

PDA-8000 直读光谱仪测定纯铁中杂质元素的含量

PDA-030

摘要：纯铁中杂质元素的含量都比较低，一般在几十个 ppm 左右，有的甚至不足 1 ppm，采用常规的检测手段很难达到理想的效果。本文使用岛津 PDA-8000 直读光谱仪，以市售纯铁标样为主建立专用工作曲线，测定了纯铁中 C、Si、Mn、P、S、Cr、Ni、Cu、N 等杂质元素的含量，并评价了该方法的精密度。

关键词：纯铁 杂质元素 直读光谱 PDA-8000

技术特点：

- ❖ 实时放电监控、内标元素监控、脉冲分布测光等先进技术保证了超低含量分析的稳定性。
- ❖ 专用工作曲线在应对特定材料时针对性更好。

钢和铁的区别主要是碳含量的不同，一般把碳含量大于 2% 的称为铁，把碳含量小于 2% 的称为钢，但随着各元素含量进一步降低，铁含量达到 99.5% 以上时，一般称为纯铁。纯铁不是一般意义上的“铁”，而是一种碳和其它杂质元素含量都很低的钢。纯铁质地软、韧性大、电磁性能很好，广泛应用于电子电工、磁性材料、继电器、汽车制动器等，也常用于冶炼精密合金、高温合金、超低碳不锈钢等。

由于纯铁中杂质元素含量都很低，如果采用常规化学分析方法，费时费力，很难满足纯铁生产过

程中质量控制的要求。直读光谱仪具有分析速度快、灵敏度高的特点，在金属材料成分检测方面有其特有的优势。

PDA-8000 直读光谱仪作为岛津系列直读光谱仪的旗舰产品，采用了实时放电监控、内标元素监控、脉冲分布测光等先进技术，保证了超低含量元素分析的稳定性。本文使用岛津 PDA-8000 直读光谱仪，以市售纯铁标样为主建立专用工作曲线，测定了纯铁中 C、Si、Mn、P、S、Cr、Ni、Cu、N 等杂质元素的含量，并评价了该方法的精密度。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 PDA-8000 光电直读光谱仪
STC-TS2D 光谱铣样机

1.2 分析条件

氩气纯度：≥99.999 %
分析流量：10 L/min
冲洗时间：3 s
内标元素：Fe 287.2 nm、187.8X2 nm
放电频率：300 Hz
放电能量：0.2 J



预燃时间：1000 脉冲
积分时间：1200 脉冲

■ 样品前处理

将样品用光谱铣样机铣出平面后直接在 PDA-8000 直读光谱仪上测量。由于纯铁质地较软，若使用常规磨样机打磨分析面，磨料可能会嵌入分析面，在检测超低含量元素时，会带来较大的影响，本文使用专用铣样机来加工样品，避免对检测带来影响。

■ 结果与讨论

3.1 标准样品

因市售成套的纯铁标样较少，本文以日本产碳素钢微量元素套标 SWL-01~SWL-10 和市售纯铁控样为主建立工作曲线，个别元素使用大冶钢铁低合金钢套标 GSB H40072-94 扩充曲线含量范围。由于纯铁各元素含量较低，元素之间的干扰较小，本文没有进行共存元素干扰校正。

