包括:

配制锰铁样品的雾化溶液,配制标准溶液,所述标准溶液包括锰标准溶液、磷标准溶液和硅标准溶液;配制锰铁样品的雾化溶液过程中,将 0.2500g 锰铁样品置于 250mL 烧杯中,加入盐硝混酸 20mL 加热溶解,10 ~ 30min 后,以中速滤纸过滤于 200mL 烧杯中,以盐酸洗烧杯 3-4 次,沉淀 5-6 次,过滤,滤液作为主液保存;沉淀放入铂坩埚中,碳化、灰化后,于 900℃ 灼烧 10min,取出冷却,加入 1 ~ 2g 混合熔剂再熔融 10min,冷却;将铂坩埚放入预先加入 50ml 水及 10ml 盐酸的烧杯中,煮沸至冒大气泡,冷却至室温,洗净铂坩埚,将提取液与母液合并,转移到 250ml 容量瓶中定容摇匀,获得锰铁样品的雾化溶液;

取容量瓶分别移取 30ml 锰标准溶液,移取硅标准溶液和磷标准溶液配制至少两个不同浓度的混合标准溶液,将各混合标准溶液分别引入电感耦合等离子体光谱发射仪,测定发射光强度,绘制工作曲线;将各个雾化溶液引入电感耦合等离子体光谱发射仪,测定硅和磷所对应的发射光强度,根据工作曲线确定硅和磷的含量;待测元素的分析线波长为:磷 213.617nm、硅 251.612nm。

2. 如权利要求 1 所述的电感耦合等离子体光谱发射仪测定锰铁中硅磷含量的方法,其特征在于:盐硝混酸中盐酸、硝酸、水体积比为 1:1:3,盐酸密度为 1.19g/ml。

3. 如权利要求 1 所述的电感耦合等离子体光谱发射仪测定锰铁中硅磷含量的方法,其特征在于:在所述锰标准溶液的配制过程中,称取 5.000g 电解锰于 250mL 烧杯中,加 50mL 硝酸水溶液,加热溶解,煮沸除尽氮氧化物,冷却,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即成浓度为 5mg/mL 的锰标准溶液。

4. 如权利要求 3 所述的电感耦合等离子体光谱发射仪测定锰铁中硅磷含量的方法,其特征在于:硝酸水溶液中硝酸和水体积比为 2:3。

5. 如权利要求 1 所述的电感耦合等离子体光谱发射仪测定锰铁中硅磷含量的方法,其特征在于:在所述磷标准溶液的配制过程中,选取基准磷酸二氢钾,预先经 105℃ 烘 1h,置于干燥器中,冷却至室温;称取 4.3936g 干燥基准磷酸二氢钾,置于 500mL 烧杯中,用适量水溶解,煮沸,冷却,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,再稀释 10 倍,即成浓度为 100 μg/mL 的磷标准溶液。

6. 如权利要求 1 所述的电感耦合等离子体光谱发射仪测定锰铁中硅磷含量的方法,其特征在于:在所述硅标准溶液的配制过程中,选取纯度为 99.99% 二氧化硅,预先经 1000℃ 灼烧 1h 后,置于干燥器中冷至室温;称取 0.4279g 干燥的二氧化硅,置于加有 3g 无水碳酸钠的铂坩埚中,上面再覆盖 1 ~ 2g 无水碳酸钠,将铂坩埚先于低温处加热,再置于 950℃ 高温加热熔融至透明,时间为 20 ~ 40min,再继续加热熔融 3min,冷却后,放入用盛有冷水的塑料烧杯中浸出熔块,熔块溶解后,取出铂坩埚仔细清洗,将所有溶液移于 200mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,再稀释 10 倍,贮于塑料瓶中,即成浓度为 100 μg/mL 硅标准溶液。

电感耦合等离子体光谱发射仪测定锰铁中硅磷含量的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及钢铁冶金分析技术领域,特别是涉及一种电感耦合等离子体光谱发射仪测定锰铁中硅磷含量的方法。

