

# PDA 测定超薄铝箔样品试验报告

PDA-005

**摘要：**建立了测定 0.1 mm 超薄铝箔样品多种元素的 PDA 直读光谱分析方法。通过对比试验，确定了氩气冲洗时间及氩气流量、激发光源选择、激发能量电压等各项分析条件，试验结果表明：该方法的准确度、短期精密度都能够达到预期效果，完全能够满足生产分析要求。

**关键词：**岛津公司 PDA7000 0.1 mm 超薄铝箔 精密度

## ■ 实验部分

### 1.1 装置及条件

#### 1.1.1 分析仪器与主要设备

PDA-7000 直读光谱仪、车床、锉刀砂纸等抛光设备

氩气：纯度  $\geq 99.999\%$

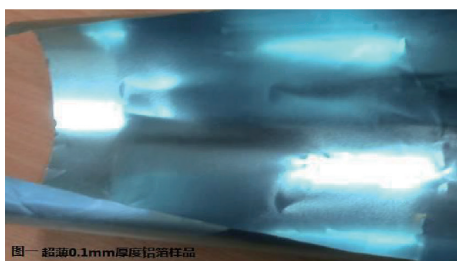
氩气流量：分析 10 L/Min；待机 0.5 L/Min；休眠 0.2 L/Min

对电极：钨电极  $90^\circ$  锥角，电极间隙距 3mm

#### 1.1.2 分析条件及方法

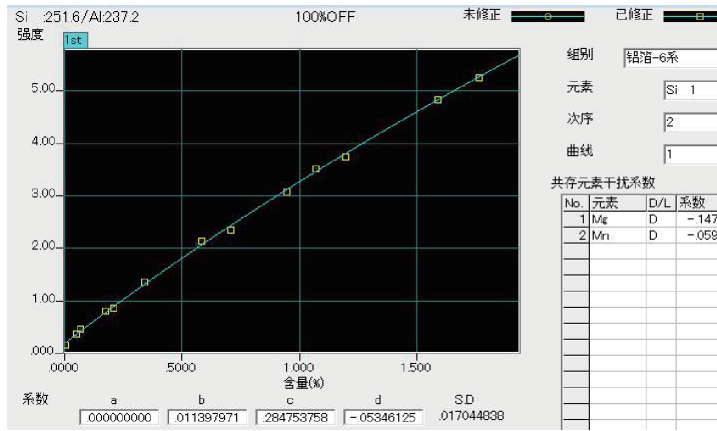
采用铝合金标准套标，根据超薄铝箔样品特殊性，若采用标准分析方法势必造成铝箔被击穿，所以只有采用合适分析条件进行分析超薄铝箔样品，为此优化选择合适激发光源、激发频率及预燃积分脉冲时间等特定分析条件，按照标准制作工作曲线的步骤进行分析操作，制作 6 系铝箔分析组标准工作曲线。

