

ICPE-9000 测定中低合金钢中的多元素含量

ICP-023

摘要：采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 测定中低合金钢中的多元素含量，实验结果表明，所测元素线性关系及重复性良好，定量准确，回收率在 92.0% ~105.0% 之间，线性相关系数大于 0.99949，RSD 值在 0.04% ~ 4.17%。全谱型 ICPE-9000 测定中低合金钢中多元素的含量，具有快速、高效等优点，完全满足中低合金钢中多元素含量的测定要求。

关键词：ICPE-9000 钢铁材料 中低合金钢

合金元素总量小于 3.5% 的合金钢叫做低合金钢。低合金钢是相对于碳钢而言的，是在碳钢的基础上，为了改善刚的一种或几种性能，而有意向钢中加入一种或几种合金元素。加入的合金量超过碳钢正常生产方法所具有的一般含量时，称这种刚为合金钢。当合金总量低于 3.5% 时称为低合金钢。合金含量在 3.5%~10% 之间

称为中合金钢，大于 10% 称为高合金钢。故对合金钢中多元素含量的监控十分有意义，也就意味着产品品质的监控，本文根据 GB/T 20125-2006《低合金钢多元素含量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法》对中低合金钢标准品 YSBC18205a-05 进行测试验证。

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 HNO₃、HCl 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称取 0.1g 中低合金钢于 100 mL 烧杯中，加入 1 mL 硝酸，缓慢加入 10 滴盐酸，低温加热溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，用超纯水定容至刻度。标准溶液配置需做基体匹配，称取 0.1g 高纯铁于 100 mL 烧杯中，加入 1 mL 硝酸，缓慢加入 10 滴盐酸，低温加热溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，加入一定量的标准溶液配置标准曲线。

结果与讨论

2.1 仪器参数和分析线的选择

根据表 1 制备 Si, Mn, P, Ni, Cr, Mo, Cu, V, Co, Ti 和 Al 的混合标准溶液。以 1 μg/mL 的 Y 作为内标。

表 1 不同元素标准曲线浓度

元素	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)					
Si	0	2	4	6	8	10
Mn	0	5	10	15	20	30
P	0	0.5	1	2	3	5
Ni	0	5	10	15	20	30
Cr	0	1	2	3	4	10
Mo	0	1	2	3	4	10
Cu	0	0.5	1	2	3	5
V	0	0.5	1	2	3	5
Al	0	1	2	3	4	5

仪器稳定后，按表 2 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 2 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	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2
纵向*	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

*: 测定 Mn 元素时，采用纵向观测

2.2 标准曲线

各元素的标准曲线如下:

