

PDA-8000 测定有色铜合金样品

PDA-006

摘要：建立了测定铜合金样品多种元素的 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，完全能够满足用户的生产分析要求。

关键词：岛津公司 PDA-8000 黄铜 青铜 纯铜 短期精度

■ 实验部分

1.1 分析仪器与主要设备

PDA-8000 光电直读光谱仪、车床、铣床等制样设备

氩气纯度要求：纯度 Ar \geq 99.999% 以上

氩气流量设定：分析 5 L/Min；待机 0.5 L/Min；休眠 0.1 L/Min

对电极设置要求：钨电极 60°锥角，电极间隙距 3 mm

1.2 分析条件及方法

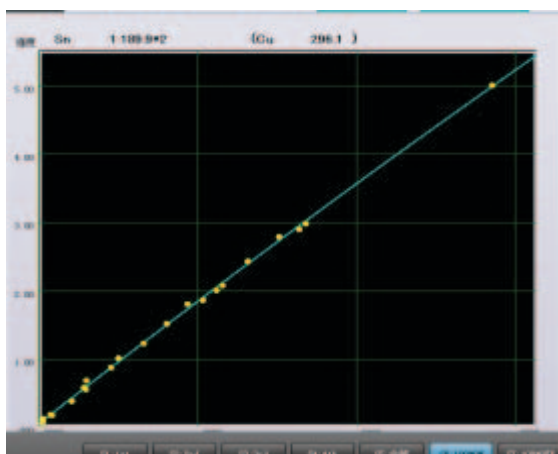
采用铜合金标准套标，根据黄铜合金样品的特性，为了得到微量元素可靠的分析数据，优化选择合适的预冲洗时间、合适的激发光源、预燃积分脉冲时间等优化分析条件，按照标准制作工作曲线的分析步骤进行操作，制作青铜合金分析组标准工作曲线。

