

# 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法 测定钒铁中 7 种杂质元素

霍红英

(攀枝花学院, 国家钒钛检测重点实验室, 四川攀枝花 617000)

**摘要:**利用 X 射线衍射法对钒铁酸溶前后的物相进行对比分析, 发现酸溶残渣的主要成分为硅铝氧化物, 因此可以使用混酸、在高压下提高反应温度的微波消解技术处理样品。采用硝酸、盐酸、氢氟酸混合酸并使用微波消解两步升温法处理样品, 选择 Si 251.611 nm、Al 394.401 nm、Mn 257.610 nm、P 178.284 nm、As 189.042 nm、Cu 324.754 nm、Ni 231.604 nm 为分析谱线, 采用基体匹配法绘制校准曲线消除基体效应的影响, 使用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)同时测定硅、铝、锰、磷、砷、铜、镍, 从而建立了钒铁中硅、铝、锰、磷、砷、铜、镍等杂质元素的分析方法。各待测元素校准曲线的线性相关系数  $r$  均大于 0.9995; 方法中各元素检出限为 0.0001%~0.0013% (质量分数)。方法应用于两个钒铁标准样品中硅、铝、锰、磷、砷、铜、镍测定, 结果的相对标准偏差(RSD,  $n=8$ ) 不大于 4%, 测定值与认定值相符合。

**关键词:**微波消解; 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES); 钒铁; 杂质元素

文献标志码: A

文章编号: 1000-7571(2018)02-0065-06

钒铁作为一种重要的铁合金产品, 是国家发展的重要工业原料和战略物资。在钢中加入钒铁, 起到细化剂和沉淀强化的作用, 增加了钢材的耐磨性、韧性和耐热性<sup>[1]</sup>。当前我国的国家推荐标准 GB/T 4139—2012《钒铁》与国际标准 ISO 5451—1980《钒铁规格和交付条件》相比, 没有 As、Cu、Ni 等杂质元素的分析要求和检测方法, 在产品进出口时存在质量把控差异; 同时测定钒铁中 Si、P、Al、Mn 等通常采用重量法、滴定法和分光光度法等分析方法, 这些方法存在过程繁杂, 分析周期长, 化学药剂使用量大且品种繁多, 人员需求量大, 检测正确度低等问题; 满足不了现代快速、高效、准确的工作需求。因此, 开发出简便、快速、准确、多元素同时测定的钒铁中杂质元素分析方法是十分有必要的。

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)具有灵敏度高、检出限低、精密度好、正确度高、动态线性范围宽、可多元素同时测定等优点, 是一种分析效率高、准确可靠的检测方法<sup>[2]</sup>。近年来, ICP-AES 用于钒铁中微量杂质元素的测定多有报道。由于钒铁中含有少量酸难溶的氧化铝和氧化硅, ICP-AES

测定钒铁合金中杂质元素, 样品处理是关键。采用酸溶法处理样品容易消解不完全, 导致测定结果偏低; 采用碱溶法处理样品分解能力强, 但连续大量测试后会引入大量的基体元素, 容易堵塞 ICP-AES 进样系统, 损坏仪器的炬管和雾化器。为了严格控制碱溶剂的用量, 杨新能<sup>[3]</sup>等提出用酸溶和碱溶相结合的预处理方法, 克服了酸溶法导致铝、硅测定含量偏低和碱溶法易堵塞电感耦合等离子体炬管和雾化器的弊端, 但是前处理分两步进行, 过程繁琐, 增加了样品被污染的概率及误差来源; 不能满足钒铁中杂质元素大批量快速、准确的分析要求。

微波消解溶样技术具有溶样速度快、试剂用量少、样品不易污染且分解完全, 使用密闭容器使常规法易挥发元素(如砷、磷、铬、硅、钛等)不损失, 清洁环保, 易于实现自动化等优点, 目前已在化矿金分析领域广泛应用<sup>[4]</sup>。为克服试样分解困难问题, 本文提出采用盐酸、硝酸、氢氟酸并使用微波消解技术处理样品, 建立了使用 ICP-AES 同时测定钒铁中硅、铝、锰、磷、砷、铜、镍等杂质元素的检测方法, 并获得满意结果。

