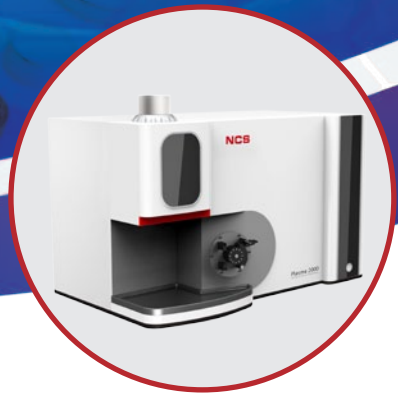




磁性材料检测技术解决方案

钢研纳克——以测试技术推动冶金及材料工业进步



钢研纳克检测技术股份有限公司
NCS TESTING TECHNOLOGY CO., LTD.

公司简介

钢研纳克检测技术股份有限公司（简称钢研纳克）是中国钢研科技集团有限公司的全资子公司。由国家钢铁材料测试中心、国家钢铁产品质量监督检验中心、钢铁研究总院分析测试研究所、国家冶金工业钢材无损检测中心、钢铁研究总院分析测试培训中心、钢铁研究总院青岛海洋腐蚀研究所、北京纳克分析仪器有限公司业务整合后而成立的高新技术企业。

钢研纳克主体业务涉及第三方检测服务（含金属材料化学成份检测、力学性能检测、材料失效分析、无损检测、计量校准）、分析测试仪器及无损检测设备的研制和销售、腐蚀防护产品及相关工程、标准物质 / 样品、检测能力验证五个板块。“十二五”期间，公司仪器产业进军环境、生化、食品检测领域。形成了集金属材料全流程检测、食品药品检测、环境监测以及多介质中重金属检测于一体的业务体系，市场格局进一步优化。公司拥有 ISO9001、NADCAP、Rolls-Royce、RMP、ISO/IEC 17025 认可、CMA、CAL、CMC、PTP 等多项资质。是国家科技部授权的“中华人民共和国科技成果检测鉴定国家级检测机构”、“分析技术研究、仲裁分析、人才培训中心”；中国方圆标志认证检验实验室；国家质量监督检验检疫总局全国工业产品生产许可证办公室轴承钢材产品生产许可证审查部所在地；是中关村高新技术园区挂牌的开放实验室；是核电、商用飞机、中国应急分析、北京市生产安全事故调查等技术支撑单位。

钢研纳克拥有“北京中实国金国际实验室能力验证研究有限公司、青岛钢研纳克检测防护技术有限公司”两家国内全资子公司，以及“NCS Germany”德国公司。

钢研纳克是国际钢铁工业分析委员会秘书处、全国钢标委钢铁及合金化学成分测定分技术委员会秘书处所在地。先后承担国家发改委、国家科技部多项课题。中国工程院王海舟院士领衔的科研团队全心致力于行业前沿技术与产品的探索与开发。在国家航空航天工程、军工、核电工业、高速铁路、商用飞机项目及北京奥运会中先后承担了重大课题的攻坚任务。

钢研纳克总部位于北京市海淀区，在北京、上海、河北、山东拥有研发及生产基地，并设有覆盖全国的直属营销和售后服务网点，为客户提供最完善、便捷的服务。

钢研纳克 长期致力于全面、持续提升产品和服务品质，为客户实现全方位价值的最大化。

展望未来 钢研纳克在新的起点迈出更加坚实的步伐，携手各界走向美好的明天！

钢研纳克产业基地



行业概况



中国磁性材料市场重心将在 5G 通讯与 5G 应用、移动互联网和物联网、人工智能、新能源、汽车电子、节能环保、智能穿戴和工业自动化等领域得到较快发展；中国磁性行业生产自动化和智能化升级已经成为企业大发展的必然之路；在消费新模式下，创新已经成为推动企业差异化发展的内在牵引力；磁性材料产业链融合发展将呈现更多的新的模式。

钢研纳克始终致力于检测科技的研究，为不断进步的磁性材料技术向更高的层次发展提供强有力的检测保障。为磁性材料企业不断加大科技创新力度提供解决方案，使磁性材料行业迈上新台阶。