背景技术

[0002] 锰铁是转炉冶炼过程中使用的重要合金原料之一,随着对冶炼新钢种品质要求的提高,对冶炼过程控制的要求也相应的提高,因此对冶炼过程中使用的各类原料不再满足于主成分的检验,快速而准确地分析原料中其他相关成分的含量,从而更准确地控制冶炼成分则显得日益重要。

[0003] 目前,国内已有锰铁中硅和磷的化学分析方法,硅多采用 GB/T5686.2-2008 中重量法测定,磷多采用 GB/T 5686.4-2008 中碱量滴定法测定,两种方法消耗大量的化学药品且操作步骤繁琐,尤其是硅采用重量法测试一个样品需要 2-3 天的时间。

[0004] 电感耦合等离子体光谱发射仪 (Inductive Coupled Plasma Emission Spectrometer, ICP),以电感耦合等离子体为激发光源,具有检出限低、线性范围广、电离和化学干扰少、准确度和精密度高等分析性能。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种电感耦合等离子体光谱发射仪测定锰铁中硅磷含量的方法,可以快速、准确地测定锰铁中硅和磷的含量。

[0006] 技术方案具体如下:

[0007] 一种电感耦合等离子体光谱发射仪测定锰铁中硅磷含量的方法,包括:

[0008] 配制锰铁样品的雾化溶液,配制标准溶液,所述标准溶液包括锰标准溶液、磷标准溶液和硅标准溶液;配制锰铁样品的雾化溶液过程中,将 0.2500g 锰铁样品置于 250mL 烧杯中,加入盐硝混酸 20mL 加热溶解,10 ~ 30min 后,以中速滤纸过滤于 200mL 烧杯中,以盐酸洗烧杯 3-4 次,沉淀 5-6 次,过滤,滤液作为主液保存;沉淀放入铂坩埚中,碳化、灰化后,于 900℃ 灼烧 10min,取出冷却,加入 1 ~ 2g 混合熔剂再熔融 10min,冷却;将铂坩埚放入预先加入 50ml 水及 10ml 盐酸的烧杯中,煮沸至冒大气泡,冷却至室温,洗净铂坩埚,将提取液与母液合并,转移到 250ml 容量瓶中定容摇匀,获得锰铁样品的雾化溶液;

[0009] 取容量瓶分别移取 30ml 锰标准溶液,移取硅标准溶液和磷标准溶液配制至少两个不同浓度的混合标准溶液,将各混合标准溶液分别引入电感耦合等离子体光谱发射仪,测定发射光强度,绘制工作曲线;将各个雾化溶液引入电感耦合等离子体光谱发射仪,测定硅和磷所对应的发射光强度,根据工作曲线确定硅和磷的含量;待测元素的分析线波长为:磷 213.617nm、硅 251.612nm。

[0010] 进一步:盐硝混酸中盐酸、硝酸、水体积比为 1:1:3,盐酸密度为 1.19g/ml。

[0011] 进一步:在所述锰标准溶液的配制过程中,称取 5.000g 电解锰于 250mL 烧杯中,加 50mL 硝酸水溶液,加热溶解,煮沸除尽氮氧化物,冷却,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至

刻度,摇匀,即成浓度为 5mg/mL 的锰标准溶液。

[0012] 进一步:硝酸水溶液中硝酸和水体积比为 2:3。

[0013] 进一步:在所述磷标准溶液的配制过程中,选取基准磷酸二氢钾,预先经 105℃ 烘 1h,置于干燥器中,冷却至室温;称取 1.0985g 干燥基准磷酸二氢钾,置于 500mL 烧杯中,用适量水溶解,煮沸,冷却,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,即成浓度为 250 μg/mL 的磷标准溶液,再稀释 10 倍,即成浓度为 25 μg/mL 的磷标准溶液。

[0014] 进一步:在所述硅标准溶液的配制过程中,选取纯度为 99.99% 二氧化硅,预先经 1000℃ 灼烧 1h 后,置于干燥器中冷至室温;称取 0.5349g 干燥的二氧化硅,置于加有 3g 无水碳酸钠的铂坩埚中,上面再覆盖 1~2g 无水碳酸钠,将铂坩埚先于低温处加热,再置于 950℃ 高温加热熔融至透明,时间为 20~40min,再继续加热熔融 3min,冷却后,放入用盛有冷水的塑料烧杯中浸出熔块,熔块溶解后,将铂坩埚洗净后取出,将所有溶液移于 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即成浓度为 250 μg/mL 硅标准溶液。再稀释 10 倍,贮于塑料瓶中,即成浓度为 25 μg/mL 硅标准溶液。