收稿日期: 2017-09-25

基金项目: 国家质检总局科技项目(2014IK139); 攀枝花市科技计划基础研究及科研院所能力提升项目(2015CY-G-27)

作者简介: 霍红英(1984—), 女, 讲师, 硕士, 主要从事钒钛材料分析、科研及教学工作; E-mail: 258116574@qq.com

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器和工作条件

6300 型电感耦合等离子体全谱直读光谱仪(美国赛默飞世尔科技有限公司);耐氢氟酸专用进样系统(刚玉中心管、矩管、雾化器、雾室等);MW 3000 型微波消解仪(安东帕(中国)有限公司);<sup>1</sup>Pert3 Powder X 射线衍射仪(荷兰帕纳科公司);101A 型电热鼓风干燥箱(吴江南亚烘箱电热设备有限公司)。

ICP-AES 工作条件:RF 功率为 1150 W;氩气压力为 0.6 MPa;辅助气流量为 1.0 L/min;雾化气流量为 0.75 L/min;泵速为 50 r/min;进样管冲洗时间为 30 s;观测高度为 12 mm;重复测定测数 3 次。

### 1.2 试剂

盐酸( $\rho$  约为 1.19 g/mL);氢氟酸( $\rho$  约为 1.14 g/mL);硝酸( $\rho$  约为 1.42 g/mL);高纯铁(纯度为 99.99%);高纯钒(纯度为 99.99%);EURO-NORM-ZRM 591-1 钒铁标准样品(欧洲钢铁标准协会);EURONORM-CRM 577-1 钒铁标准样品(欧洲钢铁标准协会);硅、铝、磷、锰、砷、铜、镍单元素标准储备溶液(钢铁研究总院):1000  $\mu\text{g/mL}$ ;磷、锰、砷、铜、镍标准工作溶液:100  $\mu\text{g/mL}$ ,由各元素标准储备溶液逐级稀释而成。

硝酸、盐酸、氢氟酸均为优级纯;实验用水均为符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

### 1.3 样品处理

称取 0.3000 g 试样置于微波消解罐中,加入 3.0 mL 水、6.0 mL 硝酸、4.0 mL 盐酸、2.0 mL 氢氟酸,置于通风橱中预消解至不再冒黄烟(约 10 min),按照仪器操作方法将消解罐装入消解仪中,启动消解仪,按照表 1 设定的程序(压力上升速率为 31.5 kPa/s,压力上限为 3990 kPa,温度上限为 240  $^{\circ}\text{C}$ )进行微波消解。消解结束后,冷却,移入 100 mL 聚乙烯容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,待测。

表 1 微波消解程序

Table 1 Program of microwave digestion

步骤 Step	功率 Power/W	升温时间 Heating time/min	保持时间 Hold time/min
1	300	10	5
2	600	10	20
3	0		10

### 1.4 标准溶液系列的配制

钒和铁基体溶液制备:称取 6 份 0.240 g 高纯

钒和 0.045 g 高纯铁置于微波消解罐中,加入 3.0 mL 水、6.0 mL 硝酸、4.0 mL 盐酸、2.0 mL 氢氟酸,按照微波消解操作方法和表 1 程序进行消解,消解结束后分别移入 6 个 100 mL 聚乙烯容量瓶中,此基体溶液中钒质量浓度相当于样品中钒质量分数为 80%,铁质量浓度相当于样品中铁质量分数为 15%。

