

直读光谱分析铸铁中的常规元素

PDA-009

摘要：参考国标《GB/T24234-2009 铸铁 多元素含量的测定 火花放电原子发射光谱法（常规法）》，利用岛津 PDA-5500S 直读光谱仪建立了低合金铸铁常规元素的分析方法，并评价了该方法的短期精度、重复性和再现性。

关键词：PDA 直读光谱 OES 铸铁 生铁

铸铁一般指含碳量在 2% 以上的铁碳合金的总称，由生铁、废钢和铁合金按比例配合冶炼而成，根据碳在铸铁中存在的形态和石墨形状不同，常分为白口铸铁、灰口铸铁、可锻铸铁、球墨铸铁和合金铸铁等。

由于电火花的放电特性，直读光谱只能分析白口铸铁，其它铸铁可用专用的取样模具，在取样时让其转化为白口铸铁，这一过程叫“白口化”，白口化后的铸铁

或生铁，也可用于直读光谱分析，“白口化”的程度直接影响分析数据的稳定性和准确度。

捷克产的低合金铸铁 CDK241~249 标样，白口化程度好，包含元素多，线性梯度好，本文选用此套标建立了工作曲线，并验证了该方法的短期精度、重复性和再现性。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 PDA-5500S 直读光谱仪
日本淀川 FS-3NS 型砂带研磨机
砂带磨料 ZrO_2 ，40 目



1.2 分析条件

氩气纯度：>99.999 %
分析流量：10 L/min
内标元素：Fe 287.2
光源条件：SEQ1Combined Spark200 Hz、SEQ2 Normal Spark200 Hz、SEQ3Combined Spark200 Hz
预燃时间：2000 脉冲
积分时间：1200 脉冲

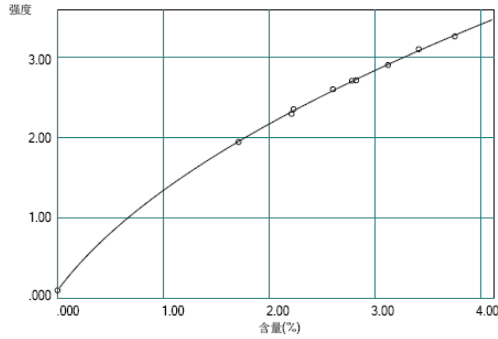
1.3 样品制备

因白口化后的铸铁质地很硬，一般不能用车床和铣床加工，可以使用专用的砂轮磨样机。如果使用砂带磨样机，推荐使用 40 目的砂带。本文采用日本淀川 FS-3NS 型砂带研磨机加工样品。

结果与讨论

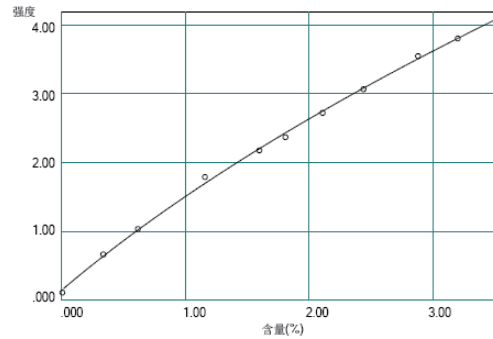
2.1 工作曲线

用选定标样按本方法条件建立工作曲线，曲线线性良好，主要元素工作曲线见下图：



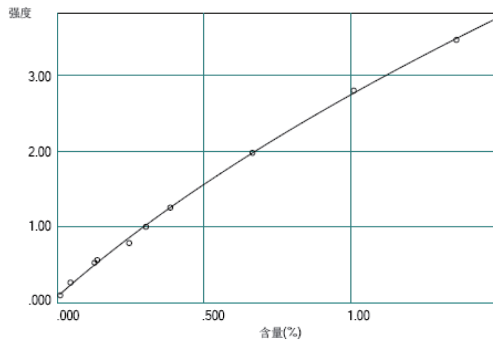
[系数] a b c d S.D
.000000000 .195428392 .519738391 -.05301128 .027541216

