

# 采用 GB/T 20125-2006 标准和 Agilent 5100 ICP-OES 双向观测模式对钢及其合金进行分析

## 应用简报

金属分析与产品

### 作者

John Cauduro

安捷伦科技公司  
澳大利亚墨尔本



### 前言

钢铁制造商对各种金属和痕量元素进行质量控制测试，以确保其最终产品的等级和性能。中国国家标准化管理委员会使用 GB/T 20125-2006 标准“低合金钢 — 多元素的测定 — 电感耦合等离子体发射光谱法”控制所制造的钢产品质量。

不同等级的钢具有不同的元素含量指标，大多数钢和不锈钢等级规定硫的重量百分比小于 0.05%，且磷的重量百分比小于 0.04%。利用电感耦合等离子体发射光谱 (ICP-OES) 技术能够轻松测量样品中这一浓度范围内的元素，实验室从期望能否“完成工作”进一步考虑特定仪器能否提高其样品通量、降低成本、简化样品前处理和仪器运行，以及能否在大批样品分析过程中提供可靠的结果。



Agilent Technologies

本应用简报证明了 Agilent 5100 垂直双向观测 (VDV) ICP-OES 仪器在使用 GB/T 20125-2006 方法分析钢铁样品时的性能和优势。该仪器在这一应用中具有许多优势，包括能够快速分析大量具有挑战性的钢铁样品。

## 实验部分

### 仪器

利用 Agilent 5100 垂直双向观测 (VDV) ICP-OES 进行此次分析，该仪器具有各种功能，可实现高样品通量并使具有挑战性的钢铁样品获得可重现的准确结果。

仪器使用 Vista Chip II 检测器，处理速度达 1 MHz，是 ICP-OES 中所用的所有电荷耦合检测器 (CCD) 中的最快速度，可提供高通量、高灵敏度和最高的动态范围。

仪器的垂直双向观测 (VDV) 配置支持在轴向和径向模式下进行测量。分析人员能够在轴向观测模式下测量低浓度的磷和硫等元素时获得高灵敏度，并在径向观测模式下测量百分比级浓度的镍和铬等元素，无需对样品进行稀释。参见图 2 确定每种元素所用的等离子体观测模式。

Agilent 5100 VDV ICP-OES 采用垂直炬管系统，能够处理最复杂的基质。多年来，垂直炬管已成为运行挑战性基质所公认的标准配置，因为它所需的清洁和更换频率较低 [1]。垂直炬管与 27 MHz 下运行的稳定固态射频 (SSRF) 系统相结合，提供了可靠、稳定的等离子体，能够为挑战性样品提供优异的长期稳定性。这意味着即使仪器在测量钢铁样品一整天后也可获得准确的结果。即插即用式炬管载架可自动定位垂直炬管并连接气体，以便快速启动并确保不同的操作人员获得可重现的结果。

在分析中，将 RF 功率增加至 1.5 kW 并将雾化器气体流速设置为 0.55 L/min，可提高高浓度 Fe 基质中 S 和 P 等难分析元素的检测限。等离子体气体流速默认值为较低的 12 L/min。此流速无需提高，也可轻松应对更高的 RF 功率和复杂的基质。仪器操作条件列于表 1 中。

在该应用中，5100 VDV ICP-OES 配备的进样系统包括 OneNeb 雾化器、双通道玻璃旋流雾化室和 5100 双向观测炬管（可拆卸，石英，1.8 mm 中心管）。样品通过 SPS 4 自动进样器引入仪器。

表 1. 仪器操作参数

参数	设置
炬管	可拆卸式双向观测炬管 (内径 1.8 mm 的中心管)
雾化器	OneNeb
雾化室	双通道玻璃旋流
读取时间 (s)	轴向 20 s，径向 5 s
重复次数	3
样品提升延迟 (s)	15
稳定时间 (s)	10
冲洗时间 (s)	50
快速泵 (80 rpm)	是
雾化器气体流速 (L/min)	0.55
RF 功率 (kW)	1.5
等离子体气体流速 (L/min)	12.0
辅助气流速 (L/min)	1.0