分别移取 0、0.30、3.0、6.0、9.0、12.0 mL 1000  $\mu\text{g/mL}$  硅、铝标准储备溶液,0、0.30、3.0、6.0、9.0、12.0 mL 100  $\mu\text{g/mL}$  磷、铜、镍标准工作溶液,0、0.30、3.0 mL 100  $\mu\text{g/mL}$  锰标准工作溶液和 1.5、2.4、3.0 mL 1000  $\mu\text{g/mL}$  锰标准储备溶液,0、0.050、3.0、6.0、9.0、12.0 mL 100  $\mu\text{g/mL}$  砷标准工作溶液置于上述 6 个 100 mL 聚乙烯容量瓶中,用水稀释至刻度,定容,混匀。标准溶液系列中各元素的质量浓度见表 2。

表 2 标准溶液系列中各元素的质量浓度

Table 2 The mass concentration of each element

		in standard solution series						$\mu\text{g/mL}$
元素 Element	Si	Al	Mn	P	As	Cu	Ni	
S1	0	0	0	0	0	0	0	
S2	120	120	0.30	0.30	0.050	0.30	0.30	
S3	90	90	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	
S4	60	60	15	6.0	6.0	6.0	6.0	
S5	30	30	24	9.0	9.0	9.0	9.0	
S6	3.0	3.0	30	12	12	12	12	

## 2 结果与讨论

### 2.1 样品酸溶残渣的 X 射线衍射(XRD)物相分析

称取 5.0000 g 钒铁试样于 500 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 100 mL 硝酸,在电热板低温加热进行充分反应消解后,加入 100 mL 盐酸(1+1)低温消解至近干,再加入 20 mL 氢氟酸低温加热 30 min;趁热用慢速定量滤纸过滤,残渣以热水洗净,将残渣连同滤纸一起置于烘箱中,于 120  $^{\circ}\text{C}$  下烘 12 h,将烘干残渣研磨粉碎过 200 目筛子,置于干燥容器中备用。由于残渣量少,实验进行 10 组平行操作,合并残渣。图 1 是钒铁原样的 XRD 图,由图 1 可知其主要成分是 FeV 固溶体,实际图谱的特征峰与标准卡有少量偏移,原因是固溶体的固溶原子半径与溶质原子半径不同,造成晶格畸变,因此固溶体的晶胞参数与标准卡的谱线对比有偏移<sup>[5]</sup>。图 2 是钒铁经上述方法酸溶后残渣的 XRD 图,由 2 图可知,FeV 固溶体基本溶解完全,剩余残渣主要的成分是硅铝氧化物。由

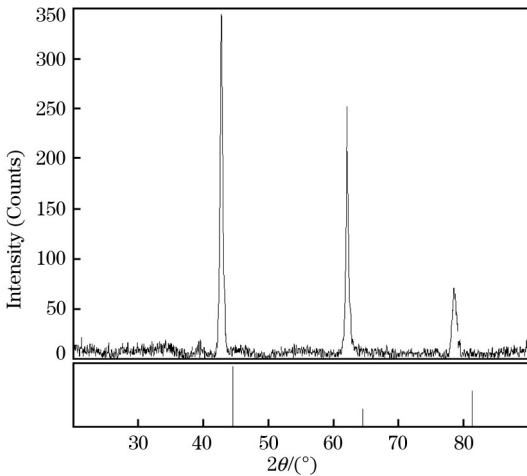


图 1 钒铁合金 XRD 图

Fig. 1 XRD diffraction diagram of vanadium iron alloy

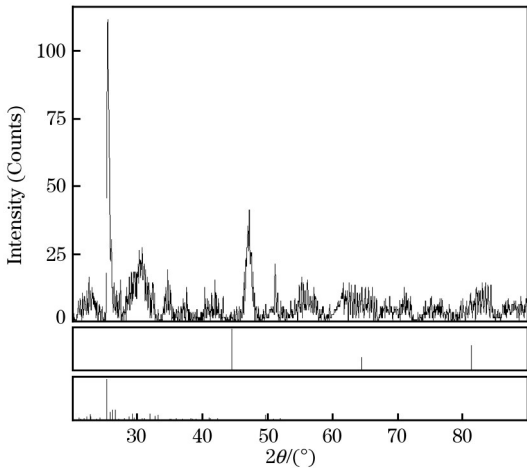
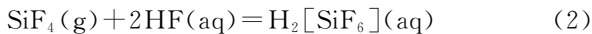