良好的用户体验

部分主要客户：

- 江西金力永磁科技股份有限公司

- 宁波韵升股份有限公司

- 天通（六安）新材料有限公司

- 天津三环乐喜新材料有限公司

- 肇庆三环京粤磁材有限责任公司

- 安泰科技股份有限公司

- 横店集团东磁股份有限公司

- 浙江中科磁业有限公司

- 中国电子科技集团公司第九研究所（西南应用磁学研究所）

- 华中科技大学

- 上海爱普生磁性器件有限公司

- 深圳市同方电子新材料有限公司

- 三环瓦克华（北京）磁性器件有限公司

- 包钢稀土磁性材料有限责任公司

- 赣州市东磁稀土有限公司

- 四川江铜稀土磁材有限公司

- 安徽大地熊新材料股份有限公司

- 烟台首钢磁性材料股份有限公司

- 中磁科技股份有限公司

- 宁波永久磁业有限公司

- 包头天和磁材技术有限责任公司

- 湖南航天磁电有限公司

- 苏比克（厦门）磁性材料有限公司

- 上海洛克磁业有限公司

- 广东广晟智威稀土新材料有限公司

- 北京京磁强磁材料有限公司

- 东风汽车零部件（集团）有限公司东风粉末冶金公司

- 杭州永磁集团有限公司

- 山西汇镕磁性材料制作有限公司

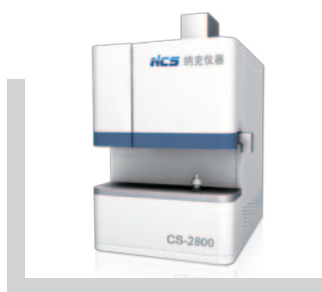
.....

品质工业让世界更美好



CS-2800\3000\2800G\3000G\3600 碳硫分析仪

该系列仪器采用高频炉或管式炉加热，红外吸收法，快速准确测定钢铁、合金、矿石、水泥、陶瓷、玻璃等固体材料中的碳、硫元素含量。



仪器特点

CS-2800	CS-3000	CS-2800G	CS-3000G	CS-3600
原装进口固态红外检测部件，瑞士进口同步电机，美国进口抗氧化、稳定红外光源				
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				
	在 CS-2800 的基础上增加入口总氧压力、炉后分析气压以及动力气压自动监测系统和氧化铜炉催化系统，提高仪器的检测精度，保证无污染排放	在 CS-2800 的基础上增加管式炉燃烧系统，两套燃烧炉的气路相互切换简单	在 CS-3000 的基础上增加管式炉燃烧系统，两套燃烧炉的气路相互切换简单	立式管式炉，采用可靠耐用的加热元件和燃烧管，全自动进样系统

仪器参数

	CS-2800	CS-3000	CS-2800G	CS-3000G	CS-3600
燃 烧 炉	高频感应炉 18MHz 2.7KVA		高频感应炉 + 管式电阻炉		垂直管式电阻炉 Max.16A, Max.1500°C, 温度连续可调节
分 析 范 围	高频感应炉：低碳 1ppm ~ 0.2% 高碳 0.2% ~ 6%；低硫 1ppm ~ 0.3% 高硫 0.3% ~ 30% (改变称样量可以扩展分析范围) 管式电阻炉：碳 0.01% ~ 100%；硫 0.005% ~ 100%				
分 析 精 度	高频感应炉：低碳 1ppm 或 RSD ≤ 1% 高碳 RSD ≤ 0.5%； 低硫 1.5ppm 或 RSD ≤ 1.5% 高硫 RSD ≤ 1.5% 管式电阻炉：低碳 4ppm 或 RSD ≤ 1% 高碳 RSD ≤ 0.5%； 低硫 4ppm 或 RSD ≤ 1.5% 高硫 RSD ≤ 1.5%				
灵 敏 度	0.01ppm				
红 外 吸 收 池	3 个	标配 3 个，可增加一个			1-4 个，可选
分 析 时 间	高频感应炉：30 秒 ~ 40 秒；管式电阻炉：150 秒 ~ 300 秒				60 秒 ~ 180 秒
样 品 称 重	高频感应炉：推荐范围 0.2g ~ 0.5g，可根据样品含量改变称样量；管式电阻炉：400mg/煤 (典型值)				
载 气	氧气				
重 量	100kg	110kg	130kg	140kg	170 kg
尺 寸	高频感应炉：550mm×760mm×770mm (宽×深×高) 管式电阻炉：330mm×600mm×520mm (宽×深×高)				710mm×814mm×1650mm (宽×深×高)

应用

高频 - 红外吸收法测定镧镁合金中的碳

1. 实验部分

1.1 主要仪器、材料及试剂

CS-3000 碳硫仪 (钢研纳克检测技术股份有限公司) ; 天平: 德国 sartorius ; 动力气: 普通氮气; 载气: 氧气 (>99.99%) ; 陶瓷坩埚: $\Phi 25\text{mm} \times 25\text{mm}$, 使用前在 1200°C 下灼烧 5 个小时, 冷却后置于干燥器中备用。

试剂: 碱石棉、高氯酸镁

助熔剂: 纯钨 (C<0.0008%; S<0.0008%)

参考物质: YSB C 11341-2005 不锈钢 (w(C) /% 为 0.015%) ; GSB03-1372-2000 纯铁 (w(C) /% 为 0.020%) ; YSBC11139-2007 纯铁 (w(C) /% 为 0.027%) ; YSB C 11301-93 不锈钢 (w(C) /% 为 0.059%)

