



超硬材料是指以金刚石为代表的具有很高硬度物质的总称。习惯上把金刚石和硬度接近于金刚石硬度的材料称为超硬材料。

中国的超硬材料研究和产业发展十分迅速，目前已经成为全球最大的单晶超硬材料生产国，金刚石产量占全世界 90% 以上，立方氮化硼产量占 60% 以上，在国际超硬材料行业内扮演着至关重要的角色。

常见的超硬材料包括金刚石（CD）、立方氮化硼（CBN）以及氮化碳（ $C_3N_4$ ）等，因其优异的物理特性成为了最硬的工业材料。相比硬质合金，人造超硬材料具有优异的力学性能、散热速度、热稳定性等特性，被广泛应用于精密仪器、高精度电子加工工业和尖端科学领域，已经成为当代工业领域无法代替的新型材料，对于国民经济发展、国家科技创新及制造业高速发展起到了重要支撑作用。

钢研纳克检测技术股份有限公司始终致力于检测科技、分析仪器的研究与开发，根据超硬材料行业的检测需求，推出了红外碳硫分析仪、氧氮分析仪、电感耦合等离子光谱仪等分析检测仪器，为我国超硬材料技术向更高的层次发展提供强有力的检测保障。



# 目录 ▼

## CONTENTS



**P**<sub>2—5</sub>

### 超硬材料行业检测仪器介绍

CS-3000 红外碳硫分析仪

ON-3000 氧氮分析仪

Plasma 2000 全谱电感耦合等离子体原子发射光谱仪

Plasma 1000 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

**P**<sub>6—13</sub>

### 应用报告

CS-3000 红外碳硫分析仪测定氮化硼中碳含量

ON-3000 氧氮分析仪测定金刚石微粉中的氧氮含量

Plasma 2000 全谱电感耦合等离子体原子发射光谱仪微波消解法测定氮化硼中的硼、钙、镁、钠、铁元素

Plasma 1000 电感耦合等离子体原子发射光谱仪在人造金刚石元素测定中的应用



## CS-3000 红外碳硫分析仪

NCS TESTING TECHNOLOGY CO., LTD.

### 分析原理

样品和助熔剂放置在陶瓷坩埚内，在高频炉内通氧气燃烧，碳和硫分别生成  $\text{CO}_2$ 、 $\text{SO}_2$  析出，通过红外线吸收方法测定燃烧气体中的  $\text{CO}_2$ 、 $\text{SO}_2$  浓度，计算出样品中的碳含量和硫含量。

### 技术优势

- ❖ 原装进口的固态红外检测部件，瑞士进口同步电机，美国进口抗氧化、稳定红外光源
- ❖ 先进的红外恒温控制技术，确保测量精度
- ❖ 分析气流量采用高精度电子流量控制技术
- ❖ 独具特色的计算机软件，一流的线性化处理效果，丰富的自诊断功能
- ❖ 多重的熔毁保护电路，全密封零死体积测量气路
- ❖ 进口专用金属粉尘过滤网，易拆卸，清扫方便

### 技术参数

- ❖ 测量范围：低碳 0.0001-0.2% 高碳 -6%  
低硫 0.0001-0.3%  
注：改变称样量可扩大分析范围
- ❖ 灵敏度：碳 0.00001% 硫 0.00001%
- ❖ 精度（样品检测）：低碳：0.0001% 或 0.5%（相对标准偏差）  
高碳：0.001% 或 0.5%（相对标准偏差）  
低硫：0.0001% 或 0.5%（相对标准偏差）
- ❖ 分析时间：40 秒
- ❖ 重量：约 90kg
- ❖ 尺寸：宽 570mm 高 770mm 厚 790mm

# Superhard material industry testing instrument is introduced

## 超硬材料行业检测仪器介绍



## ON-3000 氧氮分析仪

NCS TESTING TECHNOLOGY CO., LTD.

### 分析原理

样品在脉冲炉高温下反应，使得样品中的 O、N 氧化为 CO，N<sub>2</sub>，所生成的产物通过除尘装置（玻璃棉）除尘后被载气带入到加热的催化炉中 CO 被氧化成 CO<sub>2</sub>，然后被载气带入到红外检测池测 CO<sub>2</sub>。此后，含有 CO<sub>2</sub>，N<sub>2</sub> 的混合气体通过碱石棉和高氯酸镁吸收 CO<sub>2</sub> 和 H<sub>2</sub>O，再进入热导检测池测 N<sub>2</sub>。

