

ICP-AES 法测定不锈钢中 12 种元素含量

ICP-031

摘要：采用王水溶解样品，全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 测定不锈钢中的铝 (Al)、钴 (Co)、铜 (Cu)、铬 (Cr)、锰 (Mn)、钼 (Mo)、镍 (Ni)、磷 (P)、硅 (Si)、钛 (Ti)、钒 (V)、钨 (W) 12 种元素含量。使用与不锈钢样品基体相接近的标准样品制作工作曲线，克服了物理干扰和基体效应的影响。实验结果表明，所测元素线性关系及重复性良好，定量准确，线性相关系数大于 0.99941，RSD 值在 0.02% ~ 2.89%。该方法可以满足不锈钢样品中 12 种元素的测定。

关键词：ICPE-9000 材料 不锈钢

不锈钢 (Stainless Steel) 指耐空气、蒸汽、水等弱腐蚀介质和酸、碱、盐等化学浸蚀性介质腐蚀的钢，又称不锈钢耐酸钢。不锈钢的耐蚀性、耐热性及其强度取决于钢中所含的合金元素如 Cu、Al、Ni、Cr、Mo、Ti、Mn 等。因此快速、准确定量不锈钢中多元素的含量是非常重要的。不锈钢所含元素的浓度范围相当宽广，从 $\mu\text{g}/\text{Kg}$ 到百分之几十的范围，因此这就要求分析仪器具

备高灵敏度和宽量程的性能。

本文采用全谱直读型 ICPE-9000，采用高灵敏度轴向观测和低灵敏度的纵向观测，一次溶样，无需稀释样品，同时分析了低含量的 P 等元素及高含量的镍和铬等元素。本文使用 GSB 03-2029¹ 2034-2006 标准系列样品制作工作曲线，采用内标法，对不锈钢标准品 YSBC11342-2005 和 YSBC11343-2007 进行了测定。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 、 HCl 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 工作曲线的绘制及样品制备

准确称取 0.2 g (精确至 0.0001 g) GSB 03-2029¹ 2034-2006 系列不锈钢标准品于 50 mL 圆底烧瓶中，加入 5 mL 超纯水，加入 5 mL 硝酸，15 mL 盐酸，低温加热溶解。消解完全后，冷却至室温。加入 20 mg/L 内标 Y。用超纯水定容至 50 g。此溶液作为标准工作曲线溶液。

同法制备 YSBC11342-2005 和 YSBC11343-2007 样品及样品空白溶液。

结果与讨论

2.1 仪器参数

采用标准矩管，同心雾化器及旋流雾室，仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向纵向	同心	标准	旋流	1.2	14	0.7	27.12	1.2

2.2 分析线及观测方式的选择

因采用标样制备工作曲线，因此只考虑光谱干扰和背景的影响，选择干扰少的谱线，且灵敏度能够满足测定要求。根据元素含量的多少，选择轴向观测和纵向观测。见表 2。

表 2 分析线及观测方式

元素	分析线	观测方式	元素	分析线	观测方式
Al	394.403	纵向	Ni	341.476	纵向
Co	228.616	纵向	P	178.287	轴向
Cr	267.716	纵向	Si	251.611	纵向
Cu	224.700	轴向	Ti	336.121	轴向
Mn	257.610	纵向	V	311.071	轴向
Mo	202.030	纵向	W	209.860	轴向

2.3 GSB 03-2029~2034-2006 系列标准样品标准值

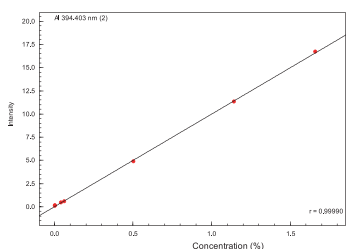
采用的不锈钢标准样品标准值见表 3。

表 3 GSB 03-2029~2034-2006 系列标准样品标准值 (%)