1.2 工作曲线及空白

由于没有稀土合金的含碳标样, 只能选用碳含量合适的钢标。本方法选用 YSB C 11341-2005; GSB03-1372-2000; YSBC11139-2007 和 YSB C 11301-93 四种碳含量有一定梯度分布的钢铁标样制作工作曲线, 以确保将待测试样含量基本上涵盖在工作曲线范围内或在高低端延长线附近, 这样才能保证测定值的准确性。从图 1 中可以看出, 碳的工作曲线线性良好, 软件自动计算出线性化相关系数 $R=0.999$ 以上。

表 1 工作曲线数据

标样名称 (sample)	YSB C 11341-2005	GSB03-1372-2000	YSBC11139-2007	YSB C 11301-93
参考值 (certified value)	0.015%	0.020%	0.027%	0.059%

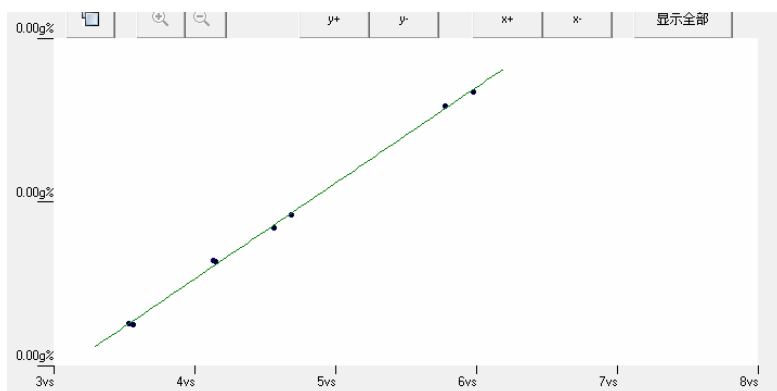


图 1 镧镁合金 - 碳校准曲线

2. 样品分析

按照前面所述实验方法对不同含量的镧镁合金试样进行分析，结果见表 2。

表 2 样品分析结果

标样名称 (sample)	称样量 /g	碳含量 /%	平均值 /%	SD/%	RSD/%
1# 低	0.1973g	0.0102	0.0104	0.0003	3.09
	0.1995g	0.0108			
	0.2058g	0.0106			
	0.1996g	0.0103			
	0.2000g	0.0098			
	0.2126g	0.0102			
	0.1968g	0.0107			
	0.2021g	0.0107			
	0.2037g	0.0108			
	0.2046g	0.0102			
2# 中	0.2069g	0.0106	0.0405	0.0020	5.02
	0.2072g	0.0386			
	0.2029g	0.0435			
	0.2070g	0.0402			
	0.2021g	0.0395			
	0.1969g	0.0422			
	0.1970g	0.0376			
	0.2147g	0.0428			
	0.2052g	0.0404			
	0.2031g	0.0381			
3# 高	0.2118g	0.0401	0.0514	0.0034	6.77
	0.2042g	0.0428			
	0.2170g	0.0562			
	0.2165g	0.0457			
	0.2000g	0.0519			
	0.2060g	0.0495			
	0.2169g	0.0491			
	0.1992g	0.0567			
	0.2059g	0.0505			
	0.2023g	0.0535			
0.2068g	0.0541				
0.2036g	0.0511				
0.1989g	0.0474				

3. 回收率实验

向 2# 样品中加入碳含量为 0.027% 等称样量的标准样品，进行回收率实验，结果见下表

表 3 回收率实验数据

标样名称 (sample)	称样量 /g	测量值 /%	回收率 /%
2#	0.2087g	0.0662	95.1
	0.2046g	0.0673	99.1
	0.2068g	0.0690	105.6
	0.2074g	0.0656	92.9
	0.2026g	0.0676	100.1
	0.2087g	0.0662	95.1

回收率在 92.9% ~ 105.6% 之间，该方法的准确度可以满足检测要求。

ONH-3000\ON-3000\OH-3000\O-3000\N-3000 氧氮氢分析仪

该系列仪器采用脉冲加热熔融-惰气保护还原——热导红外检测原理，快速准确测定钢铁、合金、铜、钛、锆、陶瓷、稀土及粉末等各种材料和其他无机物中的氧、氮、氢元素含量测定。



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

	O-3000	ON-3000	ONH-3000	OH-3000	N-3000
分析范围	低氧：0.0001% ~ 0.5% *，高氧：0.5% ~ 20% * 低氮：0.0001% ~ 2% *，高氮：0.5% ~ 50% * 氢：0 ~ 0.1% *（注：* 改变称样量可以扩展分析范围）				
分析精度	氧、氮：1ppm 或 1% *，氢：0.2ppm 或 2% *（注：* 以不大于试样标准偏差或不确定度为准）				
灵敏度	0.01ppm				
红外吸收池		1-2 个，可选		1 个低氧或无，可选	无
热导检测池	无			1 个	
燃烧炉	脉冲炉，电流 0 ~ 1500A，功率 7.5KVA，最高温度高于 3000°C				
分析时间	一般为 3 分钟				
样品称重	一般为 1g，可根据样品含量改变称样量				
载气	高纯氩气	氧氮分析：高纯氮气 (高氮样品可更换为高纯氩气) 氢分析：高纯氮气		高纯氮气	高纯氩气（高氮样品可 更换为高纯氩气）
重量	约 180kg				
尺寸	主机：550mm×650mm×650mm（宽×深×高）；副机：450mm×650mm×650mm（宽×深×高）				

