

# 元素分析仪器的的好伴侣

## ——DY501 型电热熔融设备

### 1 要得到正确的分析结果？制样是关键！

或许您已经拥有功能强大、技术先进、价格昂贵的大型元素分析仪器，如 XRF（X 射线荧光分析仪）、AA（原子吸收谱仪）、ICP（电感耦合等离子谱仪）等等，同时您具有很强的驾驭这些分析仪器的能力，但您会发现，有时候分析数据并不理想，甚至根本错误。这时您会怀疑自己使用仪器的能力，当确信自己是正确的时候，又会怀疑仪器是不是有问题，当仪器也被证明是正常的时候，就会想，这么昂贵的仪器，国内外用户这么多，难道仪器竟然是骗人的？这时您一定会想到问仪器的售后服务部的专家们或自己查阅资料，得到的回答一定是一致的，您没有问题，仪器也没有问题，而您的制样有问题！

很多固体样品，如各种氧化物、硫化物、碳化物、金属及金属化合物、有机物等都含有几个相，它们的成分是不均匀的。即使是单相的样品，以 X 射线荧光分析仪为例，也往往由于以下种种原因，而造成分析数据的偏差。

- ▲ 颗粒度
- ▲ 表面粗糙度
- ▲ 择优取向
- ▲ 偏析
- ▲ 矿物效应
- ▲ 元素间的吸收和增强效应

此外，在样品中测定元素的唯一方法是使用回归分析。此方法只能用于相似的样品，亦即相似的成分、相似的颗粒分布、相似的化合物和相似的处理方法。但在实际工作中这是很难实现的。

由此可见只有保证了样品的均匀性并排除了上述种种原因的影响后，昂贵的分析仪器才能得到精确的分析结果。

### 2. 熔融法是最佳制样方法

目前国内对固体样品的制备大多是将样品磨成松散的粉末或再压制成片，但这种方法存在上节所述的大部分问题。所以国外上世纪 70 年代发明了熔融法，熔融法能解决绝大部分问题，如粒度、表面粗糙度、择优取向、偏析、矿物效应等，还能减少元素间的吸收和增强效应，是目前最佳的制样方法。

国外的元素分析仪器，凡是室内使用的，没有不配熔融设备的。而国内用熔融法的却少之又少。我国每年进口大型元素分析仪器在数百台，每年用外汇在几千万美元，但由于不用熔融法制样，使仪器不能发挥出应有的水平，给国家和企业造成了损失。

亲爱的用户们，现在是您用熔融法制样的时候了！

### 3. 怎样的设备最适合您

一般的熔融法是将样品和硼酸盐助熔剂的混合物在白金坩埚内加热至 1100℃左右，摇匀后制成非晶态的玻璃片。

熔融法制样有各种各样的方法和设备，下面就各种不同的方法和设备逐一进行简单介绍：

#### a. 马福炉

这种方法加热慢，工作强度大，特别是 1100℃左右的高温，操作者很难忍受，又由于在熔融时必须加入脱模剂，脱模剂有一定的毒性，人在旁边不利健康，人工控制温度根本无法准确，使每一次的加热过程都不一样，制出的试样一致性差，所以该方法只有国内极少数企业采用，国外没有采用这种方法的。

#### b. 高频感应炉

高频感应炉目前有德国的，日本理学的和欧洲 PANalytical(原飞利浦)的。其优点是速度较快，样品均匀性较好，但价格贵，是目前所有熔融设备中最昂贵的一种，其价格达到大型元素分析仪器的 40%左右，且每次只能做一个样，所以总的速度并不快。高频产品由于电路相对其他熔融设备是最复杂的，所以故障率也最高。它需用水冷却，使用不方便。据说国内有企业刚推出仿日本理学的，国外产品故障率尚且较高，国内的高频感应炉就可想而知了。且日本的熔融设备有一个共同缺点，这在本节 d 中介绍。所以说这种设备不是最理想的。

#### c. 燃气熔融炉

燃气熔融炉有加拿大的 Claisse，澳大利亚 AFT 的 Phoenix。其优点是速度较快，且同时可熔几个样，倒样自动，且价格也较便宜，为大型元素分析仪器的 20%左右。但它有一个致命的缺点就是要用燃气，且不能用热值较低的煤气，而必须使用乙炔、天然气等。由于我国很多地方不容易买到这些气体，它每月得换一、二次，很不方便，且这些气体属危险品，管理上也比较麻烦。燃气熔融炉是根据气流来控制温度的，而无法直接测得温度，所以温度控制准确度低，又由于国内的气体质量不好，杂质较多，不能保证每瓶气体的热值都一致，所以即使设备控制气流控制得再好，也不能保证温度的一致性，也就不能保证制样的一致性。所以说这种设备也不是最理想的。

