

Discussion on Determination of Element Content in Stainless Steel by Spark Direct Reading Spectrometer

Lingjun Zi

Qinhuangdao Institute of Quality and Technical Supervision and Inspection, Qinhuangdao, Hebei, 066004, China

Abstract

At present, the development of industry and manufacturing is very fast, and people have higher and higher requirements for quality and precision. In order to ensure that the production materials meet the actual needs, people began to pay attention to the application of detection technology. Spark direct reading spectrometer, as a suitable instrument and equipment in the detection means, has the advantages of fast analysis speed and wide detection range, very high precision, and has been widely used in real life. As an important material in life, stainless steel is a very important material in various industries, the content of stainless steel elements has a great impact on the material itself, this paper analyzes it in detail and expounds the specific detection and application.

Keywords

principle; spectrometer; measurement; stainless steel element

火花直读光谱仪测定不锈钢中元素含量探讨

訾凌君

秦皇岛市质量技术监督检验所, 中国·河北 秦皇岛 066004

摘要

当前工业和生产制造业的发展非常快, 人们对质量精度要求越来越高。为保证生产材料满足实际需求, 人们开始重视检测技术的运用。火花直读光谱仪作为检测手段当中适用的仪器设备, 具备分析速度快和检测范围广的优势, 精密度非常高, 在现实生活当中得到了广泛运用。不锈钢在生活当中作为重要的材料, 在各个行业当中都是非常重要的材料, 不锈钢元素含量对材质本身存在极大影响, 论文对其进行详细分析, 阐述具体检测运用。

关键词

原理; 光谱仪; 测定; 不锈钢元素

1 引言

人们最早发现的光谱仪是火焰激发光谱, 随着技术的不断发展和科技进步, 随后人们又发现了电弧、电火花光谱仪。人们发现这种光谱仪比火焰激发光谱仪的稳定性更强, 因此被得到重视。光谱学的发展和发现为工业、机械、农业等领域的发展提供了便利, 同时该技术的发展也让人们认识到光谱学存在拓展与创新的空间, 所以有部分学者将眼光放在光谱学的研究当中, 人们对光谱学研究产生了浓厚的兴趣, 为今后的发展奠定了基础。

【作者简介】訾凌君(1989-), 女, 中国山东齐河人, 研究生学历, 工程师, 现任职于秦皇岛市质量技术监督检验所。

2 光谱仪的发展

从现代光谱仪的发展来看, 光谱仪的发展可以分为两类, 分别是经典光谱仪与新型光谱仪。经典光谱仪是建立在空间色散原理上的经典设备一起, 而新型光谱仪是以调制作为原理的仪器, 经典光谱仪是狭缝、而调整光谱仪是非空间分光技术, 经过圆孔进光。色散组件分光原理存在差异, 因此也可以将光谱仪器分为冷静光谱仪、衍射光栅光谱仪、干涉光谱仪三种。Optical Multi-channel Analyzer——光学多道分析仪是依托现代技术发展起来的一种新型光谱仪器, 依托现代信息技术结合光子探测器与计算机仪器, 结合信息采集和处理、存储功能为一身, 该仪器不再使用感光乳胶, 因此避免了后期的暗室处理等一系列烦琐的处理方式, 从根本上改变

了传统光谱技术的运用方式,让传统光谱技术的运用发生较大的改变,改变工作条件的同时也提高了工作效率。Optical Multi-channel Analyze 检测方便读数准确,加上灵敏度高和响应时间快等,由于分辨率比较高,因此测量结果能够直接从显示屏上读出,人们运用打印机或者是测图仪输出即可使用。目前,该设备广泛运用在所有的光谱仪测量当中,尤其是分析与研究工作当中。该技术针对微弱信号与瞬变信号的检测优势直接,效果非常好。

火花直读光谱仪器的激发光源是通过电火花来放电,在样品表面通过被测样品的原子来检测样品中所含有元素量的分析方式。和别的检测方式相比,火花直读光谱仪器的检测速度非常快,操作简单方便,检测过程步骤少且仪器维护成本相对较低,检测数据可靠等优势^[1]。正是因为这些优势因此被广泛运用在化工、机械、环保、地质等不同领域内,在实际生活当中大部分企业主要是将其运用在炉前检测当中,为企业的发展提供便利。

3 火花直读光谱仪测定不锈钢中元素含量探讨

3.1 工作原理

火花直读光谱仪工作是使用电火花激发样品表面,在高温状态下试样的各个元素从固化状态转变为气态,激发出来的元素发射出不同的特征与波长,这些波长能够体现出不同元素的特征,通过光栅分光之后形成光谱线,也就是人们常说的光谱。光谱线穿透狭缝之后进入光电倍增管,将光信号转化为电的信号,光谱仪控制测量系统进行严格计算之后在计算机上显示出来。