应用

惰气熔融 – 热导法测定钕铁硼永磁材料中的氢

1. 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

氧氮氢分析仪：ONH-3000 型，钢研纳克检测技术股份有限公司

舒茨试剂：90270

镍篮清洗剂：75 mL HAc+25 mL HNO₃+1.5 mL HCl

高纯镍篮：用 50 ~ 60 °C 的镍篮清洗剂抛光 30 ~ 60 s 后取出，再用蒸馏水清洗，最后用丙酮在超声波中清洗 30 ~ 60 s，晾干备用

高纯锡片：99.9%

标准型高纯石墨坩埚

2. 结果与讨论

2.1 空白值测定

为了准确测定钕铁硼合金中氢的含量，获得低而稳定的氢空白值是必要的。氢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。在 2.85 kW 的分析功率下，将镍篮投入到盛有锡片的标准坩埚中，得到的空白值为 0.000 09%，即 0.9 μg / g。对比空白值与样品测定值，本方法的空白不能忽略，因此后续研究的测定结果均为扣除空白后的测定数据。

2.2 校准曲线

由于没有钕铁硼中氢标准样品，参考钢铁中氢测定标准，用钢中氢标准样品进行量值溯源。根据待测样品的含量和积分面积，选择相近积分面积的钢中氢标准样品 (AR 546, LECO PART NO.762-747, YSBS 20602-2008, AR556)，以氢信号积分面积为横坐标，标准样品中氢的绝对质量 y (μg) 为纵坐标，绘制仪器低氢通道的校准曲线 (不过原点)，线性方程 $y=0.64x+0.75$ ，曲线相关系数 $r^2=0.9999$ 。方法检出限为 0.75 μg / g。

2.3 样品分析与比对试验

在最佳条件下测定钕铁硼样品，同时采用飞行时间质谱 - 气体元素分析仪 (PMA) 进行对照试验，结果如表 1 所示。结果表明，该方法的精密度较高，测定结果与 PMA 法一致，能够满足常规检测的分析要求。

表 1 钕铁硼样品中氢的测定结果

测定值 / (μg · g ⁻¹)	平均值 / (μg · g ⁻¹)	RSD / %	PMA 测定值 / (μg · g ⁻¹)
10.3, 10.1, 10.2, 10.1, 9.9	10.1	1.4	9.7

惰气熔融—红外光谱法测定锆钨铪中的氧

1. 实验仪器与参数

ONH-3000 氧氮分析仪 (钢研纳克检测技术股份有限公司), 镍篮 (高纯镍篮), 套坩埚 (高纯石墨)。

载气: 高纯 He (99.999%)。

动力气: 普通 N₂ (99.5%)。

镍篮清洗剂: 混合酸 (75mL HAC+ 25 mL HNO₃+1.5mL HCl)

标准样品: GSB 03-2467-2008($\omega(O) / \%$ =0.0112), GSBH40104-1996($\omega(O) / \%$ =0.00943),
GSB 03-1682-2004($\omega(O) / \%$ =0.0133)。

2. 工作曲线的绘制

由于锆钨铪中氧的测定没有相应的标准方法和参考物质, 而其氧的释放速率较快, 故参考铪中氧测定标准并选用钢铁参考物质进行实验测定。实验数据见表 1。

表 1 氧校准曲线的原始数据

标样名称 (sample)		氧测量值 $\omega(O) / \%$	氧绝对量 / μg	积分面积	称样量 / g
O112	N84	0.0110	52.67	17.51	0.4789
O112	N84	0.0114	56.36	18.47	0.4964
O94.3	N264	0.0093	93.13	28.01	1.0000
O94.3	N264	0.0096	96.35	28.84	0.9998
O133	N118	0.0135	135.41	38.98	1.0038
O133	N118	0.0130	130.89	37.81	1.0037

根据待测样品的含量及相应的积分面积, 选择相应的标准样品绘制低氧通道的校准曲线 (未过原点), 曲线相关系数 $R^2=1$, 线性良好, 曲线数据如表 1 所示, 标准曲线如图 1 所示。