### 仪器特点

- ❖ 原装进口的固态红外检测部件，瑞士进口同步电机，美国进口抗氧化、稳定红外光源
- ❖ 先进的红外恒温控制技术，确保测量精度
- ❖ 热导检测器采用抗氧化 NTC 热敏电阻元件；小电流控制技术，防止热敏元件在不通载气条件下氧化
- ❖ 分析气流量采用高精度电子流量控制技术
- ❖ 样品在脉冲电阻炉惰性气体中燃烧温度超过 3000°C
- ❖ 对不同种类样品可以分别建立相应的校准方法及参数，并存储到数据库，分析方法数量不受限制
- ❖ 设有多种分析模式，可分别测定样品中总氧量、总氮量和总氢量以及其中各种氧化物分氧量和各种氮化物分氮量
- ❖ 采用热抽取分析技术，通过在低于熔点的温度下加热样品，测定样品中的残留氢
- ❖ 独具特色的计算机软件，一流的线性化处理效果，丰富的自诊断功能
- ❖ 分析过程中可自动实现从低范围到高范围的通道自动切换
- ❖ 具有测量时间短、灵敏度高、性能好、测量范围宽和分析结果准确可靠等优点

### 仪器参数

- ❖ 测量范围：氧 0.0-2%      氮 0.0-2%
- ❖ 灵敏度：氧 0.1 μg/g      氮 0.1 μg/g
- ❖ 精度：氧 2 μg/g 或 2%      2 μg/g 或 2%
- ❖ 分析时间：一般为 3 分钟
- ❖ 重量：110kg
- ❖ 尺寸：宽 550mm 高 770mm 厚 760mm



# Plasma 2000

## 全谱电感耦合等离子体 原子发射光谱仪

NCS TESTING TECHNOLOGY CO., LTD.

广泛用于地质、冶金、稀土及磁材料、环境、医药卫生、生物、海洋、石油、化工新型材料、核工业、农业、食品商检、水质等各领域及学科样品分析。可快速、准确地检测从微量到常量约 70 种元素。可实现全部金属及部分非金属元素的快速定量分析。

### 仪器特点

- ◆ 光源系统
  - 高效固态射频发生器，体积小，效率高
- ◆ 分光系统
  - 中阶梯光栅与棱镜交叉色散结构，结合大面积 CCD，单次曝光全部谱线同时显示，真正实现“全谱瞬态直读”
- ◆ 检测器
  - 大面阵背照式 CCD 芯片，紫外光谱量子效率高，动态范围大，具有同类产品中最大靶面尺寸，百万级像素， $24\mu\text{m} \times 24\mu\text{m}$  单像素面积，具有更低的噪声和更好的稳定性
- ◆ 进样系统
  - 多通道 12 滚轮蠕动泵，减小样品物理性质差异带来的数据波动
  - 提供 Meinhard 石英雾化器、耐氢氟酸的雾化器供用户选择
  - 提供石英炬管和用于分析含氢氟酸样品的带有陶瓷中心管的石英炬管供用户选择

### 仪器参数

- ◆ 光源
  - 振荡频率：27.12 MHz
  - 输出功率范围：800–1600 W
- ◆ 光学系统
  - 分析谱线范围：165–900 nm
  - 分辨率：200 nm 分辨率为 0.007 nm
  - CCD 像素：1024 × 1024
  - 单像素面积： $24\mu\text{m} \times 24\mu\text{m}$
- ◆ 尺寸：1210mm × 740mm × 800mm (宽 × 深 × 高)
- ◆ 重量：200 kg

## Superhard material industry testing instrument is introduced 超硬材料行业检测仪器介绍



### Plasma 1000 电感耦合等离子体 原子发射光谱仪

NCS TESTING TECHNOLOGY CO., LTD.

广泛用于地质、冶金、稀土及磁材料、环境、医药卫生、生物、海洋、石油化工新型材料、核工业、农业、食品商检、水质等各领域及学科样品分析。可以快速、准确地检测从微量到常量约 70 种元素。

#### 仪器特点

- ◆ 分析流程全自动化控制，实现软件点火、气路智能控制功能
- ◆ 输出功率自动匹配调谐，功率参数程序设定，RF 输出功率的范围：750–1500 W
- ◆ 极小的基体效应
- ◆ 测量范围宽，超微量到常量的分析，动态线性范围 5–6 个数量级
- ◆ 检出限低，可达 ppb 级
- ◆ 良好的测量精度，稳定性相对标准偏  $RSD \leq 1.5\%$ ，优于国家 A 级标准（JJG768–2005）；光电倍增管的负高压可在 0–1000 V 范围内独立可调
- ◆ 高精度的光室恒温系统，保证仪器优良的长短期精度
- ◆ 多通道蠕动泵进样，保证仪器进样均匀，工作稳定