图 2 钒铁合金酸溶残渣 XRD 图

Fig. 2 Vanadium ferric acid soluble residue XRD diffraction pattern

基础化学原理可知,氧化铝是两性氧化物,能够与盐酸等无机酸反应。氢氟酸能够溶解二氧化硅,生成气态易挥发的四氟化硅,反应方程式(1);生成的  $\text{SiF}_4$  可以继续和过量的  $\text{HF}$  作用,生成氟硅酸(溶于水),反应方程式(2)<sup>[6]</sup>。



但存在于钒铁合金中硅铝氧化物经盐酸-硝酸-氢氟酸消解后未反应完全,原因可能是:(1)存在极少量的  $\alpha$ -氧化铝,其结构致密,化学性质稳定,导致化学反应速率慢;(2)电热板加热温度太低,溶液实际能达到的温度是  $90 \sim 110^\circ\text{C}$ ,导致化学反应不完全。鉴于此,本文采用微波消解技术处理样品,在高压下大幅度提高温度,加快反应速率,促进反应进行完

全,同时在密闭容器消解试样,防止  $\text{SiF}_4$  等气态物质挥发损失,造成测试结果偏低。

## 2.2 微波消解用酸

### 2.2.1 用酸种类

微波消解使用最广泛的试剂有硝酸、盐酸、氢氟酸、高氯酸、过氧化氢等,这些都是良好的微波吸收体。溶液中酸的种类和酸度不同可使溶液粘度和表面张力不同,影响溶液进入等离子炬的速度和粒度分布,从而影响谱线强度。在 ICP-AES 中,盐酸和硝酸的粘度小、表面张力小,雾化效率低,雾化干扰效应较小<sup>[7]</sup>。密闭消解环境下防止爆炸因此不用高氯酸,而氢氟酸和过氧化氢因烟雾大,需控制用量。

称取数份 0.3000 g 钒铁试样,依据矿样的成分及物相组成,分别采用 15.0 mL 硝酸-3.0 mL 水(体系 1)、10.0 mL 硝酸-5.0 mL 盐酸-3.0 mL 水(体系 2)、8.0 mL 硝酸-5.0 mL 盐酸-2.0 mL 氢氟酸-3.0 mL 水(体系 3)、13.0 mL 硝酸-2.0 mL 氢氟酸-3.0 mL 水(体系 4)这 4 种酸溶体系按表 1 程序进行微波消解处理,以考察其对试样的消解情况,实验现象见表 3。实验结果表明,硝酸-盐酸-氢氟酸-水(体系 3)混酸体系消解效果最好,试样消解完全。因此本法选择硝酸-盐酸-氢氟酸-水混酸体系为消解用酸。

表 3 微波消解用酸条件试验

体系编号 System No.	1	2	3	4
实验现象 Experimental phenomena	大量残渣	少量黑色残渣,絮状残渣	清亮无残渣	少量残渣

### 2.2.2 用酸量优化

本法选用硝酸-盐酸-氢氟酸-水混酸体系消解试样,各种酸的用量要求是:(1)使试样消解完全的情况下尽量减少试剂用量;(2)由于微波消解罐的限制,试剂和试样总体积不超过 20 mL;(3)硝酸主要发挥强氧化作用,盐酸主要起络合和辅助作用,氢氟酸主要起溶解硅氧化物作用,因此需通过实验优化各种酸的最佳用量,获得最优的消解体系。为提高实验效率,设计了三因素三水平正交试验,考虑因素分别为硝酸用量、盐酸用量、氢氟酸用量,称取 0.3000 g 钒铁,按表 1 程序进行微波消解试验,结果见表 4,其中酸消解体系用水量均为 3.0 mL,总体积在  $10 \sim 20$  mL。由表 4 可知,试验序号 5 和 9 均可