C元素工作曲线 (193.0 nm)



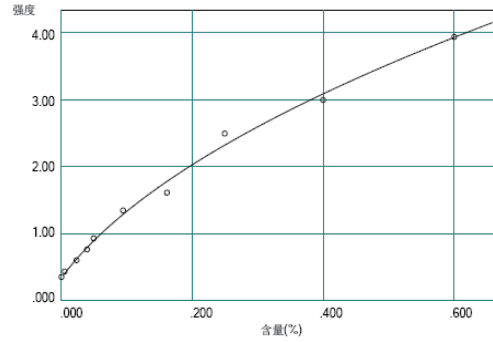
[系数] a b c d S.D
.000000000 .060822935 .632488807 -.08878665 .044874730

Si元素工作曲线 (212.4 nm)



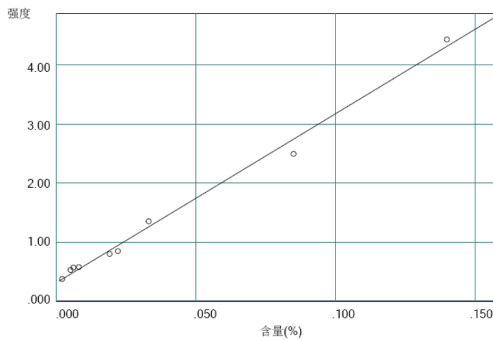
[系数] a b c d S.D
.000000000 .032408753 .285550427 -.02520763 .013620217

Mn元素工作曲线 (293.3 nm)



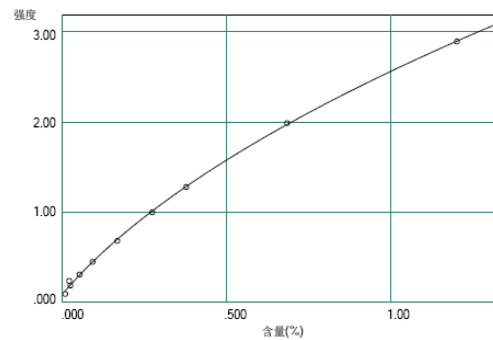
[系数] a b c d S.D
.000000000 .025577665 .057727792 -.02166765 .017043180

P元素工作曲线 (178.3 nm)



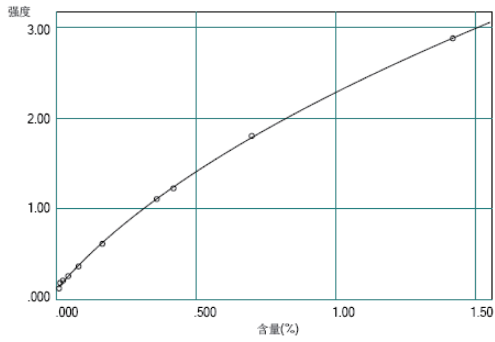
[系数] a b c d S.D
.000000000 .000000000 .035033277 -.01115552 .004395269

S元素工作曲线 (180.7 nm)



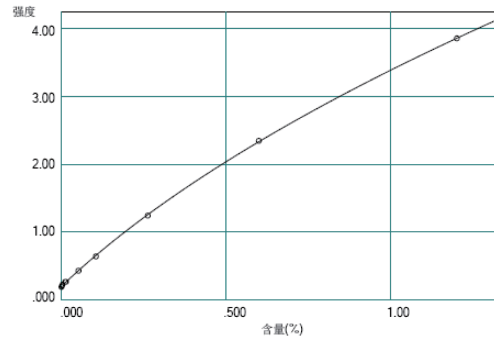
[系数] a b c d S.D
.000000000 .069405403 .219354182 -.01892540 .007738067

Cr元素工作曲线 (267.7 nm)