#### 仪器参数

- ◆ 分光系统
  - 光路形式：Czerny–Turner 型
- ◆ 光室恒温：(30 ± 0.2)°C
- ◆ 光栅类型：离子刻蚀全息平面光栅
  - 光栅刻线：2400 条 光谱范围：190~800 nm 分辨率 0.010 nm
  - 光栅刻线：3600 条 光谱范围：190~500 nm 分辨率 0.008 nm
  - 光栅刻线：4320 条 光谱范围：190~420 nm 分辨率 0.006 nm
- ◆ 高频发生器 振荡频率：40.68 MHz
- ◆ 进样系统
  - 进样方式：蠕动泵进样 配有多种雾室（旋流雾室、双筒雾室和耐氢氟酸雾室）
  - 雾化器：同心雾化器
- ◆ 尺寸：1550 mm × 759 mm × 1340 mm（宽 × 深 × 高）
- ◆ 重量：240 kg

超硬材料元素检测解决方案

# CS-3000 红外碳硫分析仪测定氮化硼中碳含量

氮化硼材料拥有较高的原子结合强度，因此具有耐高温、抗热冲击等优良特性，在高温条件下也能保持较好的强度和硬度性。基于这些优势，氮化硼在工业生产中应用广泛。

工业生产中对氮化硼材料的纯度要求较高，要想获得纯净的氮化硼，必须对杂质元素含量进行控制。其中碳、氧杂质含量过多会破坏材料结构，降低品质性能。而在某些情况下，一定的碳、氧含量不影响其功能发挥，并且有利于氮化硼晶体生长。因此碳和氧含量的控制是氮化硼生产中重要的指标。目前高频燃烧红外吸收法以其操作简便、自动化程度高、分析时间短、精度高、性能稳定被广泛采用。本文使用高频红外法对氮化硼中碳进行了测定，对称样量、助熔剂的种类及用量、校准曲线的建立、回收率分别做了实验，最终结果令人满意。



图 1 氮化硼

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

高频红外碳硫分析仪：CS-3000（钢研纳克检测技术股份有限公司）；标准样品：氮化硼 ERM-ED103（w(C) = 0.018% ± 0.002%）；坩埚：1200℃马弗炉中灼烧 2 小时；氧气：纯度 ≥ 99.5%；高氯酸镁：无水、粒状。

### 1.2 实验方法

待仪器稳定后，使用氮化硼标准样品对仪器进行校准。在坩埚中加入 0.03–0.04g 的氮化硼样品，然后加入一定量助熔剂，将坩埚放在坩埚托上，点击开始，软件中自动显示碳的测试结果。

## 2 结果与讨论

### 2.1 检出限

空白主要来自坩埚、助熔剂、氧气及可能被污染的气路等。称取一定量助熔剂，分别进行 11 次测定，标准偏差为 0.00006%，计算空白的 3 倍标准偏差，得到方法的检出限为 0.0002%。

### 2.2 称样量的选择

如图 1 所示，氮化硼难熔且质轻，实验中选用 0.02g–0.05g 对 ERM-ED103（w(C) = 0.018% ± 0.002%）进行分析。数据见表 1，最终选择称样量 0.03g–0.04g。

表 1 称样量实验

称样量 g	测定值 w/%	平均值 w/%	RSD %
0.02	0.0167,0.0188,0.0224,0.0155,0.0201	0.0187	14.53
0.03	0.0171,0.0166,0.0156,0.0174,0.0169	0.0167	4.16
0.04	0.0176,0.0182,0.0167,0.0174,0.0183	0.0176	3.82
0.05	0.0210,0.0171,0.0159,0.0203,0.0153	0.0179	14.39



### 2.3 校准曲线的建立

测试结果基本一致的情况下，称取不同质量的氮化硼标准物质 ERM-ED103 ( $w(C) = 0.018\% \pm 0.002\%$ ) 对仪器进行校准。线性方程  $y = 0.1522x - 0.1287$ ，线性相关系数 0.9992，见图 2。

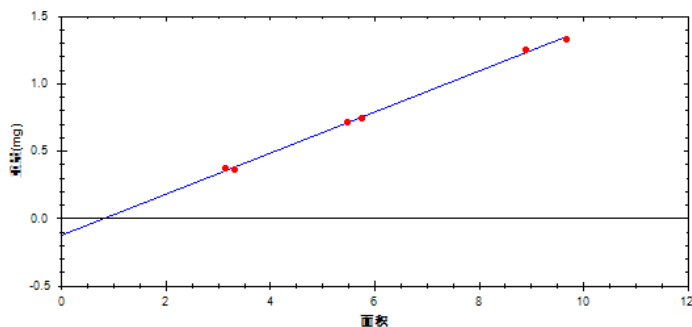


图 2 校准曲线

## 3 精密度及准确度实验

### 3.1 精密度实验

按照方法 0.03-0.04g 氮化硼 + 助熔剂实验，数据见表 2。RSD 小于 4%。

表 2 氮化硼中碳测定结果

样品编号	称样量 g	测定值 W/%	平均值 W/%	RSD %
1#	0.03	0.0244, 0.0224, 0.0248, 0.0242, 0.0238	0.0240	3.88
2#	0.03	0.0485, 0.0456, 0.0487, 0.0479, 0.0476	0.0477	2.56

