

## 探索不锈钢背后的秘密—垂直观测 ICP-OES

### 前言

火花原子发射光谱仪被作为固体金属样品分析的标准手段。这些仪器具有操作简便，对测量微量以及主要元素准确率高的特点。然而对小金属零件的分析（例如，内径小于 1 mm 的金属丝或小于 9mm<sup>2</sup> 的平面）就显示了其局限性。因为火花台不能与周围的空气有效地密封和分析光点的尺寸变得过小，唯一的解决办法是再大量的熔化材料。由于对此需要由氩气吹扫的感应电炉，整个过程就相当昂贵并仍包含有在再熔化过程中元素流失的可能性。

在这种情况下，等离子体电感耦合发射光谱（ICP-OES）提供了一种更好的选择，因为被验证和描述的溶解过程通常只需要几分钟的时间。另外 ICP-OES 高灵敏度，高线性范围以及对排除基体干扰相对大的自由度的特点，确保了对微量元素及主要化合物的测定，同时并简化了分析方法的建立。

本文论述了采用 SPECTRO GENESIS SOP 对不锈钢样品进行分析，为不锈钢零件提供了一种简单、快速、准确、精确、经济实用的测量方法。



## 1. 实验

### 1.1. 仪器

所有实验都用 SPECTRO GENESIS SOP 垂直观测原子发射光谱仪进行。SPECTRO GENESIS 采用的是帕邢—龙格结构的最佳罗兰圆定位 (ORCA) 光学系统。它由两个中空的, 体积进行了优化的铸件和 15 块线性排列的 CCD 检测器组成, 能在 3 秒内同时完成 175—777nm 谱区的全部谱线的测量。

采用 SPECTRO 公司专利的“智能逻辑校正系统(ICAL)”, 可使波长标准化和强度归一化, 以确保自动监控光学系统始终处于最佳的工作状态, 并且分析方法可在各仪器之间互换使用。当测量紫外谱区(UV, 波长范围小于 200 nm), 可用氩气或氮气吹扫光学系统。由于光室体积小, 吹扫速度仅需 0.5 L/min。其自激式, 频率 27.12 MHz 的风冷型激发光源, 可确保对多种样品甚至快速更换样品时始终具有稳定的等离子体能量。

所有相关的 ICP 运行参数均为软件控制, 便于选择最佳的运行条件。

表 1 ICP 运行条件

功率	1450 W
冷却气流	12 L/min
辅助气流	1 L/min
雾化气流	0.9 L/min
样品提升速率	2 L/min
等离子体石英矩管	内径为 1.8 mm 一体化石英矩管
雾化室	双筒形雾室, Scott 型
雾化器	交叉雾化器
分析时间	26 秒/次

### 1.2. 样品制备

1g 样品材料与 15ml 王水混合, 放在电热板上加热熔解。在样品完全溶解后, 冷却至室温, 最后用去离子水定容至 100ml。

### 1.3. 校准标样

用以进行校准，采用市售浓度为 1000mg/L 及 50000 mg/L 的标准溶液配制标样。并且所有标样均加入 15ml 王水。校准溶液中元素的浓度用其在固体样品中的百分比表示，并列于表 2。

表 2 校准标样

Elem.	Std.1 [%]	Std.2 [%]
Al	0	0.1
Cu	0	0.5
Cr	10.0	20.0
Fe	85.0	66.0
Mn	0	1.0
Ni	5.0	10.0
P	0	0.1
S	0	0.33
Si	0	1.0
Ti	0	0.5

## 2. 结果与讨论

表 3 列出了所选择的谱线和由该方法检测的检出限（LOD）。检出限 LODs 是根据以下公式计算出来的[8]:

$$\text{LOD} = 3 \text{ RSD}_b \text{ c/SBR}$$

其中:

RSD<sub>b</sub> - 空白样本测量10次的相对标准偏差

c - 标样的浓度

SBR - 信噪比

表 3 固体样品中所选分析线的检出限 (LOD)

Elem.	$\lambda$ [nm]	LOD (3 $\sigma$ )[ $\mu\text{g/L}$ ]
Al	396.152	0.6
Cu	324.754	0.5
Mn	257.611	1.0
P	177.495	3.0
S	180.731	3.0
Si	288.158	6.0
Ti	334.941	0.5

表 4 对典型的合金 X10CrNiTi18 9 (323) 重复测量 10 次的测定结果的精确度

Elem.	$\lambda$ [nm]	Average[%]	SD[%]	RSD[%]
Al	396.152	0.056	0.0004	0.63
Cr	205.552	17.43	0.07	0.40
Cu	324.754	0.13	0.0006	0.42
Mn	257.611	0.75	0.003	0.35
Ni	231.604	8.16	0.03	0.38
P	177.495	0.029	0.0001	0.36
S	180.731	0.0034	0.0001	3.12
Si	251.612	0.58	0.003	0.57
Ti	334.941	0.37	0.002	0.55

### 3. 结论

SPECTRO GENESIS 垂直观测等离子体光谱仪提供了一种简单、快速、准确、精确、经济实用的测量不锈钢零件的方法。

另外，通过连接自动进样器，SPECTRO GENESIS 可完全自动进行样品分析。全谱分析时间不依赖于谱线和元素的选择，且总分析时间可少于四分钟（包括 3 次重复预冲洗和方法漂洗）。

### 参考文献

[1] P.W.J.M. Boumans, Spectrochim. Acta 46B, 431 (1991)