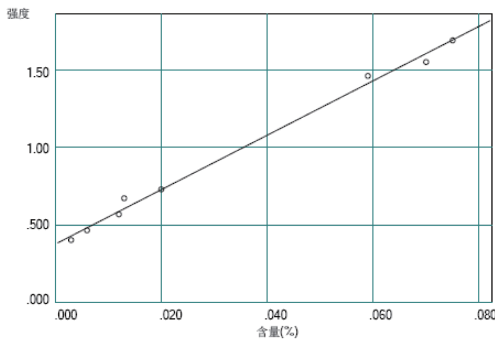
[系数]
a .000000000 b .086807625 c .253688548 d -.02885139 S.D .006596505

Ni元素工作曲线 (231.6 nm)



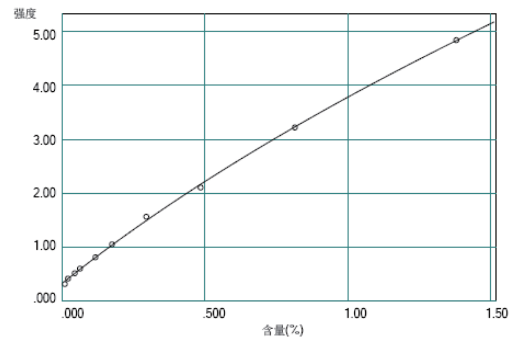
[系数]
a .000000000 b .030898070 c .202839962 d -.04091231 S.D .003050226

Mo元素工作曲线 (202.0 nm)



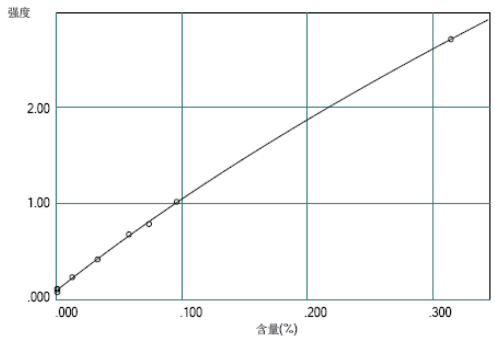
[系数]
a .000000000 b .000000000 c .056923392 d -.02145338 S.D .002475097

Al元素工作曲线 (394.4 nm)



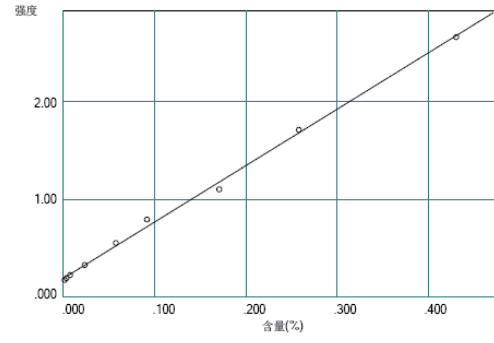
[系数]
a .000000000 b .016024737 c .223571319 d -.07444193 S.D .011133518

Cu元素工作曲线 (224.2 nm)



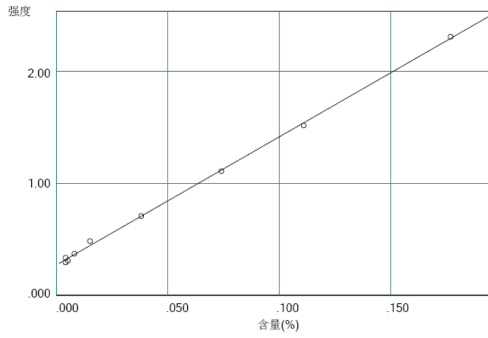
[系数]
a .000000000 b .009251626 c .094598428 d -.00895469 S.D .001728433

Ti元素工作曲线 (337.2 nm)



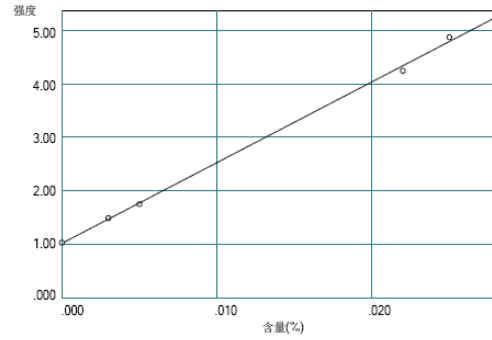
[系数]
a .000000000 b .000000000 c .172710704 d -.03245099 S.D .007754247