1.3 铜合金样品图片

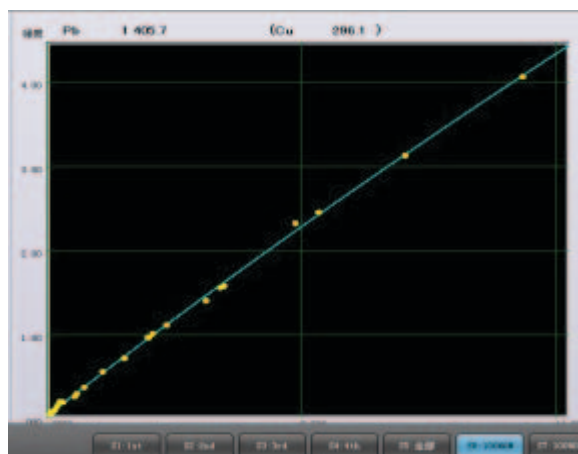


■ 铜合金样品部分元素的工作曲线

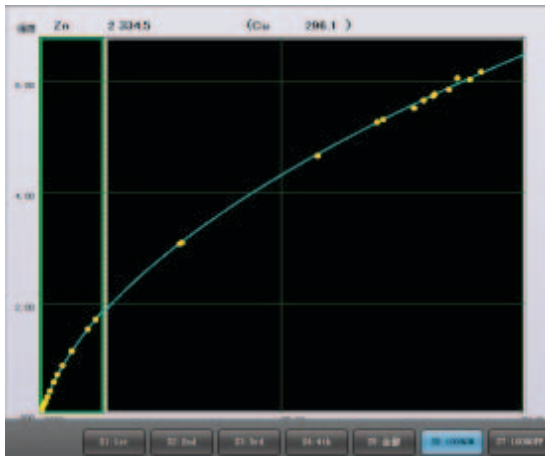
Sn 元素标准工作曲线



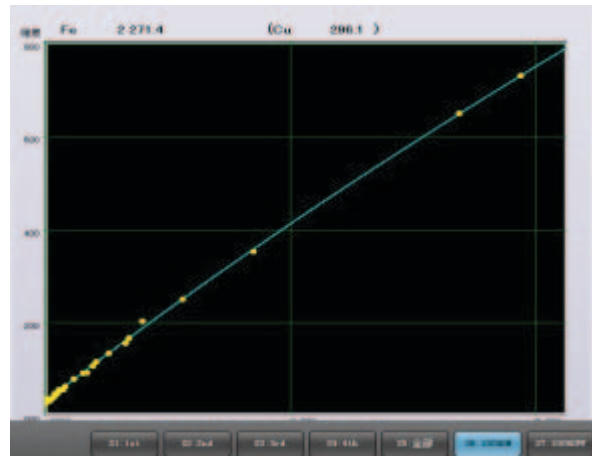
Pb 元素标准工作曲线



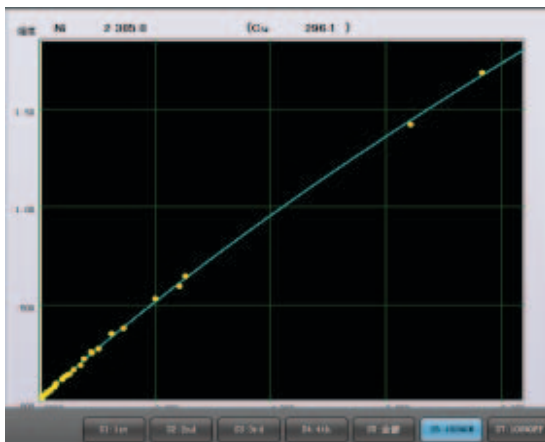
Zn 元素标准工作曲线



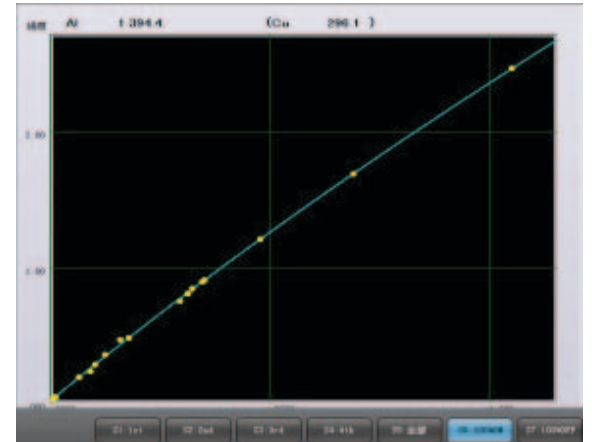
Fe 元素标准工作曲线



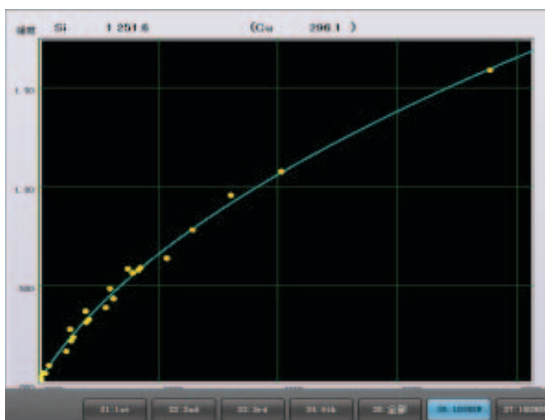
Ni 元素标准工作曲线



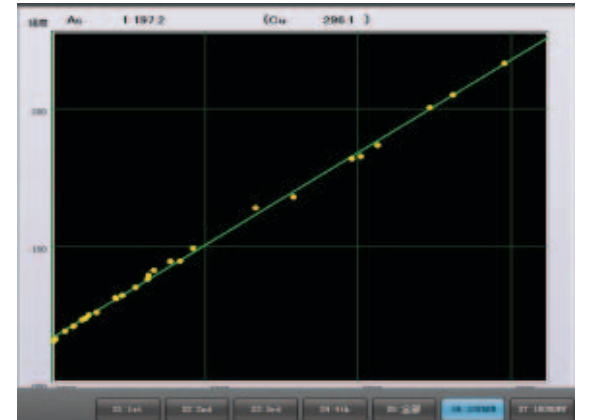
Al 元素标准工作曲线



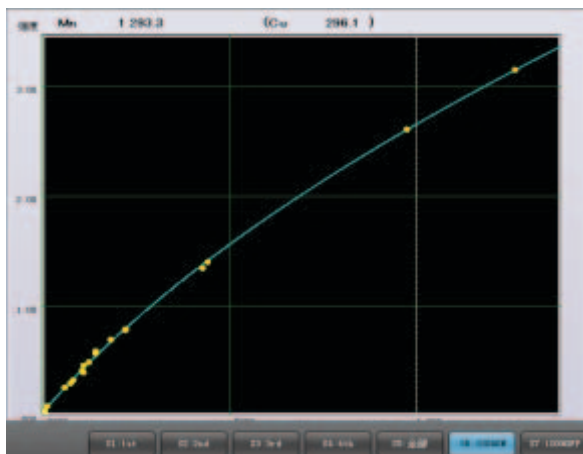
Si 元素标准工作曲线



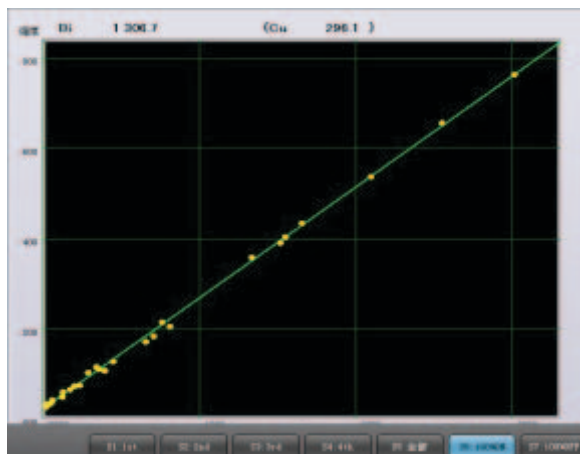
As 元素标准工作曲线



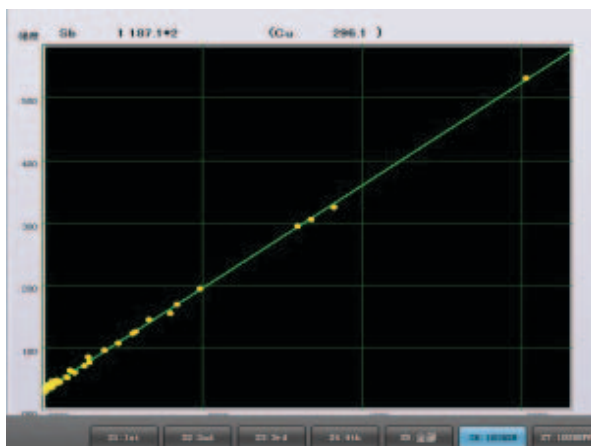
Mn 元素标准工作曲线



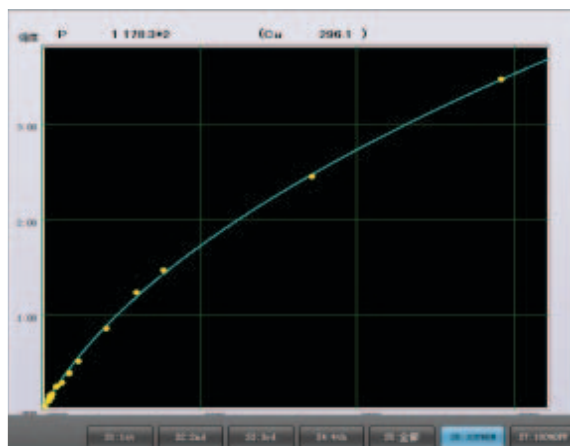
Bi 元素标准工作曲线



Sb 元素标准工作曲线



P 元素标准工作曲线



■ 试验结果 不同牌号铜合金样品的分析精度

该法对不同牌号规格的块状纯铜、普通黄铜、铅黄铜、锡青铜、铝青铜合金样品，分别连续激发 10 次，得到相应铜合金样品中主要元素的短期分析精度 SD 值，分析结果能够达到岛津公司 PDA-8000 光谱仪精度要求的 1.5σ 范围以内！

3.1 块状标准黄铜 - 铜合金样品短期精度数据如下表：

	分析条件组： 青铜合金			样品编号： [31X B25A 黄铜]										
	Sn	Pb	Zn	Fe	Ni	Al	Si	As	Mn	Bi	Sb	P	S	余量Cu