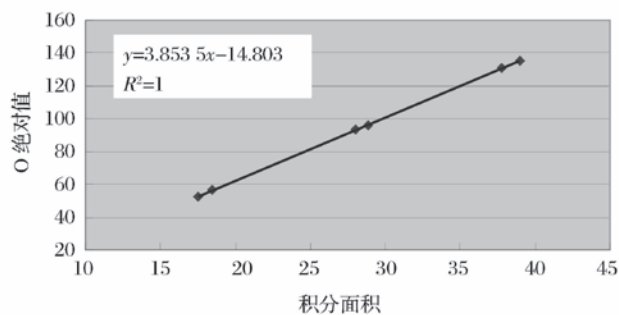


图 1 氧校准曲线

3. 方法精密度实验

在最佳条件下测定锆钨铈样品，平行测定 5 次，样品熔体表面光滑，峰形良好，测定结果如表所示，分析的相对标准偏差 (RSD) 为 1.9%，满足实际生产需求。

表 2 精密度实验结果

样品名称	氧含量	平均值	SD	RSD
锆钨铈	0.096 1, 0.096 7, 0.092 1, 0.094 5, 0.095 0	0.094 9	0.001 8	1.9%

4. 加标回收实验

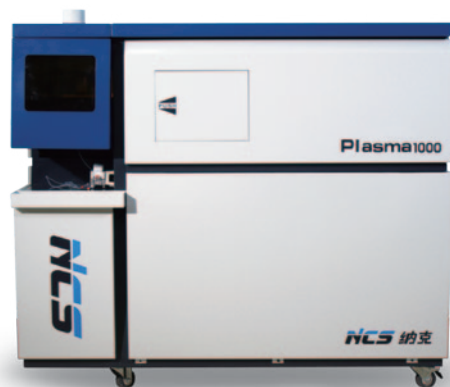
利用 GSBH40104-1996 标准样品 ($\omega(\text{O})/\% = 0.00943$) 对锆钨铈样品进行加标回收实验，平行测定 5 次，结果如表 3 所示。

从表 3 可以看出，样品的加标回收率在 95%~108%，满足加标回收实验要求。

表 3 加标加收实验

标准样品质量	加标后总氧量	待测样品氧含量	加标量	回收率 /%
0.999 5	0.018 2	0.009 2	0.009 0	96
0.998 2	0.018 7	0.008 5	0.010 2	108
0.999 9	0.018 3	0.009 3	0.009 0	95
0.999 5	0.019 0	0.009 5	0.009 5	101
0.999 5	0.018 1	0.008 7	0.009 4	100

电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES) 系列



该系列仪器具有稳定性好、检测限低、分析速度快、运行成本低、方便维护、抗干扰能力强，可应用于粉末及粉末制品中的金属及部分非金属成分含量测定，可以快速、准确地检测从微量到常量约 70 种元素。如钕铁硼中常量、微量元素以及稀土元素的测定；从原料和粉末生产过程中带进的机械夹杂等。

技术优势

Plasma1000	Plasma2000
光电倍增管的负高压可在 0-1000V 范围内独立可调，可根据不同元素的不同谱线单独设置条件，和全谱仪器比较有更好的检出限	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”
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	
优良的光学系统，先进的控制系统，保证峰位定位准确，信背比优良	
全组装式炬管，降低了维护成本	
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，大多数元素的检出限可达 ppb 级	
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	
使用钨铜弹片和特殊处理的屏蔽玻璃，在吸收紫外线同时使仪器辐射小于 2V/m	
丰富的进样系统配件不仅提供稳定、快速的进样效率，还能满足不同介质、不同盐度溶液的分析需求	
人性化的软件设计，操作方便，终身免费升级	
应用工程师加入软件设计团队，为操作者量身打造操作软件	

技术参数

仪器型号 技术参数	Plasma1000	Plasma2000
光学系统	CZERNY-TURNER 单色仪	中阶梯二维分光光学系统
焦距	1000mm	400 mm
光栅	高光强离子蚀刻全息光栅，刻线可选择 尺寸：110mm x110mm x16 mm	中阶梯光栅，52.67 刻线 / 毫米， 尺寸：100mm x 50mm
谱线范围 及分辨率	2400 条 /mm 范围：185 ~ 800nm 分辨率：0.012nm 3600 条 /mm 范围：185 ~ 500nm 分辨率：0.008nm 4320 条 /mm 范围：185 ~ 450nm 分辨率：0.006nm	范围：165nm~900nm 分辨率：200nm 为 0.008nm
检测器	进口光电倍增管，负高压可在 0-1000V 范围内 独立可调	科研级 CCD 检测器，像素数量：1024x1024， 像素面积：24 μ m x 24 μ m
光源	自激式发生器，振荡频率 40.68MHz 提高信噪比， 改善了检出；输出功率的范围 800-1400W，自 动调节输出补偿，稳定性小于 0.1%；	晶体管固态发生器，振荡频率 27.12MHz 提高信 噪比，改善了检出；输出功率程序设定，实时 自动匹配调谐功能，在 800-1600W 范围内连续 1W 可调，稳定性优于 0.1%；炬管位置电动程 序调节
重量	约 240kg	约 200kg
尺寸	宽 155cm 高 145cm 厚 75cm	宽 121cm 高 80cm 厚 74cm