表 4 用酸量正交试验结果

Table 4 Orthonormal experiment results of acid consumption

序号 No	硝酸用量 Nitric acid dosage/mL	盐酸用量 Hydrochloric acid dosage/mL	氢氟酸用量 Hydrofluoric acid dosage/mL	消解效果 Dispelling effect
1	4.0	2.0	1.0	少量黑色残渣、絮状残渣
2	4.0	4.0	2.0	少量黑色残渣
3	4.0	6.0	3.0	少量黑色残渣
4	6.0	2.0	3.0	少量黑色残渣
5	6.0	4.0	2.0	清亮无残渣
6	6.0	6.0	1.0	少量絮状残渣
7	8.0	2.0	3.0	少量黑色残渣
8	8.0	4.0	1.0	少量絮状残渣
9	8.0	6.0	2.0	清亮无残渣

以将试样消解完全,考虑到试剂用量尽可能少,本方法选择 6.0 mL 硝酸-4.0 mL 盐酸-2.0 mL 氢氟酸-3 mL 水消解体系(试验序号 5)的最优组合。

### 2.3 微波消解条件优化

#### 2.3.1 微波消解功率(温度)

分解试样所需的能量取决于样品的用量、组成、试剂(酸)的种类及用量、容器的耐压耐温能力以及炉内样品的个数<sup>[8]</sup>。称取 0.3000 g 钒铁样品 8 份,分别加入 6.0 mL 硝酸、4.0 mL 盐酸、2.0 mL 氢氟酸、3.0 mL 水,置于通风橱中预消解至不再冒黄烟,按照仪器操作方法将消解罐装入消解仪中,启动消解仪,一次 4 个消解罐,分两个批次消解。主要考虑表 1 中步骤 2 的消解功率对样品溶解的影响,微波消解程序步骤 2 功率分别设定为 400、500、600、700 W,其他条件按表 1 进行,样品溶解情况见表 5。由表 5 可知,功率达到 600 W 以上时,样品可以消解完全。一次升温可能会导致消解罐压力过大,因此本法采用两步升温的方法,第 1 步功率为 300 W,保存时间 5 min;第 2 步功率为 600 W,保持时间 20 min。本法最终确定的微波消解程序见表 1。

表 5 微波消解功率条件试验

Table 5 Power condition test for microwave digestion

功率 Power/W	400	500	600	700
实验现象 Experimental phenomena	少量黑色残渣	少量黑色残渣	清亮无残渣	清亮无残渣

#### 2.3.2 微波消解时间

称取 0.3000 g 钒铁样品 8 份,按 1.3.1 方法,步骤 2 功率 600 W 下,考察高温消解保持时间对钒铁样品消解情况,确定最佳消解时间,结果见表 6。结

果表明,消解功率为 600 W,保持时间在 20 min 及以上样品消解效果好。因此本法选择消解功率为 600 W,保持时间为 20 min。

表 6 600 W 下保持时间条件试验

Table 6 Power condition test for microwave digestion

时间 Time/min	10	15	20	25
实验现象 Experimental phenomena	少量黑色残渣	少量黑色残渣	清亮无残渣	清亮无残渣

### 2.4 分析谱线

ICP-AES 中待测元素谱线的选择非常重要,因为分析谱线的选择直接影响测定结果的正确度和测定方法的可信度。谱线的选择主要避开基体元素干扰和被测元素之间的相互干扰<sup>[9]</sup>。光谱干扰主要分为两类,一类是谱线重叠干扰,它是由于光谱仪色散率和分辨率的不足,使某些共存元素的谱线重叠在分析上的干扰。另一类是背景干扰,这类干扰与基体成分及 ICP 光源本身所发射的强烈的杂散光的影响有关<sup>[2]</sup>。

