

直读光谱对低碳铬铁中碳、硅、磷、硫的测定

周雅平 王启民

(青海山川铸造铁合金集团公司 西宁 810028)

前言

光电直读光谱适用于对块状金属样品的分析, 诸如钢类、铸铁、铜合金、铝合金等, 此测试技术已经成熟, 但对铁合金类分析应用少见报道, 本文研究了低碳铬铁的诸项测定条件, 拟定方法用于配合冶炼分析, 速度快, 结果满意。

一、实验部分

(一) 主要仪器

美国 BAIRD 公司, DV4 1000 真空型光电直读光谱。

光栅焦距 1000mm, 光栅条纹 1440 条/mm, 波长范围: 一级 346.0—767.0nm, 二级 173.0—383.5nm。KH3/5 光源提供激发能量, 纯氩气保护激发。操作过程及数据处理由计算机及专用软件 MC-20 完成。

(二) 样品制取

样品的致密度是确保分析的首要条件, 致密度不好容易产生扩散放电, 从而影响结果的准确性。所以取样时从定模中选取结构致密、表面平整的样块, 制样时在砂轮机磨去样品的表皮, 分析面要求纹理均匀。

(三) 标样的配制

因为没有现成的国标样品, 所以决定从本化验室已用化学分析过的大量固体样块中筛选出一批, 并经再次化学分析定值, 同时考虑到样品的致密度, 整理出一套标样。

(四) 测定条件

基体元素 Cr * 2, 波长 298.9nm, 测定元素及波长: C: 193.0nm, Si * 1: 288.1nm, Si * 2: 212.4nm, P: 178.2nm, S: 180.7nm。

为了获得测定结果的准确性, 就要保证有良

好的激发效率和稳定的光强值, 经试验确定分析参数如下:

氩气冲洗时间: 3s, 预燃时间: 7s, 曝光时间: 10s。

光源类型: KH-3/5, 416V、275A 全功率预燃和曝光。

基体低限值: 400, 高限值: 50000。

二、结果与讨论

(一) 分析样品的预处理

光谱分析制样很重要, 样品要保证有良好的致密度(不产生扩散放电), 但是通过实验发现, 部分样块激发后出现气孔或夹渣, 因此, 分析表面研磨深度要求大于 2mm, 每次激发后, 要检查激发斑点, 若有