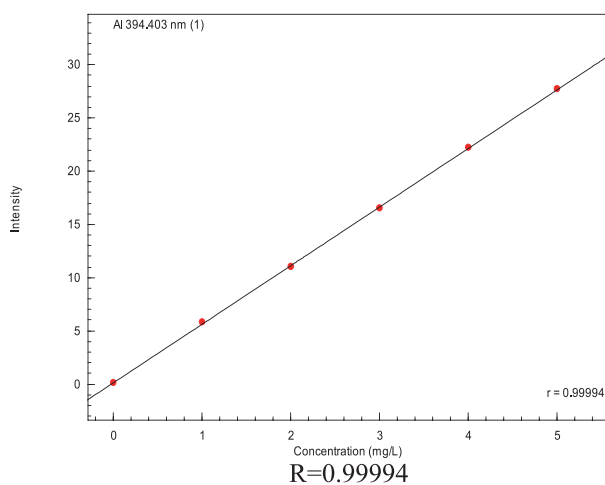


图 1 铝的标准曲线

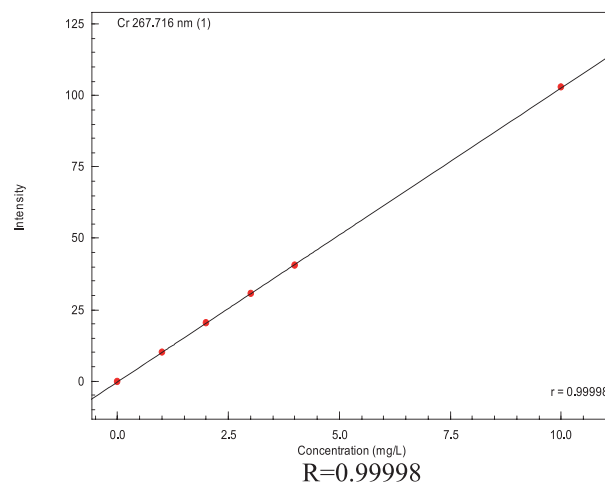


图 2 铬的标准曲线

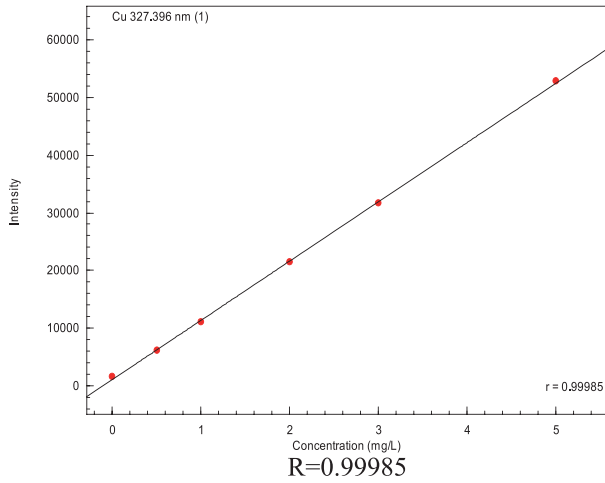


图3 铜的标准曲线

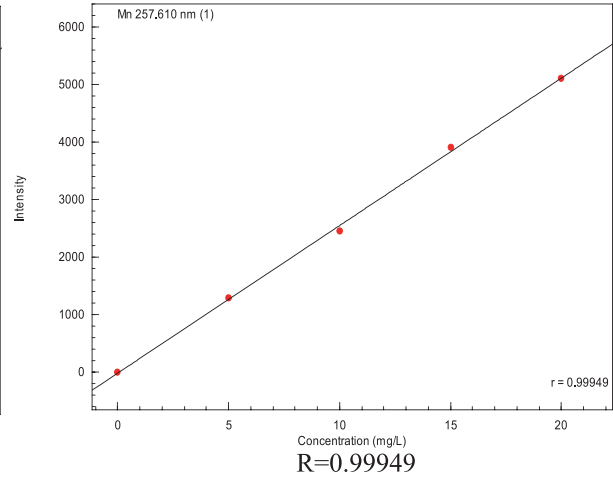


图4 锰的标准曲线

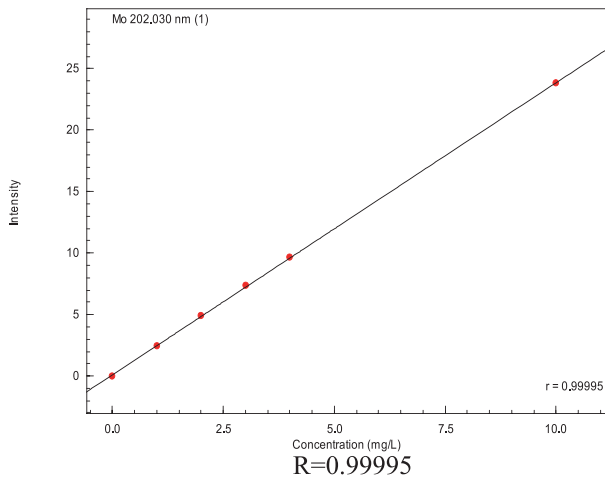


图5 钼的标准曲线

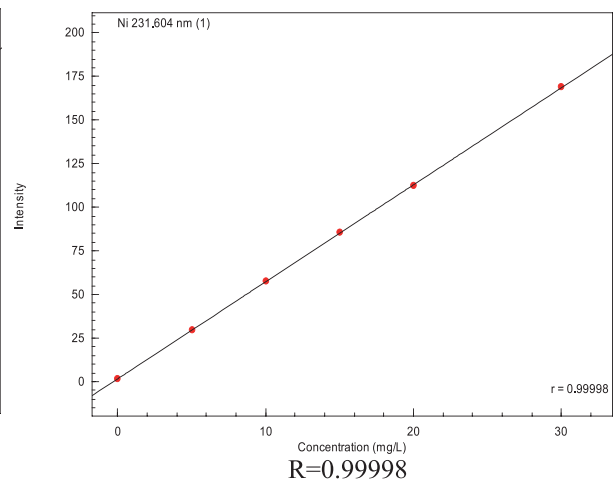


图6 镍的标准曲线

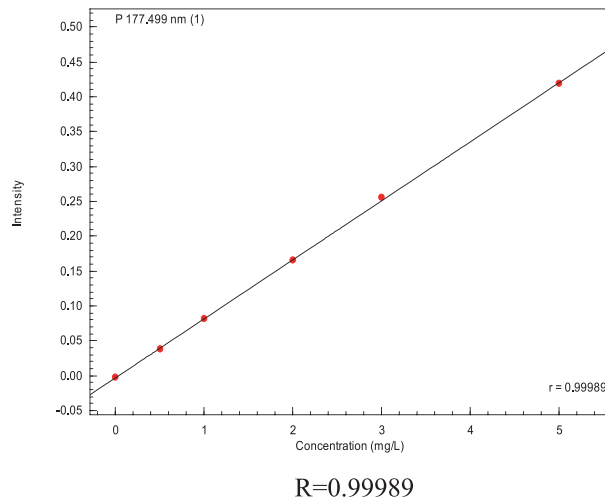


图7 磷的标准曲线

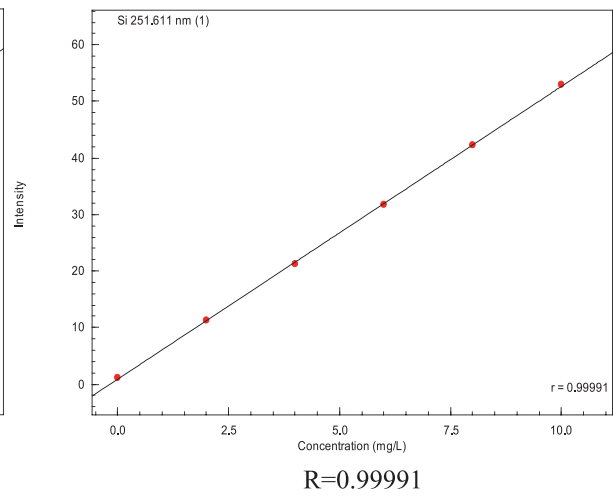


图8 硅的标准曲线

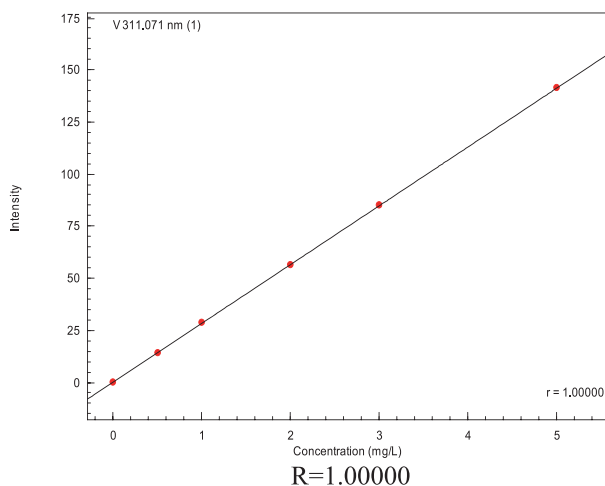


图9 钒的标准曲线

2.3 方法的检出限与精密度 (RSD)

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 3。

表 3 检出限及精密度

元素名称	Al	Cr	Cu	Mn	Mo	Ni	P	Si	V
检出限 (mg/L)	0.002	0.002	0.022	0.001	0.014	0.005	0.023	0.027	0.001
RSD(%)	7.66	3.63	17.00	0.18	13.24	69.69	205.02	15.91	11.92

2.4 测定结果及回收率