V元素工作曲线 (311.0 nm)



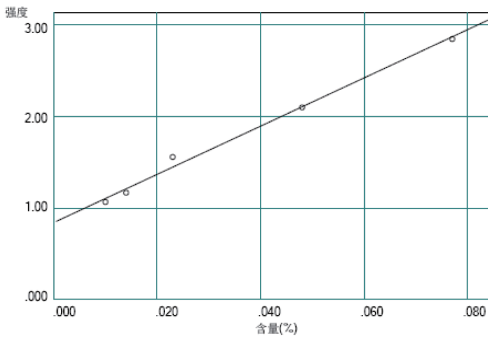
[系数] a b c d S.D
.000000000 .000000000 .087758600 -.02396742 .002065395

Sn元素工作曲线 (189.9 nm)



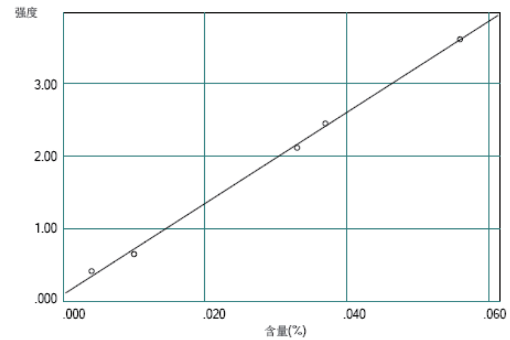
[系数] a b c d S.D
.000000000 .000000000 .006640985 -.00680156 .000491843

La元素工作曲线 (408.6 nm)



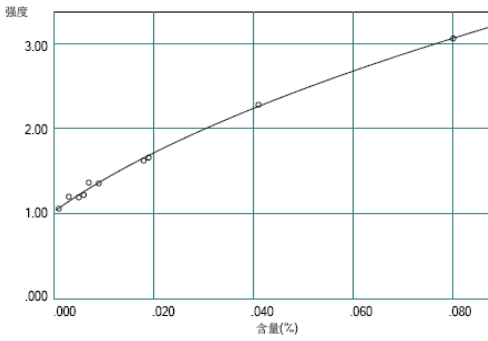
[系数] a b c d S.D
.000000000 .000000000 .037915795 -.03184344 .002780879

Ce元素工作曲线 (413.7 nm)



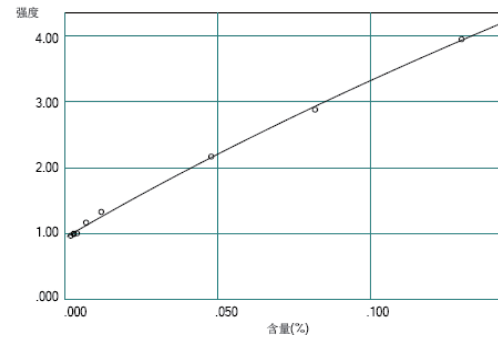
[系数] a b c d S.D
.000000000 .000000000 .016024126 -.00158624 .001079727

Mg元素工作曲线 (383.8 nm)



[系数] a b c d S.D
.000000000 .007690007 .007893590 -.01617918 .001214383

As元素工作曲线 (197.2 nm)



[系数] a b c d S.D
.000000000 .002259163 .032349585 -.03223696 .001838978

Sb元素工作曲线 (187.1 nm)

2.2 测试数据

选用 CDK244 标样作为验证样，连续测试 10 次，统计标准偏差和相对标准偏差，见下表：

表1 标样CDK244短期精度统计 (%)