[0015] 本发明的有益效果:

[0016] 1、溶样充分;样品用盐硝混酸溶解,过滤的残渣用碳酸钠和硼酸混合熔剂处理后再用盐酸提取,将两次溶液合并,该方法可以充分溶解样品,从而提高测量的准确度。

[0017] 2、可以快速、准确地测定锰铁中硅和磷的含量;ICP 法一次溶解样品可同时测定锰铁中硅和磷的含量,而传统方法只能一次测定一种元素,而且传统的化学方法步骤较多操作繁琐。

[0018] 3、环保;采用传统分析方法需要使用较多的化学药品,分析硅时要用到易发生爆炸的高氯酸,而本发明只用到少量的盐硝混酸及混合熔剂,具有节能、环保的优点。

具体实施方式

[0019] 本发明总的思路是:将锰铁样品用盐硝混酸溶解,过滤后残渣用碳酸钠硼酸混合熔剂处理后用盐酸提取,将两次溶液合并后稀释到一定体积,得到锰铁样品的雾化溶液;将雾化溶液引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪,测定待测元素谱线强度,根据已知浓度标准物质测得的谱线强度,求出待测物质对应元素的浓度。

[0020] 本发明中,所用试剂优选:

[0021] 盐酸:密度为 1.19g/ml;

[0022] 盐酸水溶液:盐酸:水体积比为 5:95;

[0023] 硝酸水溶液:硝酸:水体积比为 2:3;

[0024] 盐硝混酸:盐酸:硝酸:水体积比为 1:1:3;

[0025] 混合熔剂:碳酸钠:硼酸质量比为 2:1。

[0026] 优选 ICP 光谱仪为美国 PE 公司生产,OPTIMA5300DV 双向观测型全谱直读等离子光谱仪,Winlab32 软件,仪器工作参数如表 1 所示。

[0027] 表 1

[0028]

参数	高频频率	功率	冷却气流量	辅助气流量	载气流量	溶液提升量

数值	40.68MHZ	1300W	15L/min	0.2L/min	0.8L/min	1.5mL/min
参数	冲洗时间	预燃时间	积分时间	读数延时	观测高度	观测方式
数值	8s	45s	2 ~ 10s 自动	30s	15mm	轴向

[0029] 待测元素的分析线波长为：磷 213.617nm、硅 251.612nm。

[0030] 步骤 1：配制锰铁样品的雾化溶液；

[0031] 本发明中，锰铁样品取了 7 种，分别为：锰铁 YSBC18602-08、高碳锰铁 YSB C 11602-99、中碳锰铁 YSBC41601-99、中碳锰铁 GBW 01421、中碳锰铁 YSBC 25614-96、中碳锰铁 GSB 03-1361-2001、中碳锰铁 GSB03-1358-2001。

[0032] 将 0.2500g 锰铁样品置于 250mL 烧杯中，加入盐硝混酸 20mL 加热溶解，10 ~ 30min 后，样品大部分溶解，以中速滤纸过滤于 200mL 烧杯中，以盐酸洗烧杯 3-4 次，沉淀 5-6 次，过滤，滤液作为主液保存。沉淀放入铂坩埚中，碳化、灰化后，于 900℃ 灼烧 10min，取出冷却，加入 1 ~ 2g 混合熔剂再熔融 10min，冷却。将铂坩埚放入预先加入 50ml 水及 10ml 盐酸的烧杯中，煮沸至冒大气泡，冷却至室温，洗净铂坩埚，将提取液与母液合并，转移到 250ml 容量瓶中定容摇匀，获得锰铁样品的雾化溶液。

