

PDA 测定复合多层材料试验报告

PDA-004

摘要：建立了测定复合多层材料样品主要元素含量的 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 复合多层材料 0.6 mm (上、下外层 0.09 mm 左右铝合金，内层 0.4 mm 锌合金) 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、锉刀砂纸等抛光设备

氩气：纯度 $\geq 99.999\%$

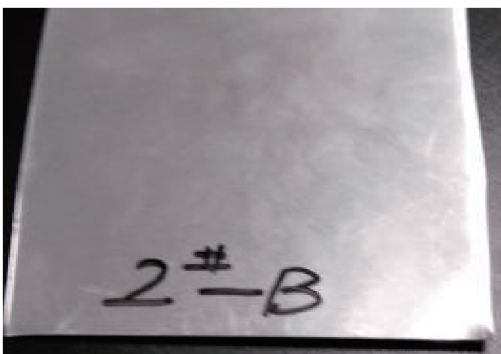
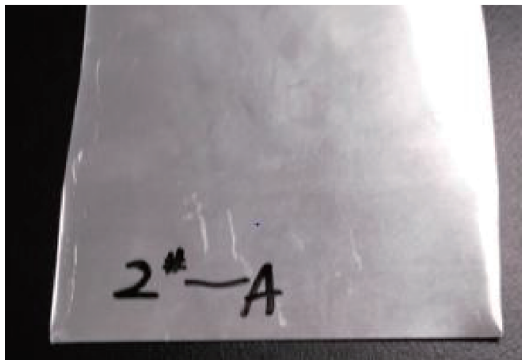
氩气流量：分析 10 L/Min；待机 0.5 L/Min；休眠 0.2 L/Min

对电极：钨电极 90° 锥角，电极间隙距 3 mm

1.2 分析条件及方法

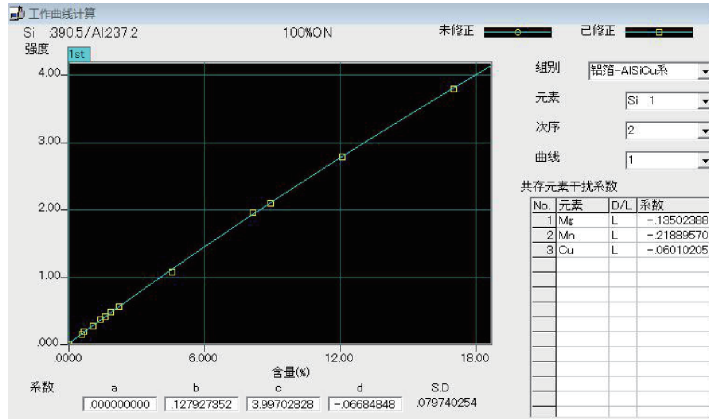
根据复合材料特征：复合层总厚度 0.6 mm，上、下外层 (0.085~0.092 mm)，内层为锌合金样品 (0.4 mm 左右) 的三层复合压制而成。若采用常规标准分析方法来激发样品，势必造成复合外层被击穿，进一步使得内层锌合金被激发，那样的话势必会导致复合外层铝合金样品的分析结果不准确；所以只有通过多次优化选择合适分析条件，确保分析复合外层 (超薄) 铝合金样品不被击穿。鉴于此分别从仪器硬件上面、软件上面对激发光源、激发频率及预燃积分脉冲时间等进行优化，选定特定分析激发条件，按照标准制作工作曲线的步骤进行分析操作，利用进口、国产相关铝合金标准样品，制作 AISiCu 系铝箔分析组标准工作曲线，然后分析复合夹层材料铝合金样品。