#### 1.1.3 样品图片

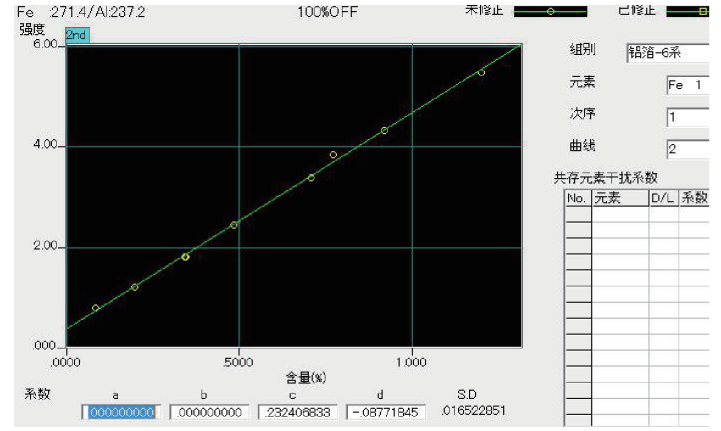


## 分析元素工作曲线

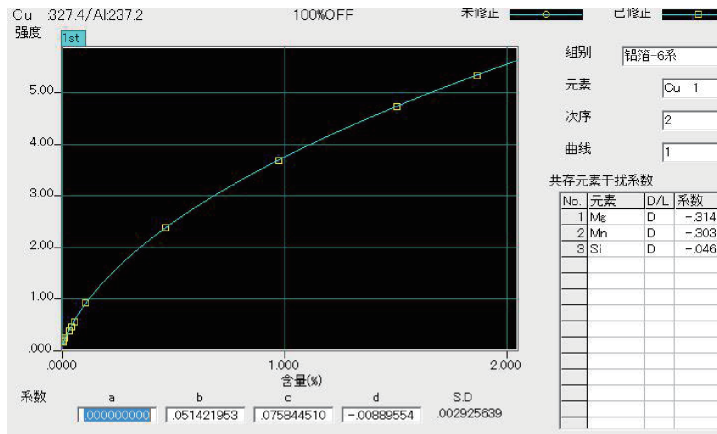
Si 元素标准工作曲线



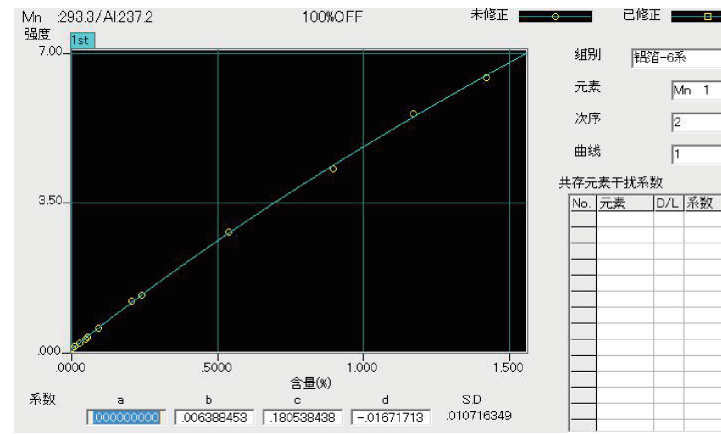
Fe 元素标准工作曲线



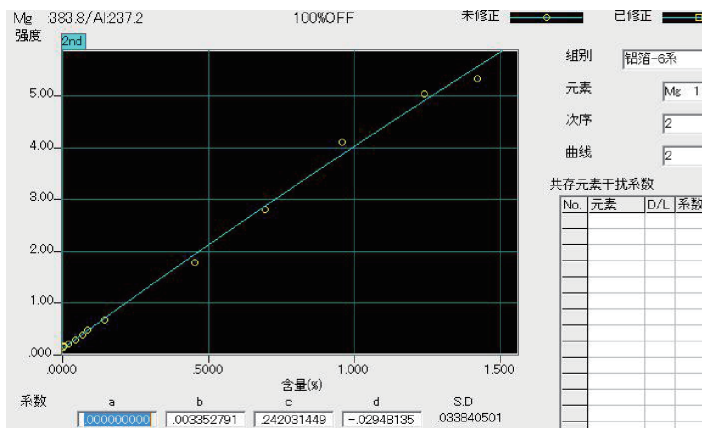
Cu 元素标准工作曲线



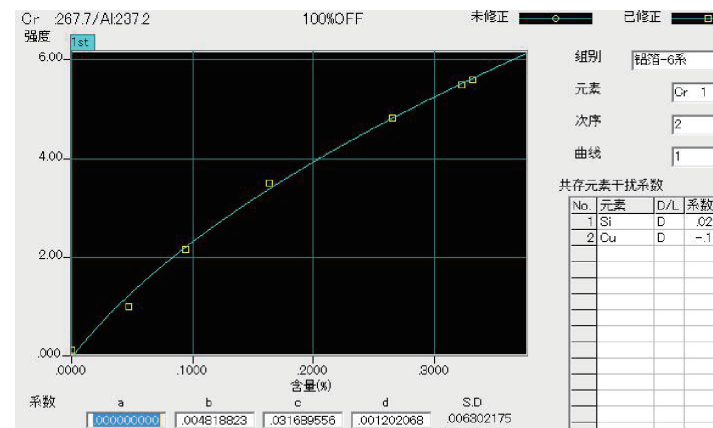
Mn 元素标准工作曲线



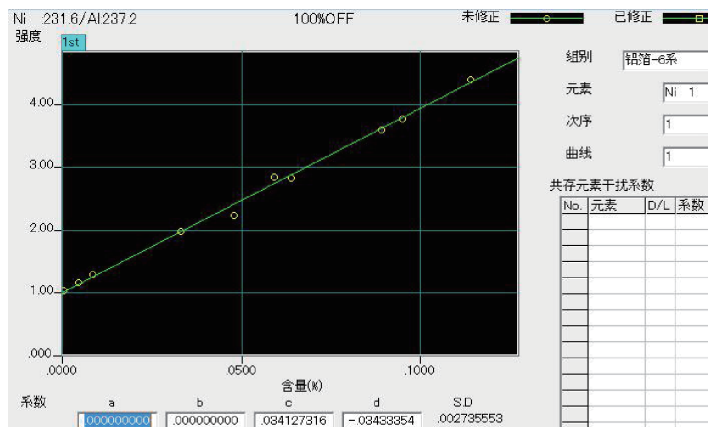
Mg 元素标准工作曲线



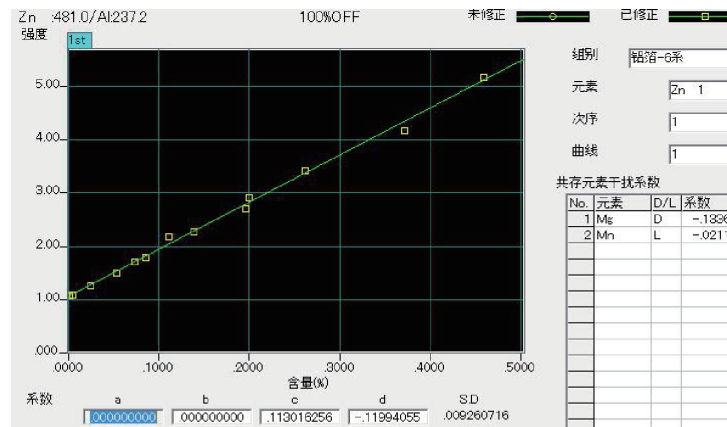
Cr 元素标准工作曲线



Ni 元素标准工作曲线



Zn 元素标准工作曲线



### ■ 分析方法的精度 (短期和长期)

该法在分析标准规格块状样品时,连续激发 10 次,主要元素的短期分析精度 STD 值都能够达到 PDA-7000 要求精度的 3 倍精度 (3 δ) 以内! 而分析 0.1 mm 超薄铝箔生产样品时,个别元素的短期精度能够达到标准的 90% 以上,达到预期!

#### 1 块状标准铝合金样品短期精度如下表:

样品名称[标准铝合金块状样品E415d精度] 单位: %

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Ga
N=1	0.62	0.70	0.037	0.091	0.039	0.0084	0.089	0.13	0.096	0.038