### 样品前处理

通过分析两种 CRM (GH-135 6934 和 GSBH 40031-93) (中国国家钢铁材料测试中心) 验证方法，CRM 中元素的标准浓度列于表 3 中。

根据 GB/T 20125-2006 方法所述，在电热板上将 0.5 g CRM 于硝酸、盐酸和高氯酸混合酸中消解。将消解液移至 100 mL 容量瓶中，使用 18 MΩ 去离子水定容，得到约 0.5% 的 TDS。

## 标样前处理

利用安捷伦单元素储备液配制多元素校准标样。空白和标样均以 5000 mg/kg Fe 样品进行基质匹配，该 Fe 基质样品使用 6N 高纯度铁按照与样品相同的消解方法制得。

## 校正技术

由于 Mn、Mo 和 Ti 干扰物质的存在，因此对 S 需要采用干扰元素校正技术 (IEC)，另外由于 Cr 干扰物质的存在，对 As 同样需要采用 IEC。为简化分析，使用校准标样作为 IEC 分析物标样。利用与校准标样中所用基质相同的 Fe 基质配制单元素干扰物质标样。使用 ICP Expert 7 软件可轻松设置 IEC 参数，参数确定后将其存储于模板中，并在后续分析中重复使用。无需内标校正。

利用拟合背景校正 (FBC) 与离峰背景校正技术结合 [2] 可校正任何光谱干扰物质。FBC 技术简化了方法开发，无需为每种元素设定离峰背景校正点，即可确保快速、准确的校正背景。表 2 列出了每种元素所用的背景校正方法。

表 2. 每种元素所用的背景校正方法和等离子体观测模式

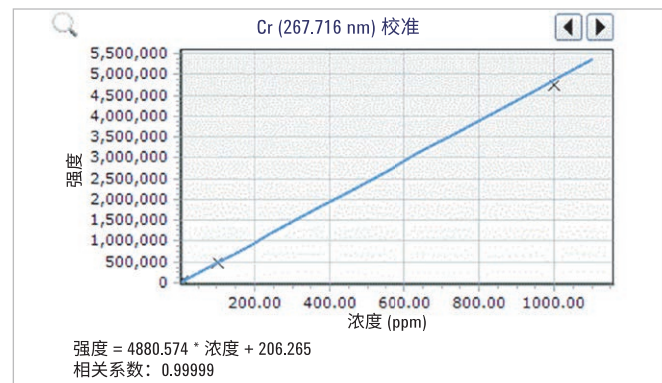
元素与波长 (nm)	采用的背景校正	等离子体观测
Al 396.152	拟合	径向
As 193.696	右侧离峰	轴向
Co 228.615	拟合	轴向
Cr 267.716	拟合	径向
Cu 327.395	拟合	轴向
Mn 257.610	拟合	径向
Mo 202.032	拟合	径向
Ni 231.604	拟合	径向
P 178.222	左侧离峰	轴向
S 181.972	拟合	轴向
Si 251.611	拟合	轴向
Ti 334.941	拟合	径向
V 309.310	拟合	轴向

## 结果与讨论

### 校准曲线的线性

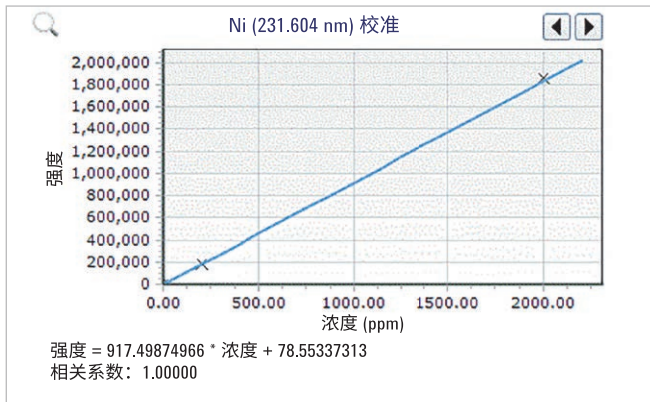
在宽浓度范围内所有波长下获得的线性校准相关系数均大于 0.99999。这一高度线性意味着可测定钢样品中宽范围的预期浓度，而无需进行额外的稀释。可提高样品通量并消除潜在的稀释误差和样品污染。