### 3.2 回收率实验

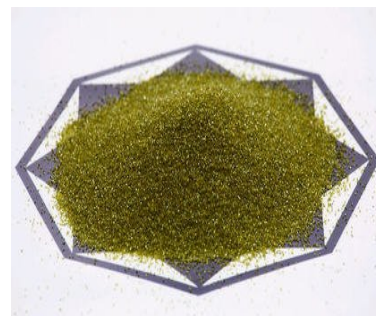
在 1# 氮化硼样品中加入一定量的 ERM-ED103，结果见表 3，回收率为 95%、99%、105%，回收率结果说明文章中方法的测试数据准确可靠。

表 3 回收率实验

试样重 g	试样碳值 %	标样重 g	标样碳值 %	总样重 g	总碳值 %	测量值 %	回收率 %
0.0100	0.0240	0.0299	0.018	0.0399	0.0196	0.0194	99
0.0196	0.0240	0.0200	0.018	0.0396	0.00226	0.0215	95
0.0297	0.0240	0.0100	0.018	0.0397	0.0216	0.0227	105

# ON-3000 氧氮分析仪测定金刚石微粉中的氧氮含量

金刚石微粉由于其硬度高、耐磨性好，可广泛用于切削、磨削、钻探等领域，是研磨抛光硬质合金、陶瓷、宝石、光学玻璃等高硬度材料的理想原料。金刚石微粉的杂质元素主要来自其细化之前的金刚石原料。杂质含量是测评金刚石微粉的一个重要指标，其含量多少直接影响后续工程应用中的使用效果。氮杂质作为人造金刚石的最主要结构缺陷，对晶体本身的光学、热学、电学和机械性能有着重要影响。氧以微量金属氧化物的形式或者以可替代方式固溶存在于人造金刚石中。测定人造金刚石中氧和氮的含量对人们了解氧和氮与人造金刚石性能之间的内在关系有重要的现实意义和经济价值。惰气熔融脉冲加热法是目前测定材料中氧和氮的最常用分析方法。文章使用钢研纳克 ON-3000 氧氮分析仪，以镍囊作为助熔剂和载体，选用合适的钢铁标样绘制氧、氮校准曲线，建立了脉冲加热惰气熔融 - 热导法同时测定金刚石微粉中氧和氮的方法，完全能够满足生产需求。



## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器与材料

仪器：ON-3000 氧氮分析仪，钢研纳克检测技术股份有限公司

电子天平：BS124，Max124g，d=0.1mg，Sartorius

载气：氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ ，减压阀调至 0.25MPa-0.3MPa

动力气：氮气，纯度 $\geq 98.5\%$ ，减压阀调至 0.25MPa-0.3MPa

石墨坩埚：高纯石墨套坩埚

镍囊：高纯免洗镍囊

试剂：稀土氧化铜，无水高氯酸镁，碱石棉（ $\text{CO}_2$  吸收剂），脱脂棉等

标准样品：18X HCX ( $\omega(\text{O}) / \%$ =0.141,  $\omega(\text{N}) / \%$ =0.0111), 18X M3/2 ( $\omega(\text{O}) / \%$ =0.105,  $\omega(\text{N}) / \%$ =0.0269),

18X M3/2-D ( $\omega(\text{O}) / \%$ =0.41,  $\omega(\text{N}) / \%$ =0.042)

### 1.2 实验方法

采用 1.1 节中的氧氮标样建立氧和氮校准曲线，并扣除镍囊及石墨坩埚的氧、氮空白值。设定石墨坩埚预脱气功率为 6.0 kW，分析功率为 5.5 kW，在电子天平上称取 0.02-0.05g 左右的金刚石微粉样品，并将样品放入镍囊中，把样品质量输入氧氮分析仪中，然后进行样品分析，测定样品中氧和氮的含量。

## 2 结果与讨论

### 2.1 工作曲线建立

由于金刚石微粉中氧氮的测定没有相应的标准方法和参考物质，因此本文参考钢铁中氧氮的测定标准，使用钢标准物质进行校正。根据待测样品的含量选择相近含量标准样品 [18X HCX ( $\omega(\text{O}) / \%$ =0.141,  $\omega(\text{N}) / \%$ =0.0111), 18X M3/2 ( $\omega(\text{O}) / \%$ =0.105,  $\omega(\text{N}) / \%$ =0.0269), 18X M3/2-D ( $\omega(\text{O}) / \%$ =0.41,  $\omega(\text{N}) / \%$ =0.042)] 做氧氮通道的校准曲线，氧曲线相关系数 0.9997，氮曲线相关系数 0.9993，线性良好。

