

ICP-AES 测定管线钢中的杂质元素

ICP-052

摘要： 本文使用 ICP-AES 内标法测定了管线钢 X80 中的 10 种杂质元素，实验结果表明，该方法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 0.9996，RSD 基本小于 3.0%。该方法可以满足管线钢样品中 Al、As、Cu、Cr、Mn、Mo、Ni、Ti、V 和 Zn 等 10 种元素含量的测定要求。

关键词： 新材料 管线钢 ICP-AES 杂质元素 内标法

新材料产业“十二五”发展规划明确规定高性能钢铁材料专项工程。新材料产业“十二五”发展规划明确规定高性能钢铁材料专项工程。随着对石油天然气等能源需求的增加，长距离、大口径、高钢级、高强度管线钢应用而生。我国在已经竣工的西气东输一线工程和中亚天然气管道工程中使用了 X70 管线钢，在西气东输二线工程中则使用了级别更高的 X80 级管线钢。在各个

关于管线钢标准及各重大工程如西气东输一线、西气东输二线工程的技术规范中，均对化学成分做出限制。因此，对高钢级管线钢中化学成分的控制检测就非常重要，对于指导生产、开发高钢级管线钢新品种、把握高级管线钢产品质量具有极其重要的意义。本文建立了 ICP-AES 内标法测定 X80 级管线钢中的 10 种杂质元素。

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 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子。

1.3 样品的前处理

称取约 0.5 g 低合金钢标准品和管线钢 X80 样品于

聚四氟乙烯烧杯中，加入 10 mL 去离子水，5 mL 硝酸和 5 mL 盐酸，低温加热至样品分解完全，维持 100°C 加热约 30 分钟（调节加热板温度固定在 120 ~ 125°C，溶液温度在 95 ~ 100°C）至溶液澄清。冷却至室温，用纯水多次冲洗聚四氟乙烯烧杯，转移定容至 100 mL 容量瓶中，加入 Y 元素做内标（1 mg/L，371.070 nm）待测。

结果与讨论

2.1 测量参数和分析线的选择

仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 仪器工作条件

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

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	231.604	纵向
As	193.759	轴向	Mo	202.030	纵向
Cr	267.716	纵向	V	311.071	纵向
Cu	324.754	纵向	Ti	337.280	纵向
Mn*	259.373	纵向	Zn	206.200	纵向

*注：测定高含量 Mn 元素，使用低灵敏度模式

2.3 YSBC18201a-05 系列标准样品标准值

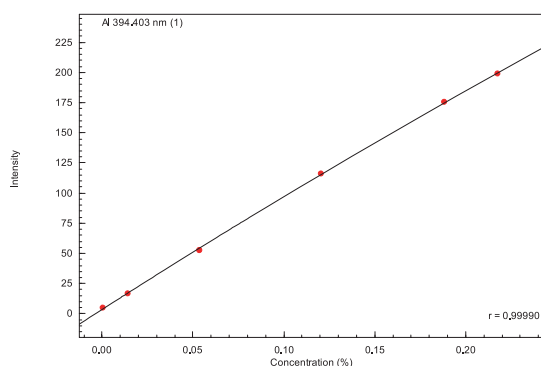
YSBC18201a-05 ~ YSBC18207a-05 的低合金钢标准样品标准值见表 3。

表 3 YSBC18201a-05 ~ YSBC18207a-05 系列标准样品标准值(%)

元素	GBW01402f	YSBC18201a	YSBC18202a	YSBC18203a	YSBC18205a	YSBC18206a	YSBC18207a
Al	0.00039	0.014	0.049	0.217	0.12	0.188	0.053
As	0.0001	0.092	0.075	0.055	0.012	0.053	0.026
Cr	0.00043	0.026	0.186	1.62	0.27	0.769	0.133
Cu	0.00043	0.099	0.133	0.213	0.036	0.191	0.285
Mn	0.00024	1.30	0.915	0.549	1.48	0.258	1.66
Mo	0.0024	0.019	0.498	0.184	0.33	0.404	0.078
Ni	0.0027	0.025	0.304	0.977	1.44	0.454	0.533
Sn	0.000	0.003	0.016	0.052	0.09	0.061	0.079
Ti	0.0001	0.286	0.145	0.444	0.061	0.175	0.079
V	0.0001	0.387	0.349	0.481	0.018	0.164	0.10
Zn	0.0001	0.0047	0.0068	0.0063	0.002	0.03	0.035

