

Determination of Multi-Elements in High Grade Pipeline Steel by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

Yangqin Liu, Xiaodong Shao, Lulu Qu

CNPC Tubular Goods Research Institute, Xi'an
Email: yqliu1213@163.com

Received: Oct. 16th, 2014; revised: Oct. 31st, 2014; accepted: Nov. 10th, 2014

Copyright © 2014 by authors and Hans Publishers Inc.
This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).
<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

Abstract

In this paper, by using inductively coupled plasma atomic emission spectrometry(ICP-AES) analysis, a method for simultaneous determination of Si, Mn, P, Cr, Ni, Mo, Nb, V, Ti, Cu and Al in high grade pipeline steel have been studied. The experiment factors including the method for dissolving sample, spectra of analyzed element and instrument parameters have been investigated. This method was applied to determine the elements in steel standard sample and the results were consistent with the certified values. The relative standard deviations (RSDs, n = 10) for all elements were smaller than 3%. The proposed method was successfully applied to X90 and X100 high grade pipeline steel practical samples determination with satisfactory results.

Keywords

ICP-AES, High Grade Pipeline Steel, Multi-Elements

电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高钢级管线钢中多种元素

刘养勤, 邵晓东, 曲璐璐

中国石油集团石油管工程技术研究院, 西安
Email: yqliu1213@163.com

收稿日期: 2014年10月16日; 修回日期: 2014年10月31日; 录用日期: 2014年11月10日

摘要

采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)分析技术,同时测定了高钢级管线钢中的硅、锰、磷、铬、镍、钼、铌、钒、钛、铜、铝等元素。对试样溶解方法、元素分析谱线、仪器分析参数等因素进行了研究,选择了最佳的分析谱线及合适的仪器工作条件。方法应用于钢铁标准样品中各元素的测定,测定值与认定值吻合,精密度小于3%。方法应用于实际样品分析,测定了X90、X100管线钢中的元素含量,结果满意。

关键词

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES), 高钢级管线钢, 多种元素

1. 引言

随着对石油天然气等能源需求的增长,长距离、大口径、高钢级、高强度管线钢应运而生。我国在已经竣工的西气东输一线工程中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使用了 X80 管线钢。在西气东输三线工程中则使用了级别更高的 X90 级管线钢, X100 管线钢也已铺设了试验段。而 X120 钢级管线钢也已经在研制过程中。对于高钢级管线钢的研制,首先着手的就是化学成分设计,而化学成分对于高钢级管线钢的性能起着非常重要的作用。在各个关于管线管的国际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,均对化学成分作出限制。因此对于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、把握高钢级管线钢产品质量有着极其重要的意义。

电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)以其灵敏度高、干扰小、线性范围宽、可同时检测多元素的特点得到广泛应用,成为现代分析测试技术中的重要检测手段[1]。输送管道所采用的高钢级管线钢,都是低碳高锰微纯净钢,同时添加微合金化元素,通过合金元素的固溶强化、沉淀强化、细晶强化等原理,以得到高强度和高韧性以及良好的焊接性能。

本方法采用盐酸、硝酸溶解样品,采用不同含量的标钢溶液绘制工作曲线,可同时测定高钢级管线钢中的多种常量及微量元素。实验表明,该方法准确、简便,具有实用和推广价值,并成功应用于 X90 和 X100 钢级管线钢中多种元素的检测。

2. 实验部分

2.1. 主要仪器及工作条件

IRIS Intrepid II XSP电感耦合等离子体发射光谱仪(美国热电);仪器工作条件见表1。

2.2. 试剂和标准溶液

盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$,西安化学试剂厂);硝酸($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$,西安化学试剂厂);(1+1)盐酸,将300 mL 盐酸加入到300 mL水中混匀。标准溶液采用系列有证参考物质来制备。

所用试剂均为分析纯,试验中用水均为二次去离子水。

2.3. 样品处理

准确称取0.1 g 试样于250 mL 锥形瓶中,加20 ml (1+1) HCl 加热溶解,待试样完全溶解后滴加 HNO_3 2 mL,加热至溶液澄清透明,冷却至室温后稀释至100 mL 容量瓶中。

Table 1. Working parameters of instrument

表 1. 仪器工作条件

| 射频功率/W | 频率/MHz | 雾化器流/PSi | 雾化压力/KPa | 积分时间/s | |
|--------|--------|----------|----------|--------|----|
| | | | | 短波 | 长波 |
| 1150 | 27.12 | 25.0 | 100 | 15 | 10 |

2.4. 校准曲线的制作

把标准物质按上述试样处理方法制成溶液后,用仪器测其光强值,以光强值和浓度绘制工作曲线。

3. 结果与讨论

3.1. 样品处理方法的选择

高钢级管线钢,都是低碳高锰微纯净钢,同时添加微合金化元素,其中含有一定量的铌元素。分析 Nb 含量时,试样处理十分困难。文献[2]报道了 Nb 在钢中的不同化合物及其溶解性能,最主要的还是采用氢氟酸进行试样前处理,才能使钢中 Nb 分解得最完全,但使用氢氟酸会造成 ICP-AES 法分析上的困难与麻烦。

本文对样品处理方法进行了试验,在试验中采用了三种溶解方法:(1+2)王水溶解、(1+5)硫酸溶解滴加硝酸、(1+1)盐酸溶解滴加硝酸。实验表明,试样用(1+2)王水溶解,溶解速度快,但是铌元素标准化曲线斜率为负,高含量铌样品测量强度小于低含量铌样品强度,表明铌并没有完全溶解。用(1+5)硫酸溶解,滴加硝酸氧化,各元素均能检测,但是硫酸粘度大,不利于溶液提升和雾化。本法最终选择(1+1)盐酸 20 mL 低温溶解,再滴加硝酸 2 mL 溶解试样。