### 2.2 分析条件的确定

本次试验均采用 5.5 kW 的分析功率，采用样品装入镍囊后直接投样分析。

### 2.3 检出限的测定

由于样品称样量较少，为了准确测定样品合金中氮的含量，获得低而稳定的空白值是必要的。氮空白值主要是由石墨坩埚、助熔剂、载气以及炉膛空白等引起的。本文在 5.5KW 的分析功率下，将镍囊投入到高纯石墨坩埚中进行测定。实验结果表明，镍囊中氧空白值是 0.0005%，氮空白值是 0.0001%，标准偏差分别为 0.000 07%和 0.000 02%。以空白标准偏差的 3 倍计算出氧和氮检出限分别为 0.000 21%和 0.00006%，以空白标准偏差的 10 倍计算出氧和氮测定下限分别为 0.0007%和 0.0002%。因此，本文实验结果均为扣除空白值的结果。

### 2.4 方法精密度

采用本方法利用在 2.1 所建立工作曲线的条件下，以 3# 样品为例，称取 0.02–0.05g，装入镍囊后投样分析，分析功率 5.5KW，平行测定 9 次，测定结果如表 1 所示。

表 1 精密度实验结果

样品号	氧 Oxygen			氮 Nitrogen		
	测定值 w/%	平均值 w/%	RSD /%	测定值 w/%	平均值 w/%	RSD /%
3#	0.2990,0.2796,0.2951, 0.2820,0.2827,0.2777, 0.2778,0.2915,0.2775	0.2838	2.36	0.0152,0.0143,0.0156, 0.0149,0.0137,0.0143, 0.0154,0.0148,0.0150	0.0148	4.08

从表 1 可以看出，氧和氮测定结果的相对标准偏差 (RSD) 分别小于为 2.36%和 4.08%，满足金刚石微粉中氧和氮的分析要求。

### 2.5 样品分析

采用本方法利用在 2.1 所建立工作曲线的条件下，以 4#、5# 样品为例，称取 0.02–0.05g，装入镍囊后投样分析，分析功率 5.5KW，平行测定 7 次，测定结果与 PMA-1000( 脉冲熔融 – 飞行时间质谱仪 ) 测定氧和氮的参考值进行比对，结果如表 2 所示。

表 2 金刚石微粉中氧氮的测定结果对比

样品名称	脉冲熔融 – 惰气热导法 测定值 w/%		脉冲熔融 – 飞行时间质谱法 测定值 w/%	
	氧 Oxygen	氮 Nitrogen	氧 Oxygen	氮 Nitrogen
4#	0.0202	0.0292	0.0200	0.0294
5#	0.0162	0.0142	0.0165	0.0140

如表 2 所见，采用本文方法使用脉冲熔融 – 惰气热导法和脉冲熔融 – 飞行时间质谱法所测样品的氧和氮的结果基本保持一致。

## 3 结果与讨论

本文研究了惰气熔融 – 热导法测定金刚石微粉中的氧氮含量，研究表明分析功率在 5.5kW，使用镍囊做助熔剂时其结果稳定性较好，氧和氮的释放比较完全且趋于稳定。测定结果与脉冲熔融 – 飞行时间质谱法测定氮的参考值进行比对，结果基本吻合。

# Plasma 2000 全谱电感耦合等离子体原子发射光谱仪 微波消解法测定氮化硼中的硼、钙、镁、钠、铁元素

氮化硼是一类应用广泛的超硬材料，氮化硼中的元素组成与其力学性能和使用寿命息息相关。中国是全球氮化硼第一生产国，相关行业十分关注材料 B/N 比以及微量杂质的含量。目前国内外测定氮化硼中主量和杂质元素的报道很少，采用 ICP-OES 法的文献鲜有报道。本实验采用钢研纳克 Plasma 2000 全谱电感耦合等离子体原子发射光谱仪对六方氮化硼中硼、钙、镁、钠、铁进行测定，优化了样品前处理方法和仪器参数，测试数据准确可靠，结果满意。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器及工作条件

Plasma 2000 型全谱电感耦合等离子体原子发射光谱仪（钢研纳克检测技术股份有限公司）。功率 1050W/1250W；冷却气流量 14L/min，辅助气流量 0.5L/min，载气流量 0.5L/min，蠕动泵泵速 20 r/min。

### 1.2 主要试剂

B、Na、Ca、Fe、Mg 标准储备溶液（国家钢铁材料测试中心）：1000  $\mu\text{g/mL}$

试剂：硝酸、氢氟酸，优级纯，北京化工厂

氩气（北京诚维峰气体有限公司）：纯度大于 99.999%

实验用水为电阻率大于  $18\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}^{-3}$  的超纯水

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 样品的前处理

称取 0.2500g 样品置于微波消解罐中，加入一定量浓硝酸和氢氟酸，按下表条件进行消解。反应完成冷却至 40℃ 以下取出，转移定容至 50ml 容量瓶。微波消解条件如下表。