图 1-3 显示了该应用中 Cr、Ni 和 P 的典型校准曲线。



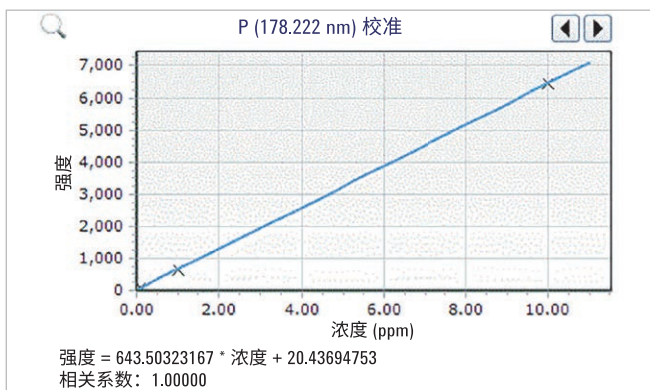
标样	浓度 (ppm)	误差 (%)
空白	0	不适用
标样 1	10	0.44
标样 2	100	0.60
标样 3	1000	2.82

图 1. 校准曲线和标样浓度 — Cr 267.716 nm 谱线



标样	浓度 (ppm)	误差 (%)
空白	0	不适用
标样 1	20	0.08
标样 2	200	2.32
标样 3	2000	1.08

图 2. 校准曲线和标样浓度 — Ni 231.604 nm 谱线



标样	浓度 (ppm)	误差 (%)
空白	0	不适用
标样 1	0.1	5.06
标样 2	1.0	0.06
标样 3	10.0	0.14

图 3. 校准曲线和标样浓度 — P 178.222 nm 谱线

### 方法检测限和 CRM 回收率

在该应用中，通过将 5000 mg/kg Fe 基质空白溶液分析 10 次来测定 MDL。将 MDL 作为基质空白 10 次测量值的 3 倍 SD 来计算。该分析独立运行 3 次。

将 CRM (GH-135 6934 和 GSBH 40031-93) 重复分析两次，结果为三次单独分析的平均值。表 3 所列的结果表明回收率优异，处于标准值的  $\pm 10\%$  范围内，证明该仪器分析带有复杂基质的样品具有高准确度。

### 长期稳定性测试

通过连续分析钢铁样品 8 小时，对方法的长期稳定性和精密度进行测试。结果 (图 4 和表 4) 显示，所有元素在 8 小时内的测量精密度为  $< 1.5\%$  RSD。证明 5100 系统在连续多个小时测量钢铁样品等挑战性样品时能够可靠地提供准确的测量结果。