N=1	0.486	0.285	40.39	0.074	0.178	0.396	0.093	0.041	0.129	0.060	0.060	0.054	0.0134	57.79
N=2	0.492	0.292	39.98	0.075	0.179	0.404	0.094	0.041	0.129	0.061	0.061	0.054	0.0135	58.17
N=3	0.485	0.289	40.33	0.074	0.177	0.399	0.093	0.041	0.129	0.061	0.061	0.054	0.0134	57.83
N=4	0.488	0.293	40.00	0.076	0.178	0.402	0.094	0.041	0.128	0.061	0.061	0.054	0.0135	58.15
N=5	0.484	0.289	40.00	0.076	0.178	0.403	0.094	0.041	0.128	0.061	0.061	0.055	0.0134	58.19
N=6	0.485	0.286	40.16	0.075	0.178	0.405	0.095	0.041	0.128	0.060	0.060	0.054	0.0134	58.21
N=7	0.491	0.289	40.14	0.074	0.178	0.404	0.094	0.041	0.128	0.061	0.061	0.054	0.0134	58.02
N=8	0.483	0.286	40.36	0.074	0.177	0.396	0.093	0.040	0.128	0.061	0.061	0.055	0.0133	57.83
N=9	0.485	0.288	40.40	0.074	0.177	0.396	0.093	0.041	0.129	0.061	0.061	0.055	0.0134	57.74
N=10	0.482	0.288	40.33	0.074	0.177	0.395	0.092	0.041	0.129	0.061	0.061	0.055	0.0134	57.65