1.3 样品图片

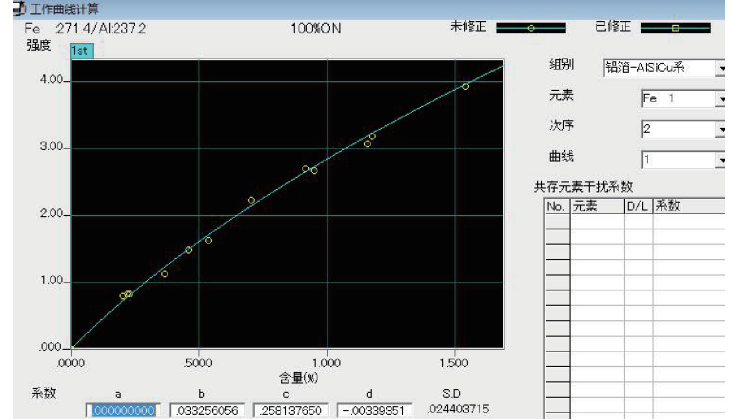


分析元素工作曲线

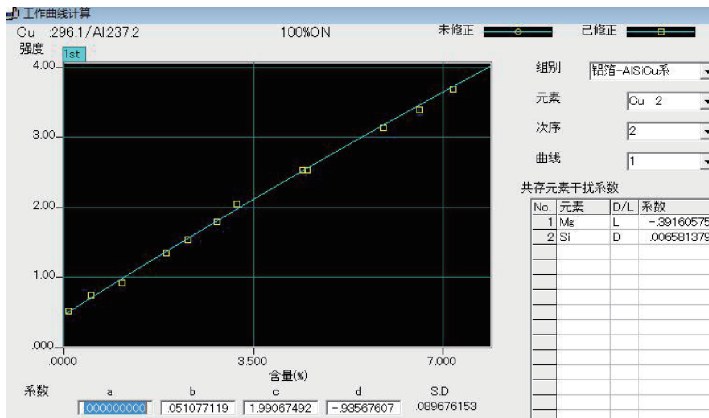
Si 元素标准工作曲线



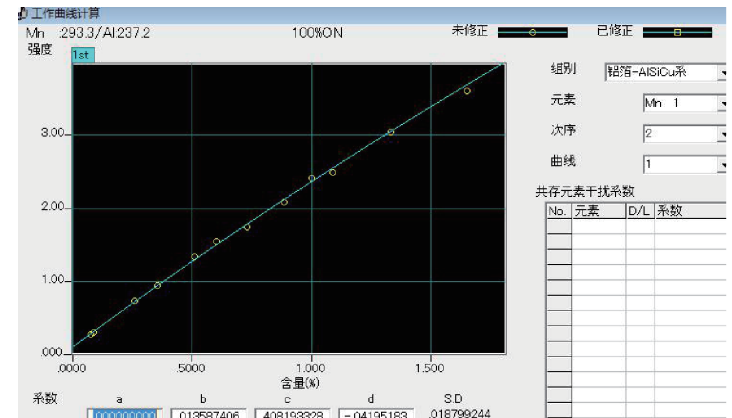
Fe 元素标准工作曲线



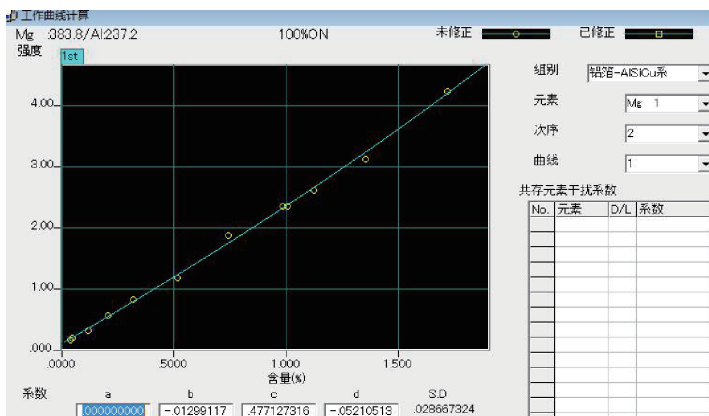
Cu 元素标准工作曲线



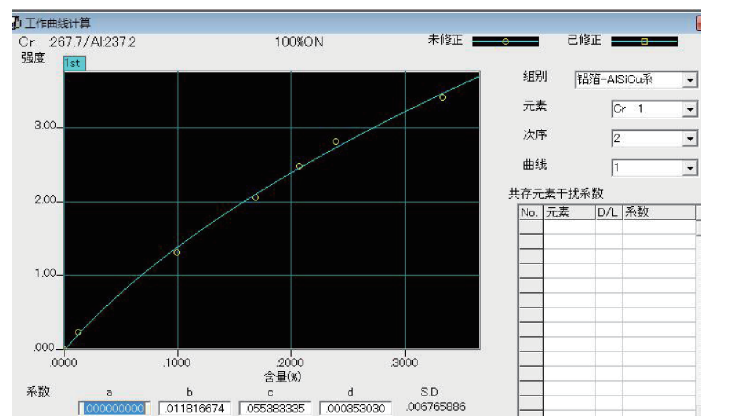
Mn 元素标准工作曲线



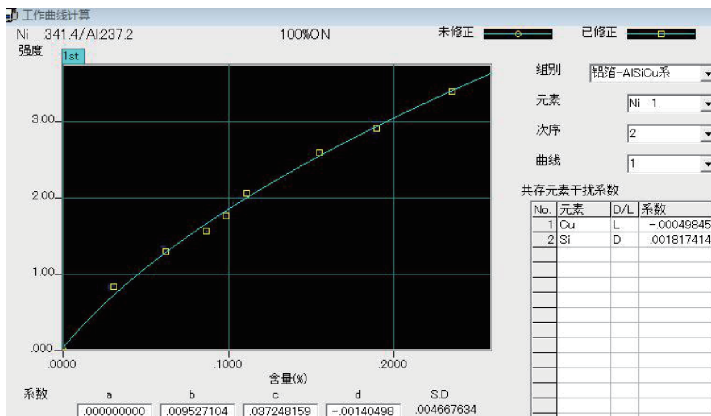