元素	GSB 03-2029-2006	GSB 03-2030-2006	GSB 03-2031-2006	GSB 03-2032-2006	GSB 03-2033-2006	GSB 03-2034-2006
Al	0.0036	1.66	0.501	0.060	1.14	0.041
Co	0.0080	0.484	0.204	0.133	0.286	0.067
Cr	28.24	24.10	20.22	18.37	15.37	11.59
Cu	0.694	0.061	0.833	4.35	0.327	3.12
Mn	2.53	0.737	0.867	1.63	0.127	1.96
Mo	0.522	1.01	0.089	2.22	0.306	3.22
Ni	24.28	4.16	7.66	12.25	15.92	19.90
P	0.0043	0.043	0.015	0.028	0.054	0.014
Si	1.99	0.148	0.532	0.928	0.103	1.39
Ti	0.048	0.139	0.432	0.108	0.553	0.704
V	0.547	0.038	0.151	0.413	0.082	0.242
W	0.0025	0.117	0.284	0.517	0.776	0.115

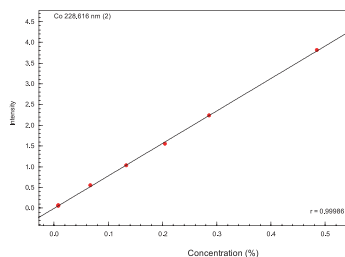
2.4 标准曲线

各元素的标准曲线如下：



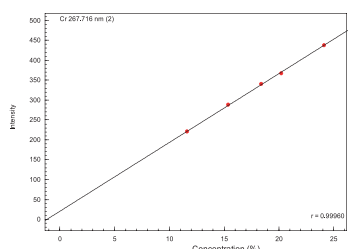
R=0.99990

图 1 Al 的标准曲线



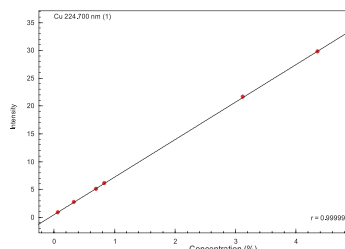
R=0.99986

图 2 Co 的标准曲线



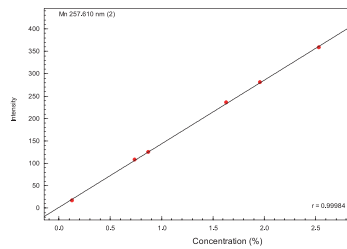
R=0.99960

图 3 Cr 的标准曲线



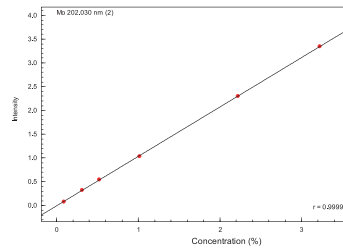
R=0.99999

图 4 Cu 的标准曲线



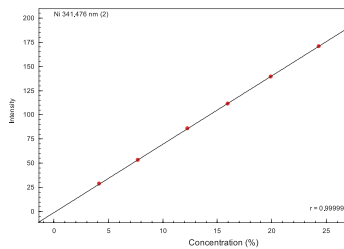
计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
系数: $a = 0.0000000$ $c = 0.0070544$ 权重: 无
 $b = 0.0000000$ $d = -0.0178023$ 零截距: 无

R=0.99984
图 5 Mn 的标准曲线



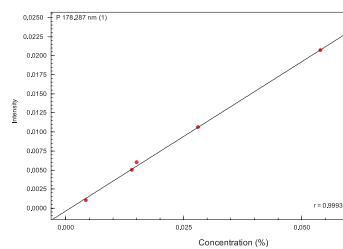
计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
系数: $a = 0.0000000$ $c = 0.9632360$ 权重: 无
 $b = 0.0000000$ $d = -0.0033154$ 零截距: 无

R=0.99999
图 6 Mo 的标准曲线



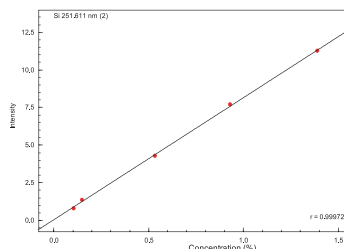
计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
系数: $a = 0.0000000$ $c = 0.1416975$ 权重: 无
 $b = 0.0000000$ $d = 0.0949376$ 零截距: 无