3.2. 分析谱线的选择

用单元素标准溶液进行摄谱,根据谱线的强度大小,背景及干扰情况,经过多次试验,选出了各元素的最佳谱线,选择各元素的谱线见表 2。这些谱线均具有背景简单,干扰少的特点,有利于各元素的测定。

3.3. 校准曲线

各元素的校准曲线采用国家标准样品绘制,在选定的分析谱线和仪器工作条件下,对系列标准溶液进行测定,并绘制校准曲线,每条分析谱线的相关系数均在 0.999 以上。

3.4. 方法精密度和准确度

采用本法测定 YSBC18201a 标准样品 10 次,各元素精密度和准确度见表 3。结果表明,准确度和精密度良好,证明本方法可靠。

3.5. 样品分析

按照实验方法,对 X90、X100 高钢级管线钢样品进行分析,并将分析结果与化学方法分析结果进行比对,结果见表 4、表 5。

4. 结论

研究了 ICP-AES 法测定高钢级管线钢中多种元素的分析方法。本方法以盐酸、硝酸溶解,以不同含量标准钢溶液建立校准曲线,用 ICP-AES 法可同时测定高钢级管线钢中多种元素。试验表明,本方法准确

Table 2. Selection of spectral line

表 2. 波长谱线选择

| 元素 | Si | Mn | P | Cr | Mo | Ni | Nb | V | Ti | Cu | Al |
|-------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 谱线/mm | 251.612 | 260.569 | 178.287 | 183.563 | 281.615 | 231.604 | 309.418 | 310.230 | 336.121 | 324.754 | 308.215 |

Table 3. Precision and accuracy of the method (n = 10) w/%

表 3. 方法的精密度和准确度(n = 10) w/%

| 元素 | 认定值 | 平均值 | RSD |
|----|-------|-------|------|
| Si | 0.168 | 0.165 | 0.85 |
| Mn | 1.66 | 1.68 | 0.34 |
| P | 0.021 | 0.026 | 2.97 |
| Cr | 0.533 | 0.538 | 0.47 |
| Mo | 0.078 | 0.076 | 0.49 |
| Ni | 0.133 | 0.138 | 0.27 |
| Nb | 0.068 | 0.065 | 0.58 |
| V | 0.100 | 0.098 | 0.65 |
| Ti | 0.079 | 0.080 | 0.72 |
| Cu | 0.285 | 0.283 | 0.32 |
| Al | 0.053 | 0.056 | 0.60 |

Table 4. Analytical results of X90 sample w/%

表 4. X90 样品分析结果 w/%

| 样品编号 | 元素 | 测定值 | 化学法测定值 | 样品编号 | 元素 | 测定值 | 化学法测定值 |
|------|-------|--------|--------|-------|-------|--------|--------|
| 1# | Si | 0.27 | 0.25 | 2# | Si | 0.23 | 0.22 |
| | Mn | 1.83 | 1.84 | | Mn | 1.93 | 1.91 |
| | P | 0.011 | 0.013 | | P | 0.012 | 0.010 |
| | Cr | 0.20 | 0.20 | | Cr | 0.24 | 0.23 |
| | Mo | 0.12 | 0.12 | | Mo | 0.18 | 0.17 |
| | Ni | 0.21 | 0.21 | | Ni | 0.19 | 0.21 |
| | Nb | 0.063 | 0.065 | | Nb | 0.055 | 0.057 |
| | V | 0.0060 | 0.0062 | | V | 0.0065 | 0.0064 |
| | Ti | 0.012 | 0.013 | | Ti | 0.015 | 0.015 |
| | Cu | 0.21 | 0.20 | | Cu | 0.17 | 0.17 |
| Al | 0.041 | 0.040 | Al | 0.025 | 0.027 | | |

Table 5. Analytical results of X100 sample w/%

表 5. X100 样品分析结果 w/%

| 样品编号 | 元素 | 测定值 | 化学法测定值 | 样品编号 | 元素 | 测定值 | 化学法测定值 |
|------|-------|--------|--------|-------|-------|-------|--------|
| 1# | Si | 0.28 | 0.26 | 2# | Si | 0.32 | 0.30 |
| | Mn | 1.93 | 1.90 | | Mn | 1.89 | 1.88 |
| | P | 0.0089 | 0.0084 | | P | 0.010 | 0.012 |
| | Cr | 0.020 | 0.019 | | Cr | 0.26 | 0.27 |
| | Mo | 0.21 | 0.21 | | Mo | 0.36 | 0.35 |
| | Ni | 0.36 | 0.38 | | Ni | 0.40 | 0.41 |
| | Nb | 0.046 | 0.048 | | Nb | 0.086 | 0.088 |
| | V | 0.0053 | 0.0058 | | V | 0.040 | 0.037 |
| | Ti | 0.012 | 0.012 | | Ti | 0.016 | 0.015 |
| | Cu | 0.37 | 0.36 | | Cu | 0.29 | 0.29 |
| Al | 0.046 | 0.048 | Al | 0.025 | 0.028 | | |

度和精密度高，操作简便，可用于高钢级管线钢的常规质量控制及产品分析。

参考文献 (References)

- [1] 陈新坤 (1987) 电感耦合等离子体光谱法原理及应用. 南开大学出版社, 天津.
- [2] 刘绍璞, 朱鹏鸣, 张国轩, 杨崇德 (1985) 金属化学分析概论与应用. 四川科学技术出版社, 成都.