元素	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Al	Cu	Ti
N=1	2.638	2.079	0.669	0.023	0.017	0.271	0.358	0.053	0.066	0.312	0.035
N=2	2.631	2.066	0.662	0.022	0.016	0.267	0.355	0.052	0.065	0.311	0.033
N=3	2.582	2.090	0.662	0.022	0.017	0.264	0.357	0.052	0.067	0.312	0.032
N=4	2.660	2.088	0.661	0.022	0.017	0.266	0.358	0.052	0.067	0.314	0.033
N=5	2.632	2.073	0.663	0.022	0.018	0.271	0.353	0.052	0.066	0.307	0.033
N=6	2.599	2.076	0.664	0.022	0.017	0.266	0.359	0.051	0.068	0.313	0.031
N=7	2.601	2.070	0.663	0.022	0.018	0.268	0.356	0.052	0.067	0.312	0.032
N=8	2.611	2.052	0.665	0.023	0.018	0.271	0.356	0.053	0.066	0.311	0.033
N=9	2.661	2.047	0.673	0.023	0.017	0.277	0.354	0.053	0.065	0.308	0.034
N=10	2.638	2.055	0.670	0.023	0.018	0.273	0.355	0.053	0.064	0.308	0.034
AVE	2.625	2.070	0.665	0.022	0.017	0.269	0.356	0.052	0.066	0.311	0.033
R	0.079	0.043	0.012	0.001	0.002	0.013	0.006	0.002	0.004	0.007	0.003
SD	0.027	0.015	0.0042	0.0003	0.0006	0.004	0.002	0.0007	0.0013	0.0024	0.0012
RSD	1.01	0.71	0.64	1.47	3.59	1.47	0.54	1.29	1.94	0.78	2.90

续表1 标样CDK244测试精度统计 (%)

元素	Nb	W	V	B	As	Sn	Mg	La	Ce	Sb	Zn
N=1	0.0035	0.053	0.0017	0.085	0.041	0.180	0.032	0.0050	0.0129	0.0021	0.019
N=2	0.0032	0.052	0.0012	0.085	0.042	0.179	0.032	0.0047	0.0117	0.0021	0.018
N=3	0.0033	0.052	0.0011	0.083	0.040	0.175	0.031	0.0049	0.0121	0.0016	0.018
N=4	0.0035	0.052	0.0011	0.083	0.041	0.177	0.032	0.0049	0.0120	0.0022	0.018
N=5	0.0033	0.051	0.0012	0.087	0.042	0.173	0.032	0.0049	0.0125	0.0021	0.017
N=6	0.0037	0.052	0.0010	0.082	0.039	0.170	0.031	0.0047	0.0121	0.0023	0.017
N=7	0.0035	0.052	0.0010	0.085	0.044	0.175	0.033	0.0050	0.0126	0.0029	0.018
N=8	0.0034	0.053	0.0012	0.087	0.042	0.176	0.032	0.0048	0.0122	0.0016	0.018
N=9	0.0034	0.053	0.0010	0.089	0.042	0.176	0.032	0.0048	0.0118	0.0023	0.017
N=10	0.0033	0.053	0.0010	0.087	0.042	0.174	0.033	0.0050	0.0125	0.0021	0.017
AVE	0.0034	0.052	0.0011	0.085	0.042	0.175	0.032	0.0049	0.0122	0.0021	0.018
R	0.0005	0.002	0.0007	0.007	0.005	0.009	0.003	0.0004	0.0013	0.0013	0.002
SD	0.0001	0.0007	0.0002	0.0022	0.0013	0.0027	0.0008	0.0001	0.0004	0.0004	0.0007
RSD	4.00	1.30	18.88	2.54	3.10	1.53	2.45	2.51	3.25	17.16	3.79

从表 2 和表 3 的统计结果可以看出, CDK244 标样分析结果的重复性和再现性远小于 GB/T24234-2009 中规定的上限值, 说明定本方法有很好的分析精度。

■ 结论

使用岛津 PDA-5500S 直读光谱仪, 分析低合金铸铁样品, 有很好的分析稳定性, 分析数据的重复性和再现性指标完全满足 GB/T24234-2009 中的规定, 可以为铸铁样品的常规分析, 提供有效的检测手段。