2.2 标准曲线

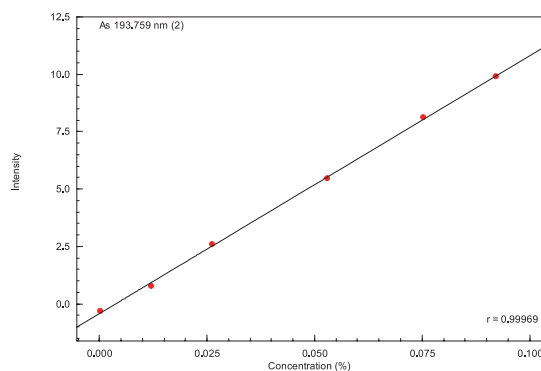
各元素的标准曲线如下：



计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0010295 权重: 无
 b = 3.911139e-007 d = -0.0039423 零截距: 无

R=0.99990

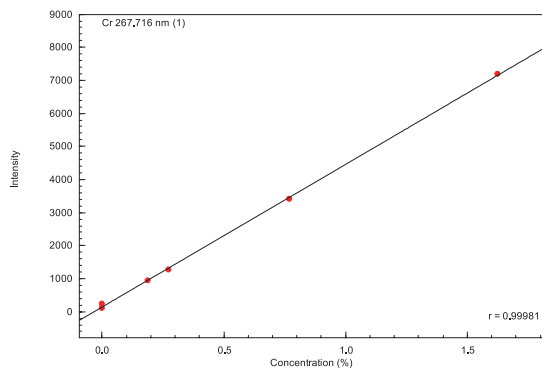
图 1 Al 的标准曲线



计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0089128 权重: 无
 b = 0.0000000 d = 0.0035728 零截距: 无

R=0.99969

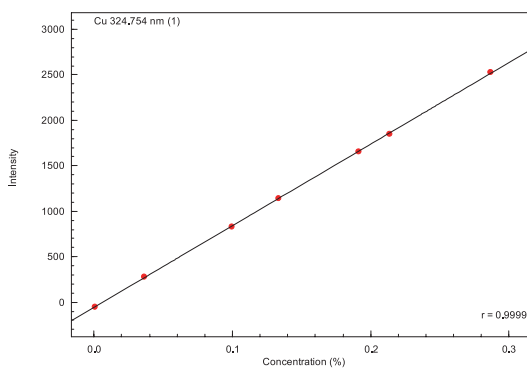
图 2 As 的标准曲线



计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0,0000000 c = 2,316562e-004 权重: 无
 b = 0,0000000 d = -0,0353812 零截距: 无

R=0.99981

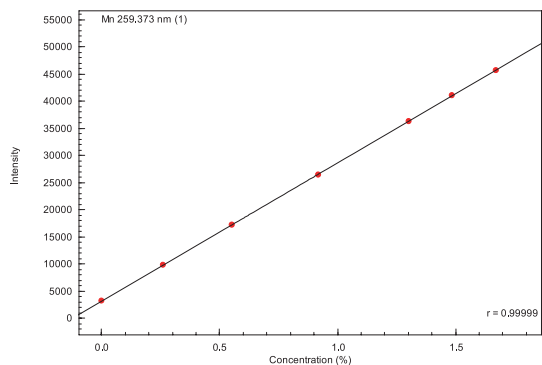
图 3 Cr 的标准曲线



计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0,0000000 c = 1,114932e-004 权重: 无
 b = 0,0000000 d = 0,0056783 零截距: 无