按实验方法对送检样品进行分析，分析结果见表 4，并进行了加标回收率实验，其结果见表 5。

表 4 中低合金钢样品分析结果

元素	测定值 (%)	标准值 (%)	RSD (%)
Al	0.120	0.120	0.23
Cr	0.254	0.270	0.21
Cu	0.037	0.036	3.90
Mn	1.373	1.480	1.06
Mo	0.312	0.330	0.16
Ni	1.428	1.440	0.22
P	0.034	0.034	4.17
Si	0.211	0.212	0.04
V	0.018	0.018	0.78

表 5 中低合金钢样品回收试验结果

元素名称	Al	Cr	Cu	Mn	Mo	Ni	P	Si	V
添加前 (%)	0.120	0.254	0.037	1.373	0.312	1.428	0.034	0.211	0.018
添加量 (%)	0.10	0.30	0.050	1.00	0.30	1.00	0.05	0.2	0.02
添加后 (%)	0.212	0.565	0.086	2.415	0.626	2.465	0.0845	0.410	0.039
回收率 (%)	92.0	103.7	98.0	104.2	104.7	103.7	101.0	99.5	105.0

结论

采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 测定中低合金钢中多元素的含量，所测元素线性关系及重复性良好，定量准确，回收率在 92.0% ~ 105.0% 之间，线性相关系数大于 0.99949，RSD 在 0.04% ~ 4.17%。该方法具有快速、高效等优点，完全能满足中低合金中钢中多元素含量的测定要求。