应用

ICP-AES 光谱仪直接测定钕铁硼中常量及微量元素

1. 实验部分

1.1 仪器和参数

Plasma1000 单道扫描电感耦合等离子体光谱仪（钢研纳克检测技术有限公司）；高纯氦（纯度 $\geq 99.999\%$ ），光栅为 3600 条 /mm。参数设置：功率 1.15 kW，冷却气流量 15.0 L/min，辅助气流量 0.5 L/min，载气流量 0.15 L/min，蠕动泵流速 20 rpm，观测高度距功率圈上方 10 mm，耐氢氟酸雾化器及雾室，三层同轴石英炬管。

1.2 试剂

盐酸， $\rho \approx 1.18$ g/ml，优级纯；硝酸， $\rho \approx 1.42$ g/ml，优级纯；氢氟酸 $\rho \approx 1.15$ g/ml，优级纯；Gd、Ho、Tb、Dy、Pr、Nd、B、Cu、Co、Al、Ga、Nb、Zr 的标准溶液质量浓度均为 1000 μ g/ml；所用溶液用水均为二次去离子水。

2. 结果与讨论

2.1 分析谱线的选择

由于稀土元素谱线极为复杂，因此在谱线选择上要充分考虑其光谱干扰，首先对所选谱线进行轮廓扫描，即用纯试剂找到被测元素的峰位，再在此峰位及其附近扫描实际样品，观察实际样品的峰形及背景情况，最终确定合适的谱线并在其合适的位置扣除背景。

表 1 推荐的分析线

元素	分析线 /nm	元素	分析线 /nm
B	208.889,208.959	Gd	336.223
Cu	224.700	Ho	345.600
Co	228.616	Tb	350.917
Al	237.312	Dy	364.540
Ga	294.364	Pr	440.882
Nb	316.340,319.498	Nd	445.157
Zr	339.198,343.823		

2.2 加标回收实验与方法精密度

回收试验结果表明，各元素回收率在 94% ~ 106% 之间。方法精密度 (RSD) 值小于 3%

表 2 方法准确度实验

元素	加入量 /($\mu\text{g/mL}$)	回收量 /($\mu\text{g/mL}$)	回收率 /%	RSD/% (n=9)
B	5.00	5.09	101.8	1.88
Cu	5.00	5.02	100.4	1.15
Co	5.00	4.94	98.8	2.03
Al	5.00	4.71	94.2	2.52
Ga	5.00	4.78	95.6	1.56
Nb	5.00	4.89	97.8	1.37
Zr	5.00	5.16	103.2	1.24
Gd	5.00	5.27	105.4	1.53
Ho	5.00	4.71	94.2	2.85
Tb	5.00	5.27	105.4	1.22
Dy	5.00	4.73	94.6	2.73
Pr	10.00	9.78	97.8	0.97
Nd	20.00	20.53	102.65	0.70

ICP-AES 法测定锆钨合金中的稀土元素

1. 实验部分

1.1 仪器与工作条件

Plasma 1000 型顺序扫描发射光谱仪 (钢研纳克检测技术股份有限公司), Czermy-Turner 光学系统, 焦距: 1000 mm, 光栅有效面积 110×110, 光栅刻线: 3600 条 /mm, 倒线色散率和分辨率: 0.22 nm/mm, 0.0066 nm, 入射狭缝 20 μm, 出射狭缝 20 μm。高频电源: 频率 27.12 MHz、入射功率 1.15 kW。工作气体: 氩气纯度 > 99.95%, 冷却气 15 L/min、等离子气 1.2 L/min、载气 0.5 L/min, 冲洗气 3.5 L/min, 观察高度 15.0 mm。

1.2 主要试剂与稀土标准系列

盐酸、硝酸均为 AR 级; 实验用水为蒸馏水。稀土标准溶液: 1 mg/mL, 盐酸或硝酸介质。

2. 结果与讨论

2.1 分析谱线的选择

根据纯溶液中杂质元素谱线的检出限、信背比以及不同稀土基体时的背景相当浓度值和扫描图综合考虑, 选择出适合锆钨基体中的稀土元素分析的最佳分析线作为本实验的考察谱线, 考察谱线见表 1。由表可知, 要选出灵敏度适中而又受干扰小的谱线非常困难, 尤其对 Sm、Ce、Ho 三个元素。Sm442.434 nm 受 Pr442.431 的干扰, Sm360.949 受 Nd360.944 的干扰, 而 Ce 的前四条灵敏线都不同程度的受基体干扰。Ho345.600 受 Nd345.600 的重叠干扰, Eu381.967 受 Nd381.970 的干扰。在 Plasma 1000 仪器上, 最终选定的最佳谱线列于表 2 中。

表 1 Plasma 1000 各待测元素谱线考察

元素	谱线 /nm	元素	谱线 /nm
La	333.749; 412.323	Er	337.271; 369.265
Ce	413.380; 413.765; 418.660; 446.021	Tm	346.220; 313.126
Pr	422.535; 414.311	Yb	289.138; 328.937; 369.419
Nd	415.608; 401.225	Lu	261.542; 291.139
Sm	360.949; 442.434	Y	371.030; 324.228; 360.073
Eu	412.970; 272.778	Dy	340.780; 353.170; 364.540
Gd	342.247	Ho	345.600; 347.426
Tb	350.917; 367.635		