3.2 工作曲线

使用选定的标样建立工作曲线，各元素曲线线性良好，主要元素工作曲线见下图：

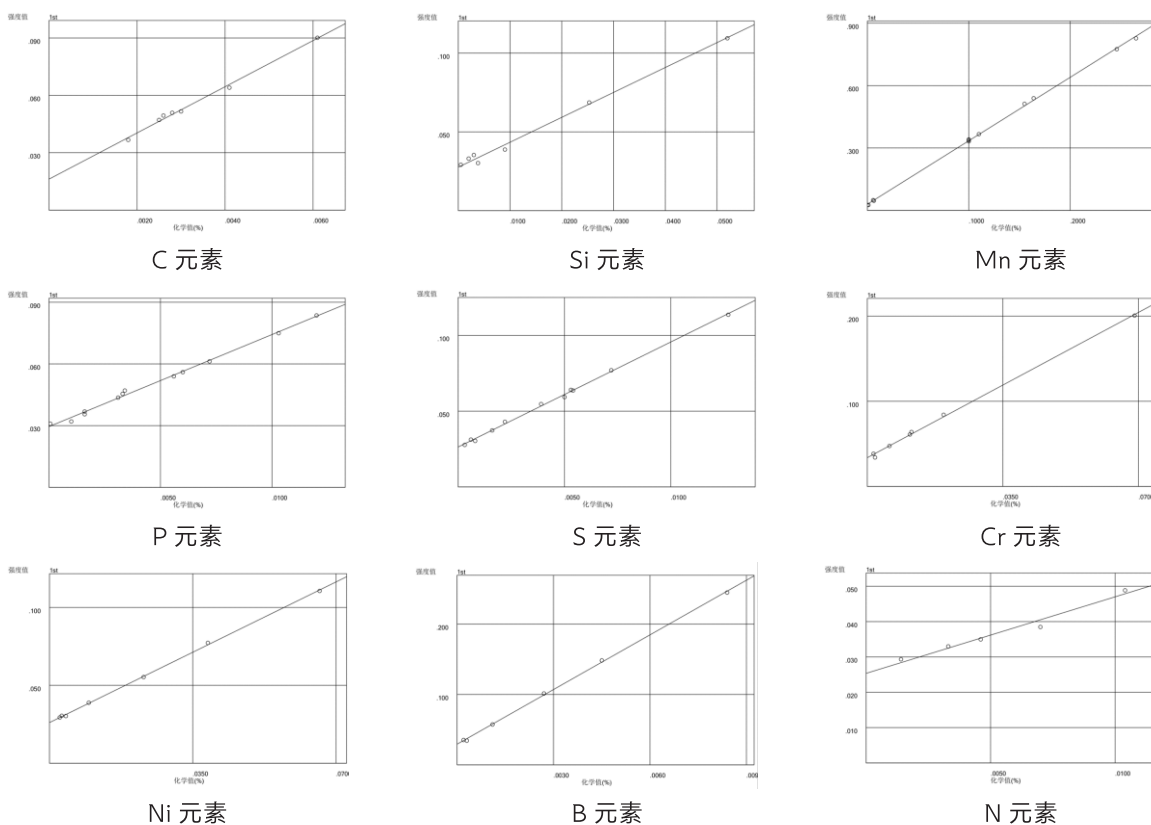


图 1 部分元素工作曲线

3.3 精密度实验

用超低碳钢标样 YSBS17125-2007，连续测量 10 次，统计标准偏差和相对标准偏差，见下表：

表 1 精密度实验结果 (%)

序号	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr
N=1	0.0030	0.0088	0.262	0.0089	0.0047	0.0058	0.0053	0.0116
N=2	0.0027	0.0088	0.262	0.0090	0.0048	0.0057	0.0053	0.0114
N=3	0.0030	0.0089	0.263	0.0090	0.0047	0.0057	0.0051	0.0115
N=4	0.0027	0.0089	0.262	0.0089	0.0046	0.0058	0.0053	0.0115
N=5	0.0028	0.0089	0.263	0.0089	0.0047	0.0057	0.0052	0.0115
N=6	0.0027	0.0088	0.261	0.0085	0.0045	0.0056	0.0050	0.0114

N=7	0.0028	0.0088	0.263	0.0089	0.0047	0.0057	0.0051	0.0115
N=8	0.0027	0.0088	0.264	0.0091	0.0047	0.0057	0.0051	0.0115
N=9	0.0028	0.0088	0.263	0.0089	0.0046	0.0058	0.0051	0.0116
N=10	0.0029	0.0089	0.263	0.0089	0.0047	0.0059	0.0053	0.0115
AVE	0.0028	0.0088	0.263	0.0089	0.0047	0.0057	0.0052	0.0115
R	0.0004	0.0002	0.003	0.0006	0.0003	0.0002	0.0003	0.0002
SD	0.00013	0.00006	0.0009	0.00016	0.00008	0.00007	0.00011	0.00005
RSD (%)	4.64	0.67	0.33	1.79	1.64	1.26	2.23	0.45

续表 1 精密度实验结果 (%)

序号	Sn	As	Ti	V	Mo	Nb	B	N
N=1	0.0012	0.0019	0.00167	0.0015	0.0016	0.0010	0.00008	0.0035
N=2	0.0013	0.0019	0.00167	0.0013	0.0014	0.0009	0.00009	0.0036
N=3	0.0012	0.0019	0.00168	0.0015	0.0014	0.0009	0.00008	0.0034
N=4	0.0012	0.0019	0.00167	0.0014	0.0014	0.0009	0.00009	0.0033
N=5	0.0012	0.0018	0.00169	0.0014	0.0014	0.0009	0.00009	0.0034
N=6	0.0012	0.0018	0.00166	0.0014	0.0014	0.0009	0.00006	0.0031
N=7	0.0012	0.0018	0.00168	0.0014	0.0014	0.0009	0.00008	0.0032
N=8	0.0013	0.0018	0.00170	0.0015	0.0015	0.0009	0.00009	0.0034
N=9	0.0013	0.0019	0.00168	0.0015	0.0015	0.0010	0.00009	0.0033
N=10	0.0013	0.0019	0.00168	0.0014	0.0014	0.0009	0.00009	0.0032
AVE	0.0012	0.0019	0.00168	0.0014	0.0014	0.0009	0.00008	0.0034
R	0.0001	0.0002	0.00005	0.0002	0.0002	0.0001	0.00003	0.0005
SD	0.00003	0.00006	0.00001	0.00005	0.00007	0.00003	0.00001	0.00015
RSD (%)	2.55	3.48	0.78	3.80	4.91	2.91	9.72	4.37

从表 1 的统计数据可以看出，各元素连续 10 次分析的标准偏差，均小于 T/CSTM 00010.2—2017《钢铁多元素含量的测定 火花放电原子发射光谱法（常规法） 第 2 部分：非合金钢》中规定的重复性限 r 的 0.52 倍，精密度良好，完全满足于纯铁的检测需求。

■ 结论

岛津 PDA-8000 直读光谱仪采用了实时放电监控、内标元素监控、脉冲分布测光等先进技术，保证了超低含量元素分析的稳定性。本文使用岛津 PDA-8000 直读光谱仪，以市售纯铁标样为主建立专用工作曲线，分析了纯铁中的 C、Si、Mn、P、S、Cr、Ni、Cu、N 等杂质元素的含量，工作曲线线性好，精密度高，是纯铁成分检测的理想选择。

岛津应用云