R=0.99997

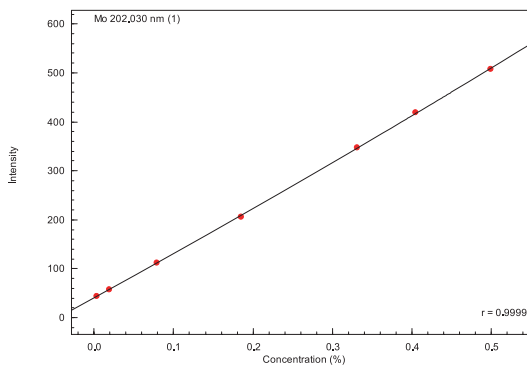
图 4 Cu 的标准曲线



计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0,0000000 c = 3,923514e-005 权重: 无
 b = 0,0000000 d = -0,1260466 零截距: 无

R=0.99999

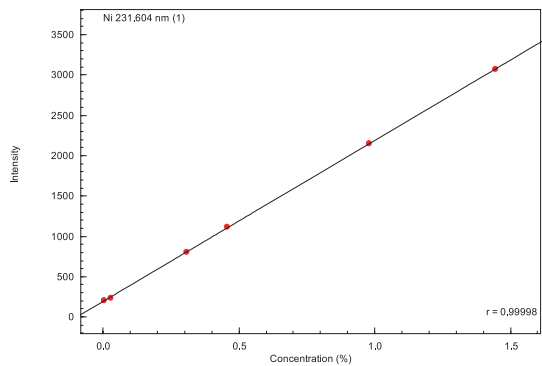
图 5 Mn 的标准曲线



计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0,0000000 c = 0,0011285 权重: 无
 b = -1,130287e-007 d = -0,0468481 零截距: 无

R=0.99993

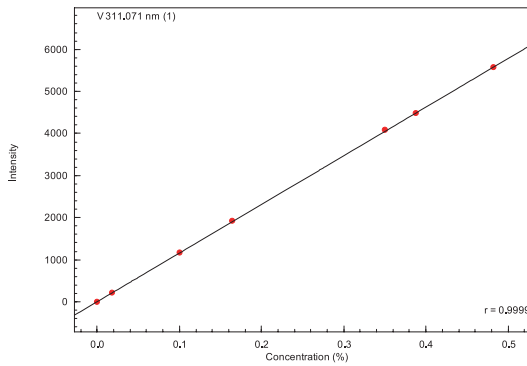
图 6 Mo 的标准曲线



计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0,0000000 c = 5,014468e-004 权重: 无
 b = 0,0000000 d = -0,0998910 零截距: 无

R=0.99997

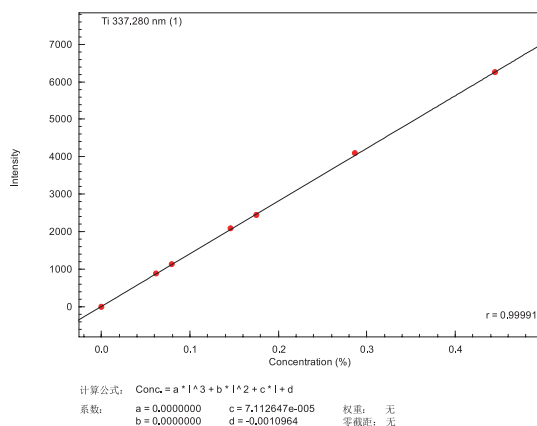
图 7 Ni 的标准曲线



计算公式: $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$
 系数: a = 0,0000000 c = 8,650218e-005 权重: 无
 b = 0,0000000 d = -9,769957e-004 零截距: 无