表 1 微波消解条件

温度	保温时间
120℃	5min
150℃	5min
180℃	5min
200℃	30min

#### 1.3.2 标准溶液系列的配制

表 2 标准曲线含量

	S0	S1	S2	S3	S4	S5
B( $\mu\text{g/mL}$ )	0	30	35	40	50	60
Na( $\mu\text{g/mL}$ )	0	0.02	0.05	0.1	0.5	1
Ca( $\mu\text{g/mL}$ )	0	0.2	0.5	1	5	10
Fe( $\mu\text{g/mL}$ )	0	0.02	0.05	0.1	0.5	1
Mg( $\mu\text{g/mL}$ )	0	0.02	0.05	0.1	0.5	1

2 结果与讨论

2.1 谱线的选择

表 3 元素分析谱线

元素	波长 (nm)
B	249.773
Mg	280.271
Ca	396.847
Fe	238.204
Na	589.592

2.2 校准曲线

按照仪器设定的工作条件对标准溶液系列进行测定，以待测元素质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制校准曲线，结果见表 4，各元素线性良好，可用于测定。

表 4 元素的线性回归方程

元素	线性回归方程	相关系数
B	$y=1085.75*x+136.74$	0.9996
Mg	$y=150998*x+1913.3$	0.9999
Ca	$y=451321*x+21177$	0.9997
Fe	$y=3655.42*x+197.62$	0.9999
Na	$y=211431*x-3200.4$	0.9999

3 样品分析

3.1 标准样品测试结果

按照实验方法测定氮化硼样品中各元素含量，进行精密度试验，结果见表 5。

表 5 精密度和准确度结果

元素	B	Mg	Ca	Fe	Na
测量值 /%	43.1235	0.00558	0.02708	0.00163	0.00168
	43.2986	0.00558	0.02660	0.00162	0.00169
	43.0903	0.00557	0.02683	0.00160	0.00170
	43.6498	0.00551	0.02621	0.00162	0.00163
	43.6001	0.00548	0.02726	0.00158	0.00163
	43.2001	0.00547	0.02647	0.00156	0.00169
	43.5870	0.00544	0.02629	0.00159	0.00167
	43.6008	0.00544	0.02694	0.00156	0.00165
	43.0327	0.00541	0.02747	0.00160	0.00168
	43.8708	0.00548	0.02723	0.00162	0.00167
平均值 /%	43.4054	0.00550	0.02684	0.00160	0.00167
RSD/%	0.6680	1.1288	1.6132	1.5831	1.4798
标样值 /%	43.48 ±0.45	0.0056 ±0.0004	0.0273 ±0.0025	0.0015 ±0.0004	0.0012 ±0.0005

3.2 方法检出限

表 6 微量元素检出限

元素	Mg	Ca	Fe	Na
检出限 /%	0.00003	0.00003	0.00003	0.00006
检测下限 /%	0.0001	0.0001	0.0001	0.0002

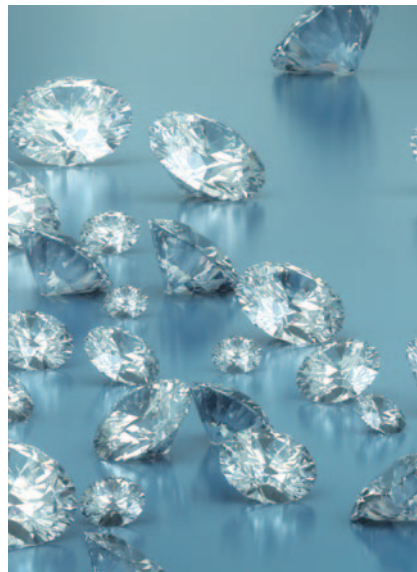
4 结论

本实验采用微波消解-ICP-OES法测定六方氮化硼中的 B、Ca、Mg、Na、Fe 元素，测定结果处于标准样品的参考值范围内，并且 RSD 低于 2%，满足检测要求，可用于六方氮化硼的元素测定。

# Plasma 1000 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 在人造金刚石元素测定中的应用

金刚石是目前发现的世界上最硬的物质。近年来,我国人造金刚石的产量和应用有了很大的发展,金刚石聚合物的复合体也已经应用于航空、汽车、船舶制造、医学、石油化工等众多行业中。研究表明,添加了纳米金刚石的橡胶,抗断裂性能可提高 30%,耐破坏温度可提高 15%。现有的人造金刚石合成技术,通常以 Ni、Co、Mn、Fe 等元素组成的合金为触媒。触媒一般是以 Fe、Ni、Co 为主,或者将其中之一作为基体,其余两种元素作为合金组分,故而在人造金刚石中易于残留 Ni、Co、Mn、Fe 等元素组成的包裹体,而包裹体的分布及其在金刚石中的含量对人造金刚石的各种性能有着重要的影响。因此金刚石中元素的快速分析变得极其重要,并且需要分析其中多种痕量元素。