R=0.99999
图 7 Ni 的标准曲线



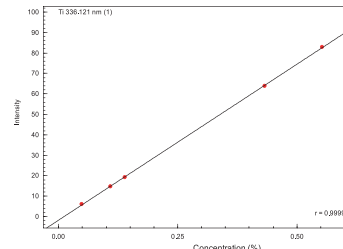
计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
系数: $a = 0.0000000$ $c = 2.554530$ 权重: 无
 $b = 0.0000000$ $d = 8.833990e-004$ 零截距: 无

R=0.99933
图 8 P 的标准曲线



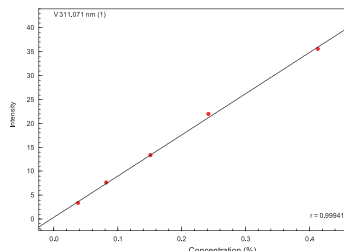
计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
系数: $a = 0.0000000$ $c = 0.1234003$ 权重: 无
 $b = 0.0000000$ $d = -0.0081824$ 零截距: 无

R=0.99972
图 9 Si 的标准曲线



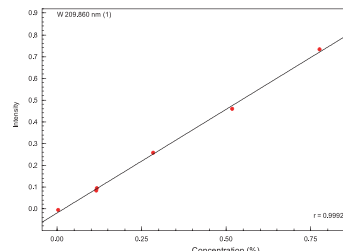
计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
系数: $a = 0.0000000$ $c = 0.0065592$ 权重: 无
 $b = 0.0000000$ $d = 0.0104435$ 零截距: 无

R=0.99994
图 10 Ti 的标准曲线



计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
系数: $a = 0.0000000$ $c = 0.0116130$ 权重: 无
 $b = 0.0000000$ $d = -0.0050892$ 零截距: 无

R=0.99941
图 11 V 的标准曲线



计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
系数: $a = 0.0000000$ $c = 1.047772$ 权重: 无
 $b = 0.0000000$ $d = 0.0191071$ 零截距: 无

R=0.99924
图 12 W 的标准曲线

2.5 方法的检出限

利用工作曲线对样品空白溶液进行 10 次测定, 3 倍空白溶液浓度的标准偏差即为此次方法的元素检测限, 其结果见表 4。

表 4 检测限 (%)

元素	检测限	元素	检测限	元素	检测限
Al	0.0003	Mn	0.00002	Si	0.0003
Co	0.0002	Mo	0.003	Ti	0.00001
Cr	0.00009	Ni	0.001	V	0.00002
Cu	0.0003	P	0.001	W	0.0009

2.6 分析结果

应用本方法测定标准试样 YSBC11342-2005 和 YSBC11343-2005 的结果如下, 见表 5。

表 5 不锈钢样品分析结果 (%)

元素	YSBC11342-2005			YSBC11343-2005		
	测定值	标准值	RSD	测定值	标准值	RSD
Al	0.092	0.086	1.01	0.278	0.274	0.30
Co	0.081	0.081	0.18	0.036	0.037	0.67
Cr	17.20	17.07	0.11	21.00	20.94	0.26
Cu	0.073	0.073	0.30	0.070	0.069	0.49
Mn	1.15	1.14	0.04	0.623	0.631	0.20
Mo	2.88	2.93	0.15	0.054	0.057	0.54
Ni	12.20	12.10	0.12	5.38	5.24	0.20
P	0.018	0.021	2.24	0.025	0.024	2.89
Si	0.795	0.762	0.32	0.497	0.497	0.26
Ti	0.325	0.321	0.09	0.544	0.543	0.06
V	0.035	0.037	0.02	0.046	0.044	0.10
W	0.099	0.096	0.29	0.328	0.328	0.42

结论

采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 测定不锈钢中 12 种元素的含量, 该方法前处理简单, 无需进行基体匹配, 直接采用标样制作标准曲线, 所测元素线性关系及重复性良好, 定量准确, 线性相关系数大于 0.99941, RSD 在 0.02% ~ 2.89% 之间。该方法可以满足不锈钢样品中 Al、Co、Cu、Cr、Mn、Mo、Ni、P、Si、Ti、V 和 W 等 12 种元素含量的测定要求。