

## ICP-AES法测定炉渣中的磷

张 晓 峰

(济南钢铁集团总公司 技术中心, 山东 济南 250101)

**摘 要:** 通过实验ICP-AES分析炉渣中磷的测试方法, 给出了炉渣中磷元素测定的检出限、检测下限, 确立了炉渣中磷分析的基本条件, 确立了合适的谱线以及背景校正条件。实验证明, 方法的准确度和精密度以及重现性良好, 完全可以达到化学分析方法同等的精度。

**关键词:** ICP-AES; 磷; 炉渣; 分析谱线; 检出限

中图分类号: 0657.31      文献标识码: B      文章编号: 1004-4620 (2003) 05-0049-02

### Determination of Phosphorus Element in Slag by ICP-AES

ZHANG Xiao-feng

(Center of Technology of Jinan Iron and Steel Group, Jinan 250101, China)

**Abstract:** Through experimenting determination method for analyzing phosphorus in slag by ICP-AES the determined limit and lowest determined limit were got, the basic condition for analyzing phosphorus in slag, suitable line, background correction condition were established. The experiment has proved that this method has high accuracy, good reproducibility, and can come to same accuracy compared with other chemical analyzing method.

**Keywords:** ICP-AES; phosphorus; slag; analyzing spectrum line; determined limit

## 1 前言

传统的冶金炉渣分析一般采用EDTA滴定法和分光光度法, 因为是单元素分析, 所以费时又费力。尤其是磷的分析, 由于不同来源的试样, 含量高低差别很大, 如何选择合适的标准物质, 以保证测量结果的准确度, 成了一大难题。济南钢铁集团总公司技术中心在引进等离子发射光谱仪之后, 利用光谱仪进行磷元素分析, 克服了分光光度法分析磷的线性范围窄的缺点, 磷的分析线性好, 范围宽, 完全满足科研和生产的需要, 也为其它材料的分析提供了经验。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器与试剂

IRIS-advantage (CID) 光谱仪, 工作条件: 功率1350W; 样品冲洗时间10s; 积分时间长波30s, 短波20s; 冲洗泵速/分析泵速2.22mL/min; 延迟时间30s; 雾化气压力0.22MPa; 辅助气流0.5L/min。

大熔剂：无水碳酸钾+硼砂 (2+1) (分析纯)

盐酸 (比重1.19, 分析纯)

磷标准溶液：1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$

炉渣标准样品

## 2.2 样品处理

准确称取0.1000g样品, 移入铂金坩埚中, 加入大熔剂1.00g, 混匀, 放入马弗炉中, 于(950 $\pm$ 10) $^{\circ}\text{C}$ 熔融15min取出, 用10mL (1+1) 盐酸浸出, 转移到250mL容量瓶中, 蒸馏水定容, 随同试剂空白一同测量。

## 3 结果与讨论

### 3.1 条件实验

影响磷的测定灵敏度的主要因素有：等离子炬 (RF) 功率, 滞留时间, 观测高度。

(1) 提高RF功率, 增进能量传递的效率, 是达到等离子体强化状态的一项有效措施。试验了RF功率由0.95kW逐步提高到1.15、1.35、1.55、1.75kW的情况, 结果是大熔剂中钾离子的基体对P的干扰出现明显下降, 谱线强度显著提高。文献中Bremer则分别试验了由钙和钾、钠的基体带来的谱线强度下降情况, 实验表明基体干扰下降了30%以上, 而RF功率进一步提高则效果变化不明显。考虑到仪器的安全使用, 选定1.35kW的实验条件。

(2) 只有较低的载气流速、合适的蠕动泵转速与较大的中心出口内径, 才可增加气溶胶通过中心通道的时间, 即滞留时间, 提高谱线强度。在选用高盐雾化器和中心管的前提下, 选择合适的载气流速0.22 L/min和恰当的蠕动泵转速2.22mL/min, 适当加大溶液的提升量, 延长等离子体的滞留时间。实验表明, 过高的流速和转速会影响雾化效率, 只有使ICP接近局部热力学平衡 (LTE) 状态时, 才能有效抑制易电离元素对分析元素磷的干扰。磷的分析谱线的相对强度变化范围 (RSD) 降至4%以内, 结果稳定性得到了有效的保证, 见表1。