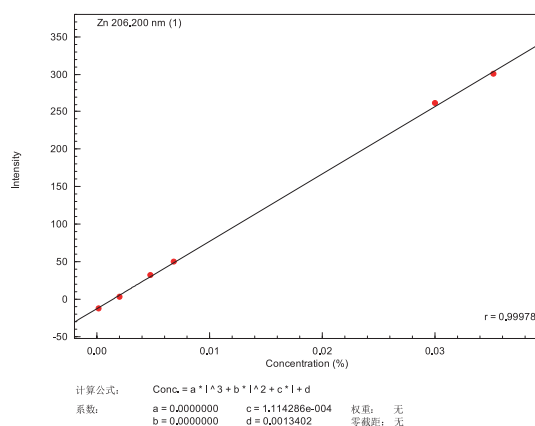
R=0.99997

图 8 V 的标准曲线



R=0.99991

图9 Ti的标准曲线



R=0.99978

图10 Zn的标准曲线

2.3 部分元素的谱峰轮廓

Al 394.403 Best

条件1

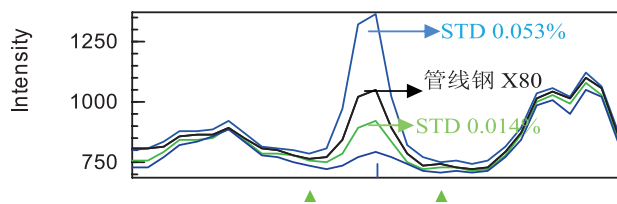


图11 Al的谱峰轮廓

As 193.759 Best

条件2

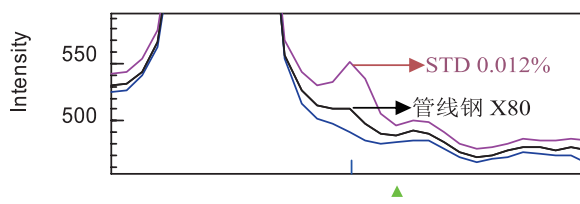


图12 As的谱峰轮廓

Cr 267.716 Best

条件1

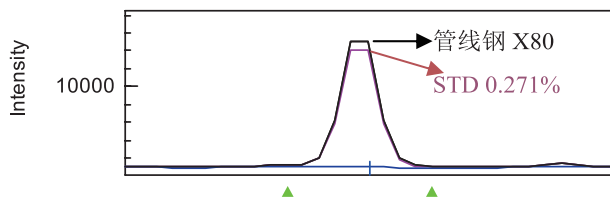


图13 Cr的谱峰轮廓

Mo 202.030 Best

条件1

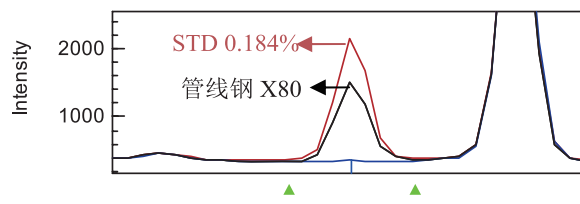


图14 Mo的谱峰轮廓

2.4 方法的检出限

高纯铁 (>99.8%) 空白溶液连续测定 10 次, 3 倍空白溶液浓度的标准偏差计算此方法的各元素检测限, 其结果见表 4。

表4 各元素检出限(%)

元素	检测限	元素	检测限
Al	0.0008	Mn	0.00003
As	0.0007	Mo	0.0004
Cr	0.0002	Ni	0.0009
Cu	0.0002	V	0.0002
Ti	0.00003	Zn	0.00004

2.5 分析结果

以标准试样管线钢 X80 为质控样进行测定，测定结果请见表 5。

表 5 管线钢 X80 样品分析结果

元素	管线钢X80		
	测定值(%)	标准值(%)	RSD(%)
Al	0.027	0.026	1.64
As	0.004	0.004	9.98
Cr	0.283	0.285	0.35
Cu	0.205	0.219	0.76
Mn	1.81	1.82	0.38
Mo	0.116	0.113	0.18
Ni	0.201	0.200	0.42
Ti	0.022	0.020	0.62
V	0.004	0.005	2.04
Zn	N.D	---	---

结论

采用全谱型电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 内标法测定了管线钢 X80 中 10 种元素的含量，该方法前处理简单，无需进行基体匹配，直接采用标样建立标准工作曲线，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 0.9996，RSD 基本小于 3.0%。该方法可以满足管线钢样品中 Al、As、Cu、Cr、Mn、Mo、Ni、Ti、V 和 Zn 等 10 种元素含量的测定要求。