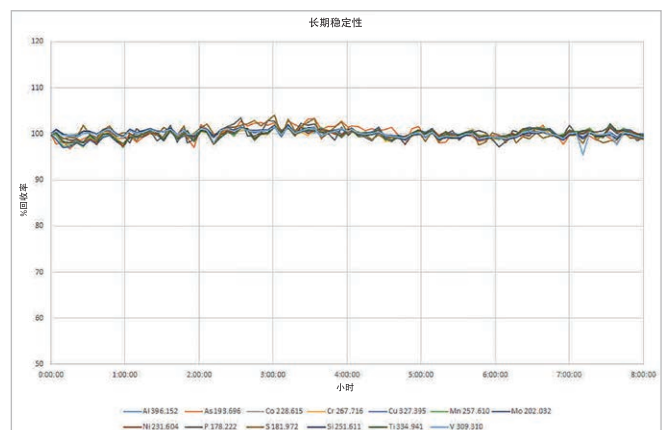


图 4. 连续分析 8 小时所得的钢铁样品的长期稳定性图

表 3. 固体样品的 MDL 与两种 CRM 中 13 种元素的回收率。MDL 在 5000 mg/kg Fe 基质中测得

	MDL (mg/kg)	CRM GH-135 6934				CRM GSBH 40031-93			
		测量值 (mg/kg)	SD (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	回收率 (%)	测量值 (mg/kg)	SD (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	回收率 (%)
Al 396.152	3.8	30761	465	31500	97.7	183.5	1.7	170	107.9
As 193.696	2.0	38.9	1.7	不适用		66.7	1.5	66	101.0
Co 228.615	1.4	71.1	0.9	不适用		57.0	0.5	58	98.4
Cr 267.716	1.7	143030	1955	139400	102.6	370.1	3.1	350	105.7
Cu 327.395	0.23	216.3	3.7	不适用		328.6	2.8	340	96.7
Mn 257.610	0.43	4719	65	4500	104.9	5940	46	5500	108.0
Mo 202.032	2.2	18526	232	18400	100.7	57.7	2.4	59	97.8
Ni 231.604	5.2	366424	4984	358500	102.2	270.0	2.7	260	103.9
P 178.222	2.6	40.6	1.6	40	101.5	167.6	2.1	170	98.6
S 181.972	3.4	39.7	10.9	37	107.3	170.3	2.8	170	100.2
Si 251.611	1.6	4391	36	4520	97.1	2342	15	2280	102.7
Ti 334.941	0.60	25809	310	24490	105.4	2.3	0.2	不适用	
V 309.310	0.81	1007.4	7.9	不适用		4.4	0.2	不适用	

表 4. 钢铁样品的长期稳定性数据 (%RSD)

元素	Al 396.152	As 193.696	Co 228.615	Cr 267.716	Cu 327.395	Mn 257.610	Mo 202.032	Ni 231.604	P 178.222	S 181.972	Si 251.611	Ti 334.941	V 309.310
%RSD	0.88	1.47	0.76	0.93	0.71	1.04	1.05	0.88	1.24	1.35	0.79	0.92	0.88

## 结论

按照 GB/T 20125-2006 标准“低合金钢 — 多元素的测定 — 电感耦合等离子体发射光谱法”，利用垂直炬管在双向观测模式下操作的 Agilent 5100 VDV ICP-OES 测量两种钢认证标准物质。

尽管样品难以分析，仪器的双向观测功能与 GB/T 方法结合可提供准确的结果，回收率处于标准值的  $\pm 10\%$  以内。

仪器的垂直炬管和稳定的 SSRF 系统可提供长期测量稳定性，8 小时内测得的所有元素的 %RSD 均小于 1.5%。

该仪器的宽线性动态范围使其非常适用于繁忙实验室中钢样品的常规分析，因为它无需进行样品稀释，而样品稀释会延长样品前处理时间并引入发生误差的风险。

仪器附带的软件包括各种背景校正技术。通过对复杂样品基质中存在的任意光谱干扰进行校正可获得准确的结果。

Agilent 5100 VDV ICP-OES 能够快速、准确、可靠地测量钢消解样品，适用于具有挑战性的基质和宽范围的分析物浓度。

## 参考文献

- “垂直炬管的优势 — 快速提供准确结果，轻松应对复杂样品”，安捷伦出版物 (2014)，5991-4854CHCN
- “拟合背景校正 (FBC) — 快速、准确的全自动背景校正”，安捷伦出版物 (2014)，5991-4836CHCN

查找当地的安捷伦客户中心：  
**[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)**

免费专线：  
**800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)**

联系我们：  
**[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)**

在线询价：  
**[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)**

**[www.agilent.com](http://www.agilent.com)**

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、  
展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2015

2015年11月27日，中国出版

出版号：5991-6157CHCN