

PDA 光电直读光谱法测定硅钢中杂质元素

PDA-027

摘要： 本方法采用岛津 PDA-8000 光电直读光谱仪测定硅钢中 C、Si、Mn、P、S、Al、N、Cr、Ni、Cu 等元素含量。采用定量工作曲线法，使用低合金钢、硅钢标准样品建立硅钢工作曲线，同时验证了方法精密度。

关键词： 光电直读光谱仪 PDA-8000 硅钢 定量工作曲线法

技术特点：

- ❖ 采用实时放电监控、内标元素监控、脉冲分布测光等独特专利技术，提高测试稳定性。
- ❖ PDA 光电直读光谱法可快速准确测定硅钢多元素含量，精密度好、准确度高。

硅钢一般指含 Si 为 1.0 ~ 4.5%，C < 0.08% 高硅合金钢。它具有导磁率高、矫顽力低、电阻系数大等特性，因而磁滞损失和涡流损失都小。主要用作电机、变压器、电器以及电工仪表中的磁性材料。硅钢以铁芯损耗（简称铁损）和磁感应强度（简称磁感）作为产品磁性保证值。硅钢中的 C Si Al 等含量高低与硅钢的铁损和磁感性能又息息相关，所以准确检测硅钢中元素成分至关重要。

对于硅钢成分测定，常规传统化学分析方法，因

分析周期长、污染环境等弊端，不能满足快节奏的生产工艺要求，逐渐被仪器分析方法所替代。岛津 PDA-8000 光电直读光谱仪，采用激发实时放电监控、内标元素监控、脉冲分布测光等独特专利技术，保证分析结果的稳定性，在元素及成分检测过程中被多行业多领域广泛采用。

本方法使用岛津 PDA-8000 光电直读光谱仪，定量工作曲线法，测定硅钢中多元素，准确度高、精密度好。

■ 实验部分

1.1 仪器

光电直读光谱仪（PDA-8000）
（如下图 1）
MY-200 型光谱砂带研磨机



图 1 PDA-8000 光电直读光谱仪

■ 分析条件

2.1 针对硅钢要求的分析元素，选定最佳的分析条件

氩气纯度：≥99.999%	放电频率：333 Hz
分析流量：5 L/min	放电能量：0.2 J
冲洗时间：3 s	预燃时间：1500 脉冲
内标元素：Fe 287.2 nm	积分时间：1200 脉冲

■ 工作曲线的建立

3.1 标准样品

PDA-8000 Fe 基预置低合金钢类（LAS）工作曲线由 600 多块国内外标样制作而成，涵盖了 Fe 基常见的几十种元素，可以很好的应对 Fe 基 LAS 低合金钢类样品测试。优选出硅钢类标样建立硅钢工作曲线，线性良好。