人造金刚石中杂质元素含量的测定方法主要依靠 X 射线荧光光谱法进行半定量分析,非准确定量,只能提供参考。钢研纳克 Plasma 1000 单道扫描电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (ICP-OES) 具有基体干扰小、检出限低、精密度好、动态线性范围宽等特点,可用于多种元素分析测定。本文使用 Plasma 1000 单道扫描电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定金刚石中 Cr、Mn、Ni、Al、Fe、Mg、Ti 等 7 种痕量元素的方法。研究了样品高温灼烧温度,选择了各元素的最佳分析线,各元素的测定下限在 0.02~1.7  $\mu\text{g/g}$  之间,方法回收率在 90%~106% 之间,检测结果与电感耦合等离子体质谱法对比结果良好。



## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器及工作参数

Plasma 1000 单道扫描电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (钢研纳克检测技术股份有限公司); 高纯氩气 (纯度不小于 99.999%), 光栅为 3600 条/mm。

ICP-OES 工作条件: 发射功率为 1.15 kW; 冷却气流量为 18.0 L/min; 辅助气流量为 0.8 L/min; 载气流量为 0.4 L/min; 观测高度距功率圈上方 12 mm; 蠕动泵泵速为 20 r/min。使用同轴玻璃气动雾化器及旋转雾室, 三层同轴石英炬管, 中心管管径为 1.5 mm。

马弗炉 (天津市福元铭仪器设备有限公司); 铂金坩埚 (35 mL)。

### 1.2 试剂

Cr、Mn、Ni、Al、Fe、Mg、Ti 单元素标准储备溶液 (国家钢铁材料测试中心): 1000  $\mu\text{g/mL}$ ;

盐酸 ( $\rho$  约为 1.18 g/mL), 优级纯;

硫酸 ( $\rho$  约为 1.84 g/mL), 优级纯;

实验用水均为二次去离子水。

### 1.3 样品处理

准确称取 2.0 g (精确至 0.0001 g) 试样, 置于 35 mL 铂金坩埚中, 马弗炉中灼烧等样品部分灰化后取出, 放置至室温。而后使用移液管缓慢加入浓硫酸, 摇匀, 再加入盐酸。为避免铂金坩埚与加热板直接接触加热时产生合金化从而损毁铂金坩埚, 将铂金坩埚套入陶瓷坩埚中, 放置于可控温的

电加热板上。缓慢升温加热至冒尽硫酸烟, 而后取下冷却。将铂金坩埚放置于马弗炉中, 灼烧。取出坩埚, 自然冷却。加入盐酸后放入陶瓷坩埚中, 于加热板上加热溶解残渣, 将溶液转入 25 mL 容量瓶中, 定容, 摇匀, 待测。随同试样做空白试验。

### 1.4 标准溶液系列的配制

取 7 个 100 mL 容量瓶, 分别加入各待测元素的标准溶液, 补加 10 mL 盐酸, 定容, 摇匀。此标准溶液系列中各元素质量浓度相当于样品中各元素含量见表 1。

表 1 标准溶液系列中各元素含量 (单位:  $\mu\text{g/g}$ )

元素 Element	Cr	Mn	Ni	Al	Fe	Mg	Ti
空白	0	0	0	0	0	0	0
标准 1	0.500	1.00	5.00	1.00	80.0	0.100	1.00
标准 2	1.00	5.00	10.0	5.00	150	0.500	5.00
标准 3	3.00	10.0	20.0	10.0	200	1.00	10.0
标准 4	5.00	20.0	30.0	15.0	250	5.00	15.0
标准 5	10.0	40.0	40.0	20.0	300	10.00	20.0
标准 6		80.0	80.0			15.00	

## 2 结果与讨论

### 2.1 分析线

对于同一种元素，ICP-OES 有多条谱线可供选择，但是由于基体的影响和其他元素对待测元素可能产生的干扰，需要对推荐的谱线进行干扰考察和选择。而本方法中由于样品已经进行经过灰化前处理，基体的影响较小，因此实验中不需考虑基体对分析线的影响。