Ave.	0.486	0.288	40.21	0.075	0.178	0.400	0.094	0.041	0.128	0.061	0.061	0.054	0.01342	57.96
R	0.010	0.0073	0.417	0.0020	0.0023	0.010	0.0023	0.0007	0.0011	0.0015	0.0015	0.0012	0.0002	0.556
SD	0.0034	0.0025	0.1716	0.0007	0.0007	0.004	0.0008	0.0002	0.0004	0.00044	0.0005	0.0004	0.0001	0.2130
CV	0.70	0.86	0.4268	0.92	0.39	0.99	0.89	0.54	0.28	0.72	0.72	0.71	0.46	0.37
标准 δ	0.0127	0.0154	0.4026	0.0014	0.0040	0.0113	0.0023	0.0018	0.0041	0.0019	0.0048	0.0021	0.0004	

3.2 块状铅黄铜 - 铜合金样品短期精度数据表:

分析条件组:	青铜合金		样品编号: [ZBY904a 铅黄铜]										
	Sn	Pb	Zn	Fe	Ni	Al	Si	As	Bi	Sb	P	S	余量 Cu
N=1	0.194	1.485	39.33	0.152	0.0198	0.0481	0.0088	0.0143	0.0011	0.0056	0.0034	0.0021	58.73
N=2	0.195	1.495	39.36	0.152	0.0197	0.0483	0.0088	0.0146	0.0011	0.0059	0.0034	0.0022	58.69
N=3	0.195	1.510	39.22	0.152	0.0197	0.0482	0.0088	0.0149	0.0011	0.0058	0.0034	0.0020	58.82
N=4	0.193	1.508	39.11	0.154	0.0198	0.0481	0.0088	0.0145	0.0011	0.0057	0.0033	0.0022	58.93
N=5	0.193	1.509	39.19	0.154	0.0197	0.0483	0.0087	0.0145	0.0011	0.0057	0.0033	0.0019	58.85
N=6	0.194	1.506	39.33	0.152	0.0196	0.0486	0.0088	0.0147	0.0011	0.0058	0.0034	0.0020	58.71
N=7	0.194	1.503	39.14	0.154	0.0198	0.0482	0.0088	0.0144	0.0011	0.0056	0.0034	0.0020	58.90
N=8	0.193	1.516	39.24	0.152	0.0196	0.0483	0.0088	0.0144	0.0010	0.0055	0.0033	0.0022	58.79
N=9	0.194	1.514	39.22	0.154	0.0197	0.0483	0.0088	0.0147	0.0011	0.0059	0.0034	0.0019	58.81
N=10	0.194	1.516	39.14	0.155	0.0197	0.0482	0.0088	0.0145	0.0011	0.0057	0.0034	0.0021	58.89
Ave.	0.194	1.506	39.23	0.153	0.0197	0.0483	0.0088	0.0146	0.0011	0.0057	0.0034	0.0021	58.81
R	0.0017	0.0313	0.253	0.0031	0.0002	0.00046	0.00008	0.0005	0.0001	0.00039	0.00006	0.00031	0.241
SD	0.0006	0.0099	0.090	0.0011	0.00005	0.00013	0.00003	0.0002	0.00003	0.00013	0.00002	0.00011	0.0841
CV	0.29	0.66	0.23	0.72	0.28	0.26	0.34	1.07	2.59	2.33	0.62	5.14	0.14
标准 δ	0.0069	0.0763	0.3928	0.0026	0.0008	0.0025	0.0006	0.0011	0.0001	0.0032	0.0006	0.0001	

3.3 块状锡青铜 - 铜合金样品短期精度数据表:

分析条件组:	青铜合金		样品编号: [32XPB12D 锡青铜]										
	Sn	Pb	Zn	Fe	Ni	Si	As	Mn	Bi	Sb	P	S	余量 Cu
N=1	5.44	0.194	0.688	0.184	0.493	0.150	0.116	0.368	0.097	0.269	0.471	0.0108	91.47
N=2	5.42	0.192	0.695	0.185	0.490	0.149	0.115	0.368	0.096	0.267	0.463	0.0117	91.50
N=3	5.41	0.200	0.681	0.184	0.495	0.149	0.115	0.370	0.100	0.269	0.475	0.0117	91.49
N=4	5.44	0.190	0.684	0.183	0.489	0.147	0.115	0.370	0.095	0.266	0.465	0.0124	91.48
N=5	5.49	0.195	0.692	0.183	0.488	0.148	0.116	0.370	0.098	0.269	0.468	0.0124	91.42
N=6	5.50	0.192	0.695	0.187	0.489	0.151	0.117	0.371	0.095	0.267	0.466	0.0114	91.41
N=7	5.49	0.193	0.695	0.190	0.490	0.151	0.117	0.374	0.096	0.270	0.470	0.0118	91.40
N=8	5.41	0.182	0.700	0.188	0.491	0.151	0.115	0.369	0.090	0.263	0.457	0.0100	91.52
N=9	5.48	0.198	0.699	0.189	0.489	0.150	0.117	0.371	0.098	0.269	0.468	0.0101	91.40
N=10	5.50	0.189	0.703	0.190	0.483	0.149	0.115	0.369	0.094	0.272	0.460	0.0106	91.39
Ave.	5.46	0.192	0.693	0.186	0.490	0.150	0.116	0.370	0.096	0.268	0.466	0.0113	91.45
R	0.089	0.018	0.022	0.0078	0.012	0.0036	0.0027	0.0062	0.0096	0.0089	0.0181	0.0024	0.128
SD	0.036	0.005	0.007	0.0030	0.0032	0.0012	0.0010	0.0018	0.0026	0.0024	0.0054	0.0009	0.0486
CV	0.66	2.59	1.02	1.62	0.66	0.82	0.82	0.49	2.74	0.89	1.16	7.80	0.053
标准 δ	0.1121	0.0106	0.0074	0.0031	0.0102	0.0034	0.0036	0.0114	0.0030	0.0110	0.0144	0.0004	

3.4 块状铝青铜 - 铜合金样品短期精度数据表:

分析条件组: 青铜合金		样品编号: [GBW02122 铝青铜]											
	Sn	Pb	Zn	Fe	Ni	Al	Si	As	Mn	Sb	P	S	余量 Cu
N=1	0.216	0.0267	1.228	0.875	2.040	11.61	0.108	0.0400	0.448	0.0796	0.0187	0.0042	83.02
N=2	0.211	0.0269	1.235	0.872	2.047	11.63	0.108	0.0398	0.448	0.0799	0.0188	0.0042	82.99
N=3	0.212	0.0270	1.239	0.873	2.057	11.67	0.109	0.0405	0.449	0.0803	0.0189	0.0042	82.93
N=4	0.212	0.0269	1.243	0.875	2.062	11.65	0.110	0.0403	0.447	0.0802	0.0189	0.0042	82.94
N=5	0.210	0.0275	1.256	0.869	2.080	11.65	0.113	0.0403	0.447	0.0802	0.0188	0.0042	82.92
N=6	0.212	0.0275	1.236	0.862	2.063	11.60	0.112	0.0399	0.447	0.0792	0.0189	0.0041	83.01
N=7	0.214	0.0272	1.276	0.884	2.101	11.64	0.112	0.0415	0.457	0.0813	0.0193	0.0043	82.65
N=8	0.206	0.0275	1.261	0.870	2.055	11.62	0.109	0.0397	0.450	0.0794	0.0185	0.0042	82.97
N=9	0.210	0.0273	1.224	0.866	2.045	11.58	0.109	0.0397	0.448	0.0791	0.0187	0.0041	83.06
N=10	0.209	0.0276	1.223	0.856	2.041	11.68	0.109	0.0387	0.443	0.0779	0.0187	0.0041	83.18
Ave.	0.211	0.0272	1.242	0.870	2.059	11.63	0.110	0.0401	0.449	0.0797	0.0188	0.0042	82.97
R	0.010	0.0009	0.053	0.028	0.0603	0.104	0.0052	0.0027	0.0139	0.0035	0.0008	0.00013	0.532
SD	0.0027	0.0003	0.017	0.0078	0.0190	0.0320	0.0018	0.0007	0.0035	0.0009	0.0002	0.00004	0.1357
CV	1.29	1.14	1.39	0.89	0.92	0.27	1.60	1.73	0.77	1.15	1.12	1.00	0.164
标准 δ	0.0072	0.0024	0.0129	0.0134	0.0416	0.0818	0.0026	0.0018	0.0138	0.0054	0.0010	0.0002	