3.2 工作曲线的建立

PDA-8000 预置工作曲线硅钢类子曲线线性良好，主要元素工作曲线见下图；曲线线性范围宽，曲线线性良好。

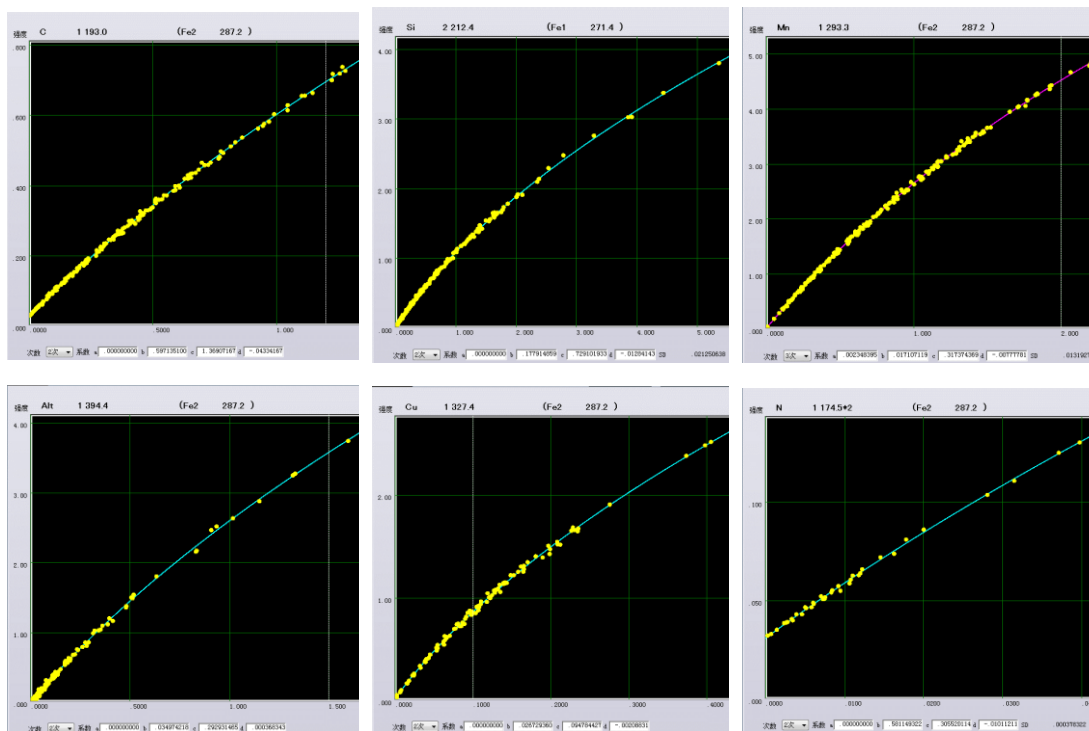


图2 部分测试元素工作曲线

■ 结果与讨论

4.1 方法准确度验证

用硅钢 1#、硅钢 2# 样品验证方法的准确度，测量结果与化学值的结果对比见表 1：

表 1 硅钢样品测试结果与化学值对比表 (%)

样品	元素	元素									
		C	Si	Mn	P	S	Al	N	Cu	Cr	Ni
硅钢 1#	化学值	0.024	3.02	0.089	0.031	0.0056	0.032	0.0021	0.011	0.11	0.023
	测量值	0.026	3.00	0.091	0.030	0.0059	0.031	0.0019	0.011	0.10	0.024
硅钢 2#	化学值	0.0040	3.01	0.087	0.031	0.0015	0.0032	0.0033	0.015	0.11	0.023
	测量值	0.0037	3.02	0.086	0.031	0.0016	0.0034	0.0035	0.016	0.11	0.022

从化学值与测量值的差值来看，测量值与化学分析值相符度高，说明该方法准确性良好，完全达到 GB/T4336-2016《碳素钢和中低合金钢 多元素含量的测定 火花放电原子发射光谱分析方法（常规法）》标准分析误差要求（国标最大允许误差 $\leq 0.16\%$ ）。

4.2 方法精密度实验

将硅钢样品加工处理后，进行重复测试 10 次得到方法精密度数据，测量结果见表 2。

表 2 硅钢样品连续 10 次精密度实验结果 %

项目	C	Si	Mn	P	S	Al	N	Cu	Cr	Ni
10 次 Ave	0.0236	3.022	0.0885	0.0309	0.0057	0.0317	0.0022	0.0113	0.109	0.0237
R	0.0008	0.0129	0.0030	0.0010	0.0004	0.0023	0.0001	0.0008	0.0022	0.0013
Std.	0.0003	0.0038	0.0010	0.0003	0.0001	0.0007	0.0001	0.0002	0.0007	0.0004
RSD.	1.20	0.13	1.12	1.01	2.50	2.08	2.93	1.99	0.68	1.79

精密度试验表明，各元素测量相对标准偏差 RSD. 最大值 2.93% 远小于国标要求，元素实测标准偏差 Std. 值能够达到 GB/T 14203-2016 《火花放电原子发射光谱分析法通则》标准中规定的元素重复性 0.52 r 的要求。

■ 结论

采用砂带光谱研磨机研磨加工样品表面，使用岛津 PDA-8000 光电直读光谱仪测定硅钢样品中 C、Si、Mn、P、S、Al、N、Cu、Cr、Ni 等主微量元素含量，该方法工作曲线线性良好，方法精密度、准确度都能够满足生产要求；可作为硅钢样品生产工艺过程控制中快速有效的检测手段。

岛津应用云