在两个 100 mL 容量瓶中，分别加入 Cr、Mn、Ni、Al、Fe、Mg、Ti 等多种标准溶液，分别配制成两个混合标准溶液，使得两瓶溶液中各元素的质量浓度分别为 1.00 和 10.0 μg/mL。采用仪器扫描图功能，在波长为 Cr 267.716 nm、Cr 283.563 nm、Cr 205.552 nm；Mn 257.610 nm、Mn 293.306nm、Mn 259.373 nm；Ni 221.648 nm、Ni 216.556 nm、Ni 341.476 nm；Al 309.271 nm、Al 396.152 nm、Al 396.401 nm；Fe 259.940 nm、Fe 234.349 nm、Fe 238.204 nm；Mg 279.553 nm、Mg 280.221 nm、Mg 285.213 nm；Ti 334.941 nm、Ti 219.992 nm、Ti 308.802 nm 处扫描，以确定此谱线周围是否有其他元素的干扰及强度情况。光谱扫描后，根据样品中各待测元素的含量及谱线的干扰情况，选其灵敏度适宜、谱线周围背景低且无其他元素明显干扰的谱线作为待测元素的分析线。此外，谱线选择时，应尽量将背景位置定位于基线平坦且无小峰的位置，同时左右背景的平均值尽可能与谱峰背景强度一致。以 Mg 279.553 nm 处谱图为例，1.00 与 10.0 μg/mL 之间有明显梯度其周围无其他元素干扰，谱线左右平坦无小峰，见图 1。各元素的分析谱线见表 3。

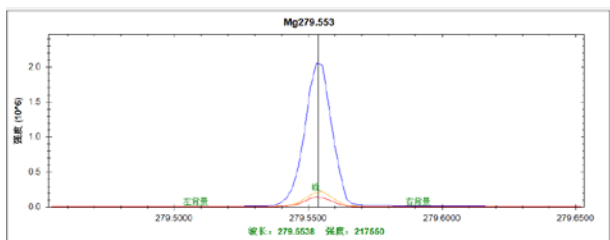


图 1 Mg 的谱线选择及背景扣除

表 2 各元素分析线 (单位: nm)

元素 Element	Cr	Mn	Ni	Al	Fe	Mg	Ti
波长 Wavelength	267.716	257.610	221.648	309.271	259.940	279.553	334.941

### 2.2 校准曲线和检出限

按照仪器设定的工作条件对标准溶液系列进行测定，以待测元素质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制校准曲线，结果见表 3。在仪器最佳工作条件下对标准溶液系列的空白溶液连续测定 11 次，以 3 倍标准偏差计算方法中各待测元素检出限，以 10 倍标准偏差计算方法中各待测元素的测定下限，结果见表 3。

表 3 各元素的线性回归方程和检出限

元素 Elements	波长 Wavelength /nm	线性范围 Linear range /μg/g	线性回归方程 Linear regression equation	相关系数 Correlation coefficient	检出限 Detection limit /μg/g	测定下限 Limit of determination /μg/g
Cr	267.716	0.5~10	y=2306.811x-44.289	0.9999	0.021	0.070
Mn	257.610	1~80	y=1895.470x+47.206	0.9999	0.0062	0.021
Ni	221.648	5~80	y=39.994x+2.497	0.9999	0.081	0.27
Al	309.271	1~20	y=59.349x+165.861	0.9994	0.052	0.17
Fe	259.940	80~300	y=370.616x+324.675	0.9999	0.042	0.14
Mg	279.553	0.1~15	y=18819.923x+37675.513	0.9999	0.044	0.15
Ti	334.941	1~20	y=623.418x+4.288	0.9998	0.023	0.077

## 3 样品分析

### 精密度和回收率试验

按照实验方法测定人造金刚石样品中 Cr、Mn、Ni、Al、Fe、Mg、Ti，并进行加标回收试验，结果见表 4。

表 4 精密度和回收率试验

元素 Element	测定值 Found/(μg/g)	相对标准偏差 RSD(n=6)/%	加入量 Added/(g/g)	测定总值 Total found/(μg/g)	回收率 Recovery/%
Cr	1.30	1.6	3.0	4.10	93
Mn	29.8	0.75	30.0	60.19	101
Ni	20.20	0.91	40.0	59.20	98
Al	3.90	0.83	8.0	12.42	107
Fe	104.4	1.1	100	203.10	99
Mg	4.00	1.2	8.0	11.54	94
Ti	6.16	1.6	12.0	17.40	93

- \* 本资料归钢研纳克公司所有，未经允许不得复制；
- \* 钢研纳克公司保留变更产品设计及技术指标的权利，届时恕不另行通知；
- \* 本资料为介绍性资料，不具法律效力。

## 品质工业让世界更美好

### 钢研纳克检测技术股份有限公司

NCS TESTING TECHNOLOGY CO., LTD.

统一销售热线：400-6218-010 17800273031（非工作时段）

地址：北京市海淀区高粱桥斜街13号 100081

电话：010 - 62182188

传真：010 - 62182155

网址：[www.ncs-instrument.com](http://www.ncs-instrument.com)

邮箱：[beijing@ncschina.com](mailto:beijing@ncschina.com)

售后服务热线：4006228866

010-62185005 010-62183415 010-82472910 转 894

售后服务传真：010-82470227



询价二维码



NCS-超硬材料  
2019-Nov-12