3.2 实验

3.2.1 仪器设备

德国布鲁克 Q4 型火花直读光谱仪器, Gm-3 型光谱砂轮磨样机来进行试样加工。

3.2.2 实验条件

室内温度 17℃~27℃,湿度、氩气纯度、氩气压力均处于合适范围内,其中氩气的纯度与气压分别是 ≥ 99.996%, 0.4MPa。

3.2.3 试样

实验之前需要对试样进行提前处理,将不锈钢使用砂轮磨样机处理表面,在处理完毕之后表面要平整而纹理清晰,

这个过程中无气孔与裂纹,而且无油污。

3.2.4 分析方式

在使用火花直读光谱仪分析的时候需要测定的元素比较多,因此需要考虑到检测的时候安装不同的内标元素通道。但是这个过程需要消耗很多的工作量,因此在分析当中认为仅仅采用统一内标线即可。以样品机体的内标元素作为标准,当电火花在激发光源之后,组成光线的两条谱线强度发生变化,但是强度对比、相对强度均可以保持不变,在这种情况下绘制标准曲线。

3.2.5 试样分析

使用厂家自带的标准校准曲线,试样应该选择基体、型号一致的标准样品来进行标准化^[2]。随后检测试样筛选出合适的数据。

3.3 实验结果分析

针对试样,选择两个标样测定之后使用仪器分析数据结果,得出以下结论(见表1、表2)。

表1 实验精密性 (n=7)

测定元素	平均值	标准偏差	RSD%
C	0.054	0.000817	1.51
Si	0.472	0.008317	1.75
Mn	1.083	0.012014	1.11
P	0.042	0.004655	11.1
S	0.0039	0.000478	12.3
Cr	19.22	0.116046	0.601
Ni	8.857	0.089835	1.01

表2 光谱法测试结果分析

编号	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
1	0.057	0.524	1.150	0.042	0.016	18.56	8.102
2	0.038	0.426	1.326	0.017	0.005	18.96	8.430

表3 化学测试结果分析

编号	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
1	0.056	0.526	1.152	0.041	0.015	18.55	8.105
2	0.033	0.422	1.322	0.019	0.005	18.99	8.115

可以看出两种方式最终得到结果差异不大,证明光谱仪的使用检测得到数据也是非常可靠的,但是与化学方式相比光谱仪的使用有一定的优势,具体体现在以下几点:

①明显提高了分析效率,因为分析速度快,使用光谱仪可以在 0.5h 内检测出需要检测的元素含量,反而在进行不锈钢元素检测的过程中如果使用化学分析方式,则还需要配置

溶液和药品等, 单项检测需要花费较长时间。

②使用范围比较广, 检测元素范围广, 比如在检测不锈钢的时候元素的检测范围非常广, 但是化学检测方式仅仅针对一个元素, 范围不同则需要采取不同的检测方式。化学方式需要掌握较多知识点来进行分析。

③检测精度比较高, 使用光谱仪检测精度可以降低0.2%左右, 因为精度比较高, 在测试高含量元素方面也有非常积极的作用。

④检出限低, 当用来检测金属与合金的时候检出限可以达到标准要求的 $(0.1\sim 10) \times 10^{-6}$ 。

整体上来看火花直读光谱仪的使用优势非常多, 但是再具体使用过程中也存在很多缺陷和不足。首先仪器使用对环境要求非常, 温度和湿度变化会影响仪器的使用, 进而影响到测量结果^[1]。同样, 在检测过程中对试样也有一定的要求, 试样需要是柱状、块状样品, 能够遮盖住火花台的圆孔。而实际操作过程中的大量片状试样的表面处理难度很高, 无法使用磨样机来进行处理, 技术人员则需要使用砂纸来处理表

面。激发几次片状样品之后样品不再平整, 进而发生漏光的现象, 进而影响到数据本身。如果是检测非金属元素, 如不锈钢硫元素的监测过程中因为硫元素含量非常低, 因此使用光谱仪检测的时候超出检出的最低范围, 无法显示具体的结果, 需要其他技术辅助使用。

4 结语

综上所述, 火花直读光谱仪实际使用效率高和分析速度快等优势让该设备的使用得到推广, 该技术适合在金属行业和实验室检测当中使用, 优势明显。

参考文献

- [1] 陈立柱. 火花直读光谱仪测定不锈钢中元素含量的分析 [J]. 消费导刊, 2019(30):217.
- [2] 郭昌建. 直读光谱法测定 2(1/4)Cr1Mo(1/4)V 中 Cr 不确定度 [J]. 一重技术, 2019(03):16+62-64.
- [3] 赵建峰. 光电直读发射光谱法测定镁合金中钙含量的测量不确定度评定 [J]. 化学研究, 2019(03):234-237.