表 2 Plasma 1000 仪器上各稀土元素的最好分析谱线

元素	最好分析线 /nm	元素	最好分析线 /nm
La	333.749	Er	337.271
Ce	413.380	Tm	346.220; 313.126
Pr	422.535; 414.311	Yb	328.937; 369.419
Nd	415.608; 401.225	Lu	261.542
Sm	360.949; 442.434	Y	371.030; 324.228
Eu	412.970; 272.778	Dy	340.780
Gd	342.247; 335.047	Ho	345.600
Tb	350.917; 367.635		

2.2 检出限比较

在表 2 所列的仪器条件下测定了 15 个稀土元素在锆钨基体中对所选的分析线估算了检出限，结果列于表 3。估算检出限公式如下：

$$LD = \frac{0.03C}{In/Ib}$$

式中 In/Ib 为分析物的净强度和背景强度比；C 为产生 In/Ib 的分析物浓度。表 3 中结果表明，Plasma1000 型仪器检出限范围为 0.0005-0.005% 之间。目前稀土行业内锆钨合金的标准要求除锆和钨外，其它稀土杂质的含量均要求在 0.05% 以下，因此灵敏度完全满足目前稀土行业测定锆钨合金中的稀土元素的需求。

表 3 方法准确度实验

分析元素	最好谱线 /nm	检出限 /(g/mL)	分析元素	最好谱线 /nm	检出限 /(g/mL)
La	333.749	0.006	Tb	350.917	0.010
Ce	413.380	0.04		367.635	0.015
Pr	422.535	0.031	Er	337.271	0.0037
	414.311	0.037		369.265	0.0030
Nd	415.608	0.023	Tm	346.220	0.0021
	401.225	0.01		313.126	0.0018
Sm	360.949	0.010	Yb	328.937	0.0010
	442.434	0.012		369.419	0.0012
Eu	412.970	0.0050	Lu	261.542	0.0013
	272.778	0.0075	Y	371.030	0.0025
Gd	342.247	0.010		324.228	0.0038
Dy	340.780	0.052	Ho	345.600	0.0021

PORT-X500 手持式 X 荧光光谱仪

钢研纳克以已有的台式 X 射线荧光光谱仪及稀土快速鉴别仪技术为基础，结合国外相关最新的技术发展成果以及市场需求，加入了全新的元素，研制出具有自主知识产权的，满足市场需求的智能、便携式的第四代手持式 X 荧光光谱仪。

新一代手持式 X 荧光光谱仪 PORT-X500 能够在生产、制造、运输、海关等现场对诸多样品：地矿样品、合金样品、稀土样品等实现快速的定性分析和定量分析。无需制样，对被测样品大小、形态无特殊要求，轻松对固体材料中元素（单质、化合物形态均可）含量进行无损检测，1-20 秒即可完成测试。

不同的分析样品需要增加不同的分析程序。

仪器特点

○ X 射线管

激发源采用美国进口的端窗式微型 X 射线管。X 射线管是专为手持式 X 荧光光谱仪设计的一体化微型 X 射线源，具有体积小、重量轻、安全可靠、控制简便等特点。

○ 探测器

选用美国火星登陆器上采用的高性能 SDD 探测器组件，是目前商用探测器里灵敏度最高的探测器。探测器通过帕尔贴装置进行制冷，并根据户外分析的需要，将仪器的整个探头设计封装成“手枪式”，更加安全可靠。

○ 机身设计

机身采用坚韧的工程塑料密封外壳，重量轻，坚固耐用密封一体化设计，防尘、防水、防腐蚀，抗冲击，适合室内、户外多场合现场使用。

○ 高端配置

内置一体化专用的嵌入式控制软硬件系统，无需外接 PDA；内置蓝牙模块，可以实现无线数据传输；内置高清摄像头和激光对准模块，方便样品的精准测量。

○ 软件功能

软件内含丰富的数据库，也可以根据客户样品升级分析程序。针对被测元素的荧光特点，加入了定性分析和定量检测两种模式。分析结果可以方便的统计和打印出来。

○ 速度快，操作简单

仅需“瞄准—测试”，数秒内便可检出样品中约 30 多种元素的含量，并可实时显示分析数据、谱图；操作简单，即使非技术人员也可轻松掌握。



仪器参数

- 尺 寸：L 255mm、W 87mm、H 312mm
- 重 量：1.5kg（不含电池）、1.8kg（含电池）
- 激 发 源：X 射线管，铑靶，0~50kV，4W
- 检 测 器：高性能 SDD 探测器
- 测量元素范围：原子序数为 12 ~ 92
【镁（Mg）到铀（U）】之间的元素均可测量
- 专用嵌入式系统：四核处理器，主频 1.6GHz，内存 1GB，支持 Android4.4
- 内置功能模块：蓝牙
- 数据传输：串口、USB、蓝牙
- 存 储：8G，可扩展
- 电 池：可充电锂电池（待机 9 小时），配备用电池
- 检测时间：1s~20s
- 数据打印：便携式蓝牙打印机
- 分 辨 率：125eV~150eV
- 环境条件：温度范围：-40°C ~ 50°C；
湿度范围：0~80%
- 含量范围：0.1~99.9% 含量范围内所有可测元素
- 检测对象：固体、粉末、液体