N=2	0.62	0.70	0.037	0.092	0.040	0.0084	0.090	0.13	0.095	0.038
N=3	0.62	0.70	0.037	0.092	0.040	0.0085	0.089	0.13	0.095	0.038
N=4	0.62	0.70	0.037	0.092	0.040	0.0084	0.090	0.13	0.095	0.038
N=5	0.62	0.70	0.037	0.091	0.040	0.0084	0.089	0.13	0.096	0.038
N=6	0.62	0.70	0.037	0.092	0.040	0.0084	0.089	0.13	0.095	0.038
N=7	0.62	0.70	0.037	0.092	0.040	0.0084	0.090	0.13	0.096	0.038
N=8	0.61	0.69	0.037	0.092	0.041	0.0084	0.088	0.13	0.096	0.038
N=9	0.61	0.70	0.037	0.092	0.040	0.0084	0.089	0.13	0.096	0.038
N=10	0.61	0.69	0.037	0.092	0.040	0.0084	0.087	0.13	0.096	0.038
Ave.	0.62	0.70	0.037	0.092	0.040	0.0084	0.089	0.13	0.096	0.038
STD	0.0011	0.0042	0.0002	0.0002	0.0004	0.00001	0.0009	0.0022	0.0002	0.0003
3σ标准	0.018	0.026	0.011	0.0017	0.0009	0.00054	0.0033	0.0063	0.0003	0.0015