分析发现,Al 288.145 nm 对 Si 288.158 nm 有部分重叠干扰;Fe 394.474 nm 和 V 394.366 nm 对 Al 394.401 nm 有轻微的右背景干扰;V 279.483 nm 对 Mn 279.482 nm 有部分重叠干扰;Si 178.323 nm 对 P 178.284 nm 有右背景干扰;As 189.042 nm、Cu 324.754 nm、Ni 231.604 nm 几乎无干扰。根据发射光谱常用谱线,剔除有基体元素和其他待测元素干扰谱线,选择灵敏度高、干扰小的谱线,背景干扰通过仪器的背景校正技术给予扣除,选择谱线见表 7。同时,本法采用基体匹配法配制标准溶液系列,即控制标准溶液中钒和铁浓度及酸度与试液中基本一

表7 各元素的分析线

元素 Element	Si	Al	Mn	P	As	Cu	Ni
波长 Wavelength	251.611	394.401	257.610	178.284	189.042	324.754	231.604

致,从而消除了基体效应的影响。

### 2.5 校准曲线和检出限

按照仪器设定的工作条件对标准溶液系列进行测定,以各元素的质量浓度为横坐标,发射强度为纵

坐标,绘制校准曲线。其线性范围、相关系数和线性回归方程见表8。在选定的实验条件下对空白溶液连续测定11次,以11次测定结果标准偏差的3倍作为检出限,结果见表8。

表8 校准曲线的线性范围、相关系数和线性回归方程以及方法检出限

Table 8 Linear range, correlation coefficient, linear regression equation of the calibration curve, detection limit of the method

元素 Element	谱线 Spectral line/nm	线性范围 Linear range $w/\%$	线性回归方程 Linear regression equation	相关系数 Correlation coefficient	检出限 Detection limit $w/\%$
Si	251.611	0.10~4.0	$y=2403.6x+1716.6$	0.9999	0.0009
Al	394.401	0.10~4.0	$y=9750.2x+11714$	0.9997	0.0010
Mn	257.610	0.010~1.0	$y=8217x-256.99$	0.9995	0.0013
P	178.284	0.010~0.40	$y=167.78x-4.1358$	0.9996	0.0001
As	189.042	0.0017~0.40	$y=953.91x+108.81$	0.9999	0.0002
Cu	324.754	0.010~0.40	$y=33492x-2767.9$	0.9997	0.0002
Ni	231.604	0.010~0.40	$y=6918.9x-861.63$	0.9996	0.0003

### 3 样品分析

按照实验方法测定两个钒铁标准样品(编号分

别为:EURONORM-ZRM 591-1;EURONORM-CRM 577-1)中硅、铝、锰、磷、砷、铜、镍,并进行精密程度试验,结果见表9。

表9 钒铁标准样品中硅、铝、锰、磷、砷、铜、镍的测定结果

Table 9 Determination results of silicon, aluminum, manganese, phosphorus, arsenic, copper and nickel in ferrovanadium standard samples

元素 Element	ZRM 591-1				CRM 577-1				
	认定值 Certified $w/\%$	测定值 Found $w/\%$	差值 Difference $w/\%$	相对标准偏差 RSD $(n=8)/\%$	元素 Element	认定值 Certified $w/\%$	测定值 Found $w/\%$	差值 Difference $w/\%$	相对标准偏差 RSD $(n=8)/\%$
Si	0.847	0.845	0.002	1.5	Si	1.79	1.77	0.02	1.6
Al	3.19	3.19	0.00	0.80	Al	0.414	0.413	0.001	1.0
Mn	0.307	0.309	0.002	2.4	Mn	0.158	0.159	0.001	2.6
P	0.0299	0.0295	0.0004	3.1	P	0.035	0.035	0.000	2.8
As	0.0022	0.0024	0.0002	4.0	As				
Cu	0.0596	0.0600	0.0004	2.6	Cu	0.054	0.055	0.001	3.0
Ni	0.0141	0.0140	0.0001	1.7	Ni	0.053	0.055	0.002	1.5

### 参考文献:

[1] 王永钢.钒铁“两步”法冶炼工艺研究[J].铁合金,2011(5):7-10.  
WANG Yong-gang. Research on dual process smelting technology of ferrovanadium[J]. Ferro-Alloys, 2011(5): 7-10.