#### d. 电热熔融炉

电热熔融炉有日本岛津的，有澳大利亚 Modutemp 的。其最大的优点是它只用电（高频感应炉也用电，但又用水），无任何耗材，电路是最简单的，所以可靠性是最高的，且电热炉成熟的温度控制技术，使得它是所有熔融设备中，温度控制最准确的，其价格也是适中的，为大型元素分析仪器的 30%左右。其缺点是加热速度较慢，但由于其一次最多可熔 6 个样，所以总速度上并不比高频炉慢。

所以比较四种方法和设备，电热熔融炉是最佳的。

下面比较一下日本岛津和澳大利亚 Modutemp 之间的优劣：

- a) 日本岛津的设备体积庞大、重量大（约为 Modutemp 的三四倍）。
- b) 日本岛津的机械结构较复杂，所以故障率也较高，而 Modutemp 机械结构简单，传动装置仅为一个摇臂摆动机构，故障率几近于零。

c) 日本岛津的设备其坩埚的金属托架，由于耐高温材料不过关，每半年需换一次，且价格昂贵，如上海的宝钢，他们就有一台日本岛津的设备，但由于要换托架，价格又贵，他们请上海交大的老师为他们加工，但仅能用三个月，据说国内也有仿造日本岛津的设备，其托架也仅能用三个月。且由于材料氧化而造成对样品室的污染，进而可能污染样品。

d) 澳大利亚 Modutemp 的熔融炉仅有一个缺点，就是样品熔好后须手动倒入模具，但日本岛津的不用倒，它的坩埚同时又是它的模具，是不分开的。这似乎是它的优点，但大错特错了！这恰恰是日本设备（包括日本理学）的最大缺点。无论是德国的、荷兰的、加拿大的、澳大利亚的、美国的，所有的熔融设备，熔融是在坩埚中进行的，而成型都需倒入成型模具，只有日本的设备其熔融在坩埚中进行，成型也在该坩埚中，难道日本人就比其他国家的人聪明吗？事实上，在熔融过程中，由于样品中的物质在一定温度下，一般在 700℃ 左右，对铂金坩埚有较大的破坏作用，所以坩埚内壁会变得粗糙，而在 1100℃ 左右时样品对坩埚的破坏作用较小，所以用分开的模具，模具的光洁度能长期保持较高。日本人的设备都配一个抛光机，一般几天得抛光一次(还会损失白金!)，不然坩埚底部作为样品的成型面，即测量面，会不断变粗糙，带来测量的不准确，但由于不能保证抛光的频率，使用的频率，所以制样的一致性就得不到保证。

综上所述，澳大利亚 Modutemp 的电热熔融设备是目前国外性价比最理想的熔融设备，也是目前国内使用最多的一款熔融设备。

#### 4. DY501 型电热熔融设备是您的最佳选择

多年来国内所采用的熔融设备均依赖进口，价格非常昂贵，针对这种局面，本公司科研人员于 2002 年开发完成了填补国内空白的 DY501 型电热熔融设备。它主要参考澳大利亚 Modutemp 的电热熔融设备，并吸取了当今国际市场上其它熔融设备的优点，其主要性能达到甚至超过澳大利亚的产品。

DY501 型电热熔融设备基本上采用国内材料制成，所以它的价格仅为国外产品的 1/4 左右，但其优异的性能丝毫不比国外的差。它的技术难点就在材料上，但我们采用了国内最好的材料，如耐火材料采用耐高温达 1400℃ 以上的新型材料，加热元件采用双螺旋硅碳棒，测温元件采用铂铑热电偶，特别是坩埚篮及成型模具的支架采用特殊的耐高温合金钢制成，这种耐高温合金钢是我们与上海某研究所合作开发研制成功的，它在 1200℃ 的高温下不氧化，其抗氧化性能优于澳大利亚 Modutemp 的电热熔融设备的耐高温合金钢，更大大优于日本岛津的电热熔融设备的耐高温合金钢，是本公司在该技术上的一项突破。

DY501 型电热熔融设备其优异的性能和合理的价格，使原来由于经济原因暂不用熔融设备的用户也能使用它。DY501 型电热熔融设备的推出，定将取代进口产品，迅速普及熔融制样法，从而提高我国分析界制样的水平，为各行各业带来巨大的经济效益。

澳大利亚 Modutemp 的电热熔融设备是目前国外性价比最理想的熔融设备，而 DY501 型电热熔融设备其性能达到甚至超过它，又有合理的价格，所以说 DY501 型电热熔融设备**是您的最佳选择**

上海宇索实业有限公司

2004 年 4 月 10 日