3.5 块状纯铜 - 铜合金样品短期精度数据表:

分析条件组: 青铜合金		样品编号: [KTP2 纯铜]													
	Sn	Pb	Zn	Sn	Fe	Ni	Al	Si	As	Mn	Bi	Sb	P	S	余量 Cu
N=1	0.0029	0.00140	0.0157	0.0098	0.0073	0.0022	0.0024	<0.0001	0.0094	0.0042	<0.0001	0.0320	0.0023	99.83	
N=2	0.0028	0.00136	0.0150	0.0095	0.0073	0.0021	0.0023	<0.0001	0.0094	0.0041	<0.0001	0.0322	0.0023	99.84	
N=3	0.0028	0.00115	0.0145	0.0092	0.0073	0.0020	0.0023	<0.0001	0.0093	0.0041	<0.0001	0.0322	0.0022	99.84	
N=4	0.0028	0.00122	0.0148	0.0095	0.0073	0.0020	0.0023	<0.0001	0.0090	0.0041	<0.0001	0.0326	0.0023	99.84	
N=5	0.0028	0.00135	0.0142	0.0093	0.0073	0.0020	0.0023	<0.0001	0.0089	0.0041	<0.0001	0.0323	0.0023	99.84	
N=6	0.0028	0.00139	0.0156	0.0097	0.0073	0.0022	0.0024	<0.0001	0.0094	0.0042	<0.0001	0.0322	0.0023	99.84	
N=7	0.0028	0.00132	0.0147	0.0097	0.0074	0.0023	0.0023	<0.0001	0.0093	0.0041	<0.0001	0.0318	0.0023	99.84	
N=8	0.0027	0.00122	0.0144	0.0094	0.0076	0.0021	0.0023	<0.0001	0.0090	0.0040	<0.0001	0.0311	0.0021	99.84	
N=9	0.0026	0.00135	0.0137	0.0097	0.0074	0.0022	0.0023	<0.0001	0.0087	0.0040	<0.0001	0.0317	0.0023	99.84	
N=10	0.0027	0.00134	0.0143	0.0095	0.0073	0.0020	0.0024	<0.0001	0.0089	0.0041	<0.0001	0.0319	0.0024	99.84	
Ave.	0.0028	0.00131	0.0147	0.0095	0.0073	0.0021	0.0023	0	0.0091	0.0041	0	0.0320	0.0023	99.84	
R	0.00021	0.00025	0.002	0.00064	0.0003	0.00030	0.00011	0	0.0007	0.00018	0	0.0015	0.00026	0.0121	
SD	0.00007	0.00008	0.0006	0.0002	0.00009	0.00010	0.00004	0	0.00025	0.00006	0	0.00042	0.00007	0.0041	
CV	2.53	6.38	4.23	2.06	1.16	4.82	1.58	0	2.77	1.53	0	1.30	3.23	0.004	
标准 δ	0.00007	0.00006	0.00030	0.00013	0.00012	0.00005	0.00006	0.00002	0.00010	0.00007	0.00003	0.00050	0.00010		

注: “标准 δ ” 表示按照标准规格样品分析时, 岛津 PDA-8000 的验收标准要求。

■ 结论

4.1 在进行纯铜、不同牌号类别的铜合金样品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，样品一定要用车床或铣床对样品表面氧化皮、镀层及油污等进行加工处理，待分析表面符合光谱分析要求后待分析。

4.2 分析使用的高纯氩气纯度、分析流量将影响铜合金样品中杂质元素的分析精度，光谱分析时必须确保99.999%以上的高纯氩气，可有效提高改善微量元素的分析精度。

4.3 该方法可快速准确测定有色金属铜合金样品中多元素的化学成分分析，完全能够满足有色金属 YST 482-2005 国标分析要求，并具有良好的分析精度，是一种理想的有色金属铜合金样品的分析方法。

岛津应用云