应用

稀土快速鉴别仪在重晶石背景下轻稀土原矿测定中的应用

1. 实验部分

1.1 仪器及实验条件

分析仪器：PORT-X500 型手持式稀土快速鉴别仪
(钢研纳克检测技术股份有限公司手持式能量色散 X 荧光光谱仪系列产品)；
激发源：侧窗 X 射线管，50 KeV；Rh 靶
探测器：SDD 探测器
电源：锂电池
仪器质量：1.4 kg
使用时间：单块电池 6-8 小时
分析软件：NCS 专用稀土快速鉴别仪软件
管电压：20 KeV
管电流：30 U A
分析时间：稀土鉴别 6 S；稀土定量分析：18 S
校准样片：La-Y 校准样片

1.2 样品制备

由于缺少重晶石背景下的轻稀土标样，采用矿区本身的样品进行定值，作为校准样品。具体方法是：选择梯度样品分别进行研磨，过 200 目筛，用 ICP 和化学法分别定值，重复测定，符合度较好的作为标准样品对软件进行校准。共挑选出样品 14 个，稀土总量范围为 0.22%~6.52%，稀土元素含量范围如下：

表 1 校准样品中各稀土元素含量

元素	La2O3	CeO2	Pr6O11	Nd2O3	Sm2O3	Eu2O3	Gd2O3	Y2O3
1	0.205	0.330	0.031	0.09	0.01	0.002	0.012	0.008
2	0.631	0.818	0.062	0.167	0.013	0.002	0.029	0.002
3	0.256	0.448	0.046	0.148	0.017	0.003	0.018	0.015
4	0.704	0.968	0.082	0.234	0.019	0.003	0.035	0.01
5	1.745	2.285	0.176	0.47	0.032	0.005	0.083	0.014
6	0.657	0.879	0.07	0.193	0.017	0.003	0.03	0.007
7	0.617	0.821	0.064	0.175	0.014	0.002	0.029	0.007
8	0.069	0.101	0.008	0.022	0.002	0.000	0.004	0.000
9	0.737	0.995	0.082	0.227	0.018	0.003	0.035	0.008
10	2.327	3.094	0.245	0.662	0.042	0.007	0.108	0.015
11	0.575	0.771	0.062	0.174	0.014	0.002	0.026	0.004
12	1.031	1.387	0.108	0.287	0.022	0.004	0.047	0.01
13	0.527	0.707	0.058	0.156	0.014	0.002	0.024	0.005
14	0.428	0.586	0.047	0.128	0.011	0.002	0.021	0.002

由于 Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu 等元素在轻稀土原矿中含量一般为在万分之一以下,手持设备在现场分析中难以准确测定,因此没有对这些元素进行检测,在计算稀土总量的时候按照稀土快速鉴别仪专用定量公式对稀土总量进行微调。

2. 结果与讨论

2.1 校准样品的检测数据

通过稀土快速鉴别仪软件的模糊识别功能剥离出稀土元素的强度数据,并通过 14 个校准样品对软件进行校准,校准后对校准样品进行检测,结果如下:

表 2 校准样品的检测数据对照

样品编号	测定方法	La2O3	CeO2	Pr6O11	Nd2O3	Sm2O3	Eu2O3	Gd2O3	Y2O3	REO
稀土 01	ICP 值	0.575	0.771	0.062	0.174	0.014	0.002	0.026	0.004	1.64
稀土 01	手持 XRF 值	0.623	0.844	0.068	0.194	0.014	0.003	0.03	0.008	1.802
稀土 03	ICP 值	0.527	0.707	0.058	0.156	0.014	0.002	0.024	0.005	1.5
稀土 03	手持 XRF 值	0.562	0.735	0.056	0.162	0.014	0.003	0.028	0.008	1.584

2.2 现场样品实测结果

用直接粉末法对现场样品进行检测,检测结果如下:

表 3 直接粉末法现场样品检测结果

稀土原矿	ICP 测定值	XRF 值	偏差
样品 2#	0.19	0.21	0.02
样品 3#	2.44	2.76	0.32
2012101201	0.27	0.41	0.14
2012101202	2.22	2.38	0.16
2012101206	2.02	1.79	-0.23
2012101207	1.05	0.97	-0.08

- * 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。

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

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

邮箱：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-磁性
2019-Jun-19