表1 分析参数对磷的178.2线强度值的影响 (Ir)

| 转速<br>/mL.min <sup>-1</sup> | 载气流速/L.min <sup>-1</sup> |        |        |        |        |
|-----------------------------|--------------------------|--------|--------|--------|--------|
|                             | 0.18                     | 0.20   | 0.22   | 0.24   | 0.26   |
| 1.86                        | 0.0765                   | 0.0866 | 0.0956 | 0.0986 | 0.0967 |
| 2.22                        | 0.0883                   | 0.0974 | 0.1020 | 0.0972 | 0.0942 |
| 2.60                        | 0.0957                   | 0.0981 | 0.0973 | 0.0969 | 0.0930 |
| 2.96                        | 0.0973                   | 0.0963 | 0.0970 | 0.0946 | 0.0856 |

(3) 观测高度这一因素主要由辅助气和载气流速所控制, 而载气流速又同样影响等离子体滞留时间。调整氩气的流速, 就可以选择适宜的观测高度, 从而得到理想的净强度值 (Ir)。参照仪器推荐值, 确定了合适的实验条件 (见2.1工作条件)。结果表明, 选择适当的分析条件有利于改善和提高磷的分析强度以及测定结果的稳定性。

### 3.2 谱线选择及背景扣除

由于提高了RF功率, 不可避免地要增加背景, 因此, 选择合适的谱线和背景扣除方法尤为重要。试验了

177.5、178.2、213.6nm, 但177.5nm测试谱线强度为负值, 磷的213.6nm线受铜的影响非常大(炉渣含有不同程度的铜), 由于178.2nm的钠干扰较严重, 采取在大熔剂中选用无水碳酸钾替代碳酸钠, 可以有效地解决钠基体的干扰。使用TJA分析软件确定磷元素的分析谱线和背景校正点, 结果见表2。

表2 磷元素的分析谱线和背景校正点

| 元素 | 分析波长 / nm | 级次  | 扣背景点 |    | 检测宽度 |
|----|-----------|-----|------|----|------|
|    |           |     | 左边   | 右边 |      |
| P  | 178.287   | 188 | 3    | 11 | 3    |

### 3.3 标准曲线的制作和元素检出限的确定

依据上述样品处理方法, 选择基体接近的行业标准物质(炉渣), 按照上述实验方法, 随同试剂空白进行工作曲线的绘制, 计算机采集实验数据后自动给出线性化系数和工作曲线, 数据见表3。

表3 工作曲线的绘制

| 标样                            | GSBH42010-94-513 | GSBH42011-94-514 | BH0106 | YSBC13840-96 | YSBC28852-98 | YSBC13939-96 | 线性相关系数   |
|-------------------------------|------------------|------------------|--------|--------------|--------------|--------------|----------|
| P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 0.10%            | 0.87%            | 0.18%  | 0.98%        | 0.0082%      | 0.41%        | 0.999562 |

随同试验测量试剂空白, 以10次测量结果的标准偏差(0.0017%)的3倍作为检出限, 测定结果为: 检出限0.0051%。

### 3.4 回收率试验

采用标准样品为基体, 添加一定量的磷标准储备溶液(10μg/mL), 按样品处理方法操作, 测得方法的回收率, 见表4。

表4 方法回收率结果%

| 标准值   | 加标值   | 测定值   | 回收率    |
|-------|-------|-------|--------|
| 0.010 | 0.010 | 0.020 | 100.00 |
| 0.049 | 0.050 | 0.098 | 98.99  |
| 0.41  | 0.40  | 0.80  | 98.76  |
| 1.56  | 0.40  | 1.99  | 101.53 |

由表4可见, 本方法的回收率在97%~102%之间, 准确度令人满意。

## 4 结论

采用P178.2nm作为测定磷的分析线, 选用无水碳酸钾+硼酸作为大熔剂可以从根本上克服钠的基体干扰, 有效地解决了炉渣中磷的分析问题, 经大量的分析数据对比, 结果令人满意。