[0033] 这样，就可以获得锰铁 YSBC18602-08、高碳锰铁 YSB C 11602-99、中碳锰铁 YSBC41601-99、中碳锰铁 GBW 01421、中碳锰铁 YSBC 25614-96、中碳锰铁 GSB 03-1361-2001、中碳锰铁 GSB 03-1358-2001 的七种雾化溶液。

[0034] 步骤 2：标准溶液的配制；

[0035] 锰标准溶液的配制：称取 5.000g 电解锰于 250mL 烧杯中，加 50mL 硝酸水溶液，加热溶解，煮沸除尽氮氧化物，冷却，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，即成浓度为 5mg/mL 的锰标准溶液。

[0036] 磷标准溶液的配制：基准磷酸二氢钾，预先经 105℃ 烘 1h，置于干燥器中，冷却至室温。称取 4.3936g 干燥基准磷酸二氢钾，置于 500mL 烧杯中，用适量水溶解，煮沸，冷却，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，再稀释 10 倍，即成浓度为 100 μg/mL 的磷标准溶液。

[0037] 硅标准溶液的配制：二氧化硅，纯度在 99.99% 以上，预先经 1000℃ 灼烧 1h 后，置于干燥器中冷至室温。称取 0.4279g 干燥的二氧化硅，置于加有 3g 无水碳酸钠的铂坩埚中，上面再覆盖 1 ~ 2g 无水碳酸钠，将铂坩埚先于低温处加热，再置于 950℃ 高温加热熔融至透明，时间为 20 ~ 40min，再继续加热熔融 3min，冷却后，放入用盛有冷水的塑料烧杯中浸出熔块，熔块溶解后，取出铂坩埚仔细清洗，将所有溶液移于 200mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，再稀释 10 倍，贮于塑料瓶中，即成浓度为 100 μg/mL 硅标准溶液。

[0038] 步骤 3：将雾化溶液引入电感耦合等离子体原子发射光谱仪，测定待测元素谱线强度，根据已知浓度标准溶液测得的谱线强度，得出锰铁样品中硅和磷的含量。

[0039] 取 8 个 250mL 容量瓶分别移取 30ml 锰标准溶液，按照表 2 移取硅和磷标准溶液配制多个不同浓度的混合标准溶液，将各混合标准溶液分别引入 ICP 发射光谱仪，测定发射光强度，绘制工作曲线。

[0040] 表 2

[0041]

标号	硅标液	硅含量%	磷标液	磷含量%
0	0ml	0.00	0ml	0.00
1	5ml (25 μ g/mL)	0.050	5ml (25 μ g/mL)	0.050
2	10ml (25 μ g/mL)	0.100	10ml (25 μ g/mL)	0.100
3	20ml (25 μ g/mL)	0.200	20ml (25 μ g/mL)	0.200
4	5ml (250 μ g/mL)	0.500	30ml (25 μ g/mL)	0.300
5	10ml (250 μ g/mL)	1.00	4ml (250 μ g/mL)	0.400
6	20ml (250 μ g/mL)	2.00	5ml (250 μ g/mL)	0.500
7	50ml (250 μ g/mL)	5.00	10ml (250 μ g/mL)	1.00

[0042] 将各个样品的溶解液引入 ICP 发射光谱仪,测定硅、磷所对应的发射光强度,根据工作曲线确定硅、磷的含量,结果如表 3 所示。

[0043] 表 3

[0044]

样品名称	Si (%)		P (%)	
	标准值	测定值	标准值	测定值
锰铁YSBC18602-08	2.38	2.402	0.194	0.197
高碳锰铁YSB C 11602-99	0.43	0.442	0.152	0.155
中碳锰铁材字32	0.948	0.961	0.180	0.183
中碳锰铁GBW 01421	0.92	0.917	0.277	0.275
中碳锰铁 YSBC 25614-96	1.28	1.275	0.190	0.187
中碳锰铁 GSB 03-1361-2001	2.10	2.055	0.141	0.140
中碳锰铁 GSB 03-1358-2001	1.62	1.622	0.144	0.146

[0045] 通过上述步骤可以看出,通过本发明方法,可以利用利用等离子发射光谱法快速、准确的测定锰铁中硅和磷的含量。