Mg 元素标准工作曲线



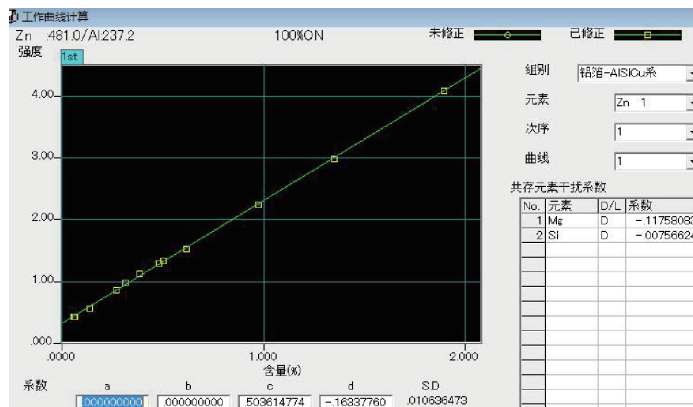
Cr 元素标准工作曲线



Ni 元素标准工作曲线



Zn 元素标准工作曲线



■ 分析方法的短期精度

2.1 装置及条件

该法在分析复合多层材料 1-A-B 样品 (1 号样品上下面) 时, 连续激发 10 次, 由于复合多层样品的上下表面太薄 (0.09 mm 左右), 分析结果波动相对较大导致出现个别元素的短期精度 STD 超出 PDA-7000 要求精度的 3 倍精度 (3δ); 总体来看分析结果达到客户分析预期效果, 能够满足客户生产分析要求!

1 复合多层材料外表面(0.09 mm)2-A-B样品的短期精度如下表:

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Sr
N=1	9.513	0.202	0.097	ND	1.368	0.0060	0.0165	0.0128	0.0049	0.0052
N=2	9.466	0.202	0.097	ND	1.361	0.0062	0.0165	0.0137	0.0049	0.0053
N=3	9.564	0.203	0.104	ND	1.381	0.0061	0.0166	0.0136	0.0048	0.0052
N=4	9.469	0.206	0.126	ND	1.350	0.0060	0.0168	0.0145	0.0047	0.0052
N=5	9.416	0.206	0.105	ND	1.363	0.0061	0.0164	0.0126	0.0052	0.0053
N=6	9.418	0.199	0.108	ND	1.373	0.0060	0.0161	0.0132	0.0047	0.0052
N=7	9.400	0.199	0.101	ND	1.368	0.0061	0.0162	0.0133	0.0048	0.0052
N=8	9.513	0.201	0.102	ND	1.381	0.0061	0.0163	0.0125	0.0048	0.0053
N=9	9.458	0.209	0.110	ND	1.359	0.0060	0.0163	0.0127	0.0047	0.0052
N=10	9.567	0.203	0.098	ND	1.362	0.0061	0.0164	0.0126	0.0049	0.0052
Ave.	9.478	0.203	0.105	ND	1.366	0.0061	0.0164	0.0131	0.0048	0.0052
STD	0.0596	0.0031	0.0087	0	0.0098	0.0001	0.0002	0.0006	0.0001	0.0000
CV	0.6291	1.5472	8.3247	0	0.7147	0.9396	1.3110	4.7458	2.7284	0.5126
3 δ 标准	0.099	0.009	0.0042	0	0.031	0.0005	0.0012	0.0008	0.0002	0.0009

2 复合多层材料外表面(0.09 mm)1-A-B样品的短期精度如下表:

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Sr
N=1	9.577	0.239	0.102	ND	1.367	0.0066	0.0340	0.0357	0.0053	0.0052
N=2	9.483	0.203	0.100	ND	1.366	0.0061	0.0165	0.0161	0.0051	0.0053
N=3	9.510	0.203	0.103	ND	1.383	0.0061	0.0163	0.0146	0.0049	0.0052
N=4	9.436	0.210	0.096	ND	1.347	0.0059	0.0158	0.0116	0.0047	0.0052
N=5	9.407	0.203	0.096	ND	1.372	0.0061	0.0161	0.0145	0.0050	0.0052
N=6	9.621	0.204	0.107	ND	1.368	0.0060	0.0164	0.0099	0.0048	0.0052
N=7	9.530	0.198	0.098	ND	1.355	0.0059	0.0160	0.0093	0.0046	0.0052
N=8	9.534	0.205	0.107	ND	1.354	0.0062	0.0164	0.0133	0.0049	0.0053
N=9	9.584	0.211	0.097	ND	1.343	0.0062	0.0162	0.0123	0.0056	0.0053
N=10	9.604	0.217	0.095	ND	1.331	0.0062	0.0162	0.0116	0.0058	0.0053
Ave.	9.528	0.209	0.100	ND	1.359	0.0061	0.0180	0.0149	0.0050	0.0052
STD	0.0711	0.0116	0.0045	0	0.0155	0.0002	0.0056	0.0076	0.0004	0.0000
CV	0.7463	5.5222	4.5151	0	1.1421	3.3819	31.304	51.158	7.8869	0.8181
3 σ 标准	0.099	0.009	0.0045	0	0.031	0.0005	0.0012	0.0008	0.0002	0.0009

注：“3 σ 标准”表示按照标准规格样品分析时，岛津PDA-7000的验收标准要求。

■ 分析方法结论

1、在应对复合多层材料试样(分析层 0.09 mm 厚度)的主要元素及杂质元素的光谱分析时,试样的制备非常关键,样品用砂纸轻微打磨复合外层铝合金表面氧化层,严禁强力打磨,否则会打磨掉复合层表面厚度,导致在激发样品时击穿外表层而激发到内层,使得分析结果严重错误!!且要求经过打磨后的样品表面必须要用无水乙醇清洁分析表面,达到符合光谱分析要求后待分析。

2、氙气的纯度和流量将影响 0.09 mm 厚度的 AlSiCu 系复合外层铝合金样品,由于 Si 含量较高难激发,为确保样品能够激发完全,确保待分析的杂质元素分析精度,必须要确保使用 99.999% 以上的高纯氙气来提高改善微量元素的分析精度。

3、该方法测定 0.09 mm 厚度复合多层外表层铝合金样品的主要元素的分析完全能够满足客户分析预期要求,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,是一种较理想的复合多层材料(分析层 0.09 mm 厚度)铝合金样品的快速分析方法。