[2] 辛仁轩.等离子体发射光谱分析[M].北京:化学工业出版社,2011.  
[3] 杨新能,冯宗平,杨绍松.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钒铁合金中杂质元素[J].冶金分析,2014,34(11):37-41.  
YANG Xin-neng, FENG Zong-ping, YANG Shao-song. De-

- termination of impurity elements in ferrovanadium alloy by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. *Metallurgical Analysis*, 2014, 34(11): 37-41.
- [4] 张磊, 王晓艳, 李波. 微波消解技术在金属分析中的应用[J]. *光谱实验室*, 2010, 27(3): 953-957.
- ZHANG Lei, WANG Xiao-yan, LI Bo. Application of microwave digestion technology in metal analysis[J]. *Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory*, 2010, 27(3): 953-957.
- [5] 黄继武, 李周. 多晶材料 X 射线衍射实验原理、方法与应用[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2012.
- [6] 王俊中, 魏昶, 姜琪. 氟硅酸性质[J]. *昆明理工大学学报: 自然科学版*, 2001, 26(3): 93-96.
- WANG Jun-zhong, WEI Xu, JIANG Qi. The properties of  $H_2SiF_6$  [J]. *Journal of Kunming University of Science and Technology: Natural Science Edition*, 2001, 26(3): 93-96.
- [7] 关宁昕, 张桂芬, 曹昆武, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝青铜中 7 种元素[J]. *冶金分析*, 2016, 36(3): 64-68.
- GUAN Ning-xin, ZHANG Gui-fen, CAO Kun-wu, et al. Determination of seven elements in aluminum bronze by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. *Metallurgical Analysis*, 2016, 36(3): 64-68.
- [8] Kingston H M, Jassie L B. 分析化学中的微波制样技术-原理及应用[M]. 郭振库等译. 北京: 气象出版社, 1997.
- [9] 聂西度, 符靛. 直接进样 ICP-OES 法测定 N-甲基吡咯烷酮(NMP)中的 12 种杂质元素[J]. *光谱学与光谱分析*, 2017, 37(3): 910-913.
- NIE Xi-du, FU Liang. Simultaneous determination of impurity elements in n-methyl-2-pyrrolidone (NMP) with direct injection inductively coupled plasma optical emission spectrometry [J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2017, 37(3): 910-913.

## Determination of 7 impurity elements in ferrovanadium alloy by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with microwave digestion

HUO Hong-ying

(State Key Laboratory for Vanadium & Titanium Testing, Panzhihua University, Panzhihua 617000, China)

**Abstract:** The phases in ferrovanadium before and after acid dissolution were analyzed and compared by X-ray diffraction. It was found that the main composition of residues after acid dissolution was silicon-aluminum oxide. Therefore, the sample could be treated with mixed acid by microwave digestion technology to increase the reaction temperature at high pressure. In this study, the sample was dissolved with nitric acid-hydrochloric acid-hydrofluoric acid mixture and treated by microwave digestion with tow-step temperature rising. Si 251. 611 nm, Al 394. 401 nm, Mn 257. 610 nm, P 178. 284 nm, As 189. 042 nm, Cu 324. 754 nm and Ni 231. 604 nm were selected as the analytical line. The calibration curve was prepared by matrix matching method to eliminate the influence of matrix effect. The simultaneous determination of silicon, aluminum, manganese, phosphorus, arsenic, copper and nickel impurities in ferrovanadium by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) with microwave digestion was established. The linear correlation coefficients ( $r$ ) of calibration curves for testing elements were all higher than 0. 9995. The detection limits of elements in this method were in range of 0. 0001% - 0. 0013% (mass fraction). The proposed method was applied for the determination of silicon, aluminum, manganese, phosphorus, arsenic, copper and nickel in two ferrovanadium standard samples. The relative standard deviations (RSD,  $n=8$ ) of determination results were less than 4%, and the found results were consistent with the certified values.

**Key words:** microwave digestion; inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES); ferrovanadium; impurity element