## 2 0.1 mm铝箔生产样品短期精度结果如下表:

样品名称[超薄铝箔0.1 mm厚度样品短期精度] 单位: %

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Ga
N=1	0.68	0.69	0.0089	0.0086	0.0088	0.0086	0.0051	0.013	0.023	0.019
N=2	0.69	0.67	0.0092	0.0075	0.0088	0.0086	0.0042	0.014	0.021	0.019
N=3	0.67	0.71	0.0092	0.0074	0.0081	0.0087	0.0046	0.013	0.019	0.019
N=4	0.68	0.69	0.0091	0.0074	0.0081	0.0086	0.0045	0.013	0.020	0.019
N=5	0.67	0.69	0.0093	0.0077	0.0084	0.0087	0.0045	0.013	0.019	0.018
N=6	0.69	0.69	0.0091	0.0076	0.0089	0.0086	0.0046	0.013	0.020	0.019
N=7	0.70	0.69	0.0095	0.0079	0.0091	0.0087	0.0050	0.014	0.023	0.019
N=8	0.70	0.68	0.0093	0.0075	0.0090	0.0086	0.0047	0.014	0.020	0.019
N=9	0.69	0.69	0.0088	0.0074	0.0084	0.0085	0.0041	0.013	0.019	0.019
N=10	0.70	0.71	0.0091	0.0078	0.0084	0.0088	0.0040	0.014	0.022	0.019
Ave.	0.69	0.69	0.0091	0.0077	0.0086	0.0086	0.0045	0.014	0.021	0.019
STD	0.0116	0.0115	0.0002	0.0004	0.0003	0.0001	0.0004	0.0005	0.0017	0.0002
3 $\sigma$ 标准	0.018	0.026	0.0003	0.0004	0.0003	0.0005	0.0004	0.0008	0.0012	0.0006

从 8:30 开始不做任何校正的情况下, 每 0.5 h 分析一次, 每次三个点, 连续分析 11 次, 得到 11 组 44 个分析数据, 最终得到铝箔样品的长期精度数据。从分析数据来看, 0.1 mm 厚度铝箔样品主要元素的长期分析精度 STD 值都能够达到 PDA-7000 要求精度的 3 倍精度 (3 $\delta$ ) 以内!

## 3、0.1 mm铝箔样品长期精度结果如下表:

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Ga
11 组 Ave.	0.6175	0.6686	0.0149	0.0086	0.0083	0.0050	0.0044	0.0131	0.0231	0.0175
STD	0.0071	0.0121	0.0003	0.0005	0.0006	0.0001	0.0005	0.0009	0.0009	0.0002
11 组 CV	1.1530	1.8166	2.3300	5.7698	7.1896	2.2030	12.518	6.9618	4.0160	1.2651
3 $\sigma$ 标准	0.01800	0.01700	0.00024	0.00030	0.00018	0.00054	0.00033	0.00075	0.00123	0.00063

注: “3 $\sigma$ 标准”表示按照标准块状样品分析时, 岛津PDA-7000验收标准要求。

### ■ 分析方法结论

1、在进行 0.1 mm 铝箔试样中主要元素及杂质元素的光谱分析时, 试样的制备非常关键, 样品一定要用砂纸打磨铝箔表面氧化皮及镀层, 然后再进行无水乙醇清洁分析表面符合光谱分析要求后待分析。

2、氩气的纯度和流量将影响 0.1 mm 超薄铝箔样品中杂质元素的分析精度, 分析时要采用 99.999% 的高纯氩气可改善微量元素的分析精度。

3、该方法测定 0.1 mm 超薄铝箔样品的元素能够生产满足分析要求, 该方法制备样品和分析操作简单方便, 并具有良好的精密度, 是一种理想的超薄 0.1 mm 厚度铝箔样品的分析方法。