

## ICP-AES法联合测定软磁铁氧体中微量元素

陈学琴, 林七女, 张桂华, 高文红

(莱芜钢铁集团有限公司技术中心)

软磁铁氧体主要成分为氧化铁, 含量在99%以上, 对其它杂质元素含量控制极严, 需精确测定。日常分析多采用经典化学方法测定, 这类方法测定元素单一, 操作繁琐。本文建立了ICP-AES联合测定软磁铁氧体用氧化铁中Mg、Al、Ti、Mn、Cu、Si 6种元素的方法, 该方法快速、准确、简便。将本法测定结果与经典化学分析结果比较, 结果满意。

## 1 实验

(1) 仪器: PS-1000UV型ICP发射光谱仪(顺序扫描型)。

(2) 主要试剂: 纯铁: 99.95%; 硝酸、盐酸: 分析纯; 单元素储备液: 分别制备镁、铝、钛、锰、铜、硅单元素标准溶液, 浓度均为1000g/mL; 混合标准溶液Mn、Al各50 $\mu$ g/mL; Si为30 $\mu$ g/mL; Ti、Cu、Mg各20 $\mu$ g/mL。

(3) 样品处理: 称取1.000g软磁铁氧体试样置于250mL锥形瓶中。加入盐硝混酸(3+1+2) 30mL。低温加热, 待样品完全溶解, 取下。冷却至室温, 转移至100mL容量瓶中。定容, 待测。

(4) 标准工作曲线绘制: 分别称取0.7000g纯铁置于5个锥形瓶中, 按样品处理方法溶解, 冷却至室温, 转移到100mL容量瓶中, 分别加入0.0、2.5、5.0、7.5、10mL混合标准溶液, 定容。将它们的浓度分别输入计算机, 在最佳工作条件下测定其光强, 每个标准溶液重复测定3次, 计算机自动拟合曲线、存储。以后每次开机为节省时间采用两点(空白, 高含量标准)校准曲线, 即可工作。

## 2 结果与讨论

(1) 条件试验: 首先作参数选择: 本文采用正交设计(L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>))考察功率、冷却气、载气流量对待测元素分析线波长处谱线强度影响。确定工作参数最佳折衷选择, 结果见表1。

表1 仪器工作参数

功率 kW	载气流量 L/min	雾化压力 Psi	冷却气流量 L/min	辅助气流量 L/min	样品提升量 mL/min
1.0	0.5	50	16	0.4	1.2

然后是观测高度确定: Mn1线位于各元素分析线中间, 故采用Mn1线的最佳观测高度为折衷最佳观测高度(利用微机自动调节Mn1最佳观测高度)。

(2) 谱线选择: 扫描混合待测元素混合标准溶液和纯铁溶液, 分别得到相应的各元素扫描峰形图与背景轮廓。根据这些谱线图及背景轮廓, 观察干扰类型和程度。参考仪器软件谱线库中提供的元素间干扰情况。综合考虑铁对被测元素的干扰以及被测元素间干扰, 进行谱线选择, 结果见表2。

表2 分析元素谱线 nm

被测元素	Mn	Al	Cu	Ti	Si	Mg
波长	257.610	308.225	324.754	334.941	251.611	279.553

(3) 精密度试验与结果对照试验: 选取一份铁氧体试样, 按本文方法对样品进行5次平行测定。计算测定结果及相对标准偏差, 结果列于表3(其中的Si已换算成SiO<sub>2</sub>含量, 下文相同); 然后根据GB11434-89铁氧体原材料化学分析方法分别测定元素Mn、Al、Cu、Mg、Si、Ti, 结果见表4。

表3 方法精度

元素	测量值, $\mu\text{g/mL}$					$\bar{X} \pm \text{SD}$	RSD, %
Mn	1.50	1.51	1.50	1.49	1.51	$1.50 \pm 0.01$	0.75
Al	1.30	1.29	1.30	1.31	1.29	$1.30 \pm 0.01$	1.02
Ti	0.42	0.41	0.40	0.41	0.41	$0.41 \pm 0.01$	0.63
Cu	0.28	0.27	0.27	0.29	0.28	$0.28 \pm 0.01$	0.75
Mg	0.25	0.26	0.27	0.24	0.27	$0.28 \pm 0.01$	1.16
SiO <sub>2</sub>	1.29	1.40	1.34	1.32	1.41	$1.34 \pm 0.08$	5.74

表4 结果对照表  $\mu\text{g/mL}$ 

元素	Mn	Al	Ti	SiO <sub>2</sub>	Mg	Cu
ICP-AES值	1.50	1.30	0.41	1.34	0.27	0.28
化学值	1.52	1.30	0.43	1.219	0.27	0.28

### 3 结论

利用ICP-AES法测定软磁铁氧体中镁、铝、钛、锰、铜、硅六种元素, 简便、快速、准确、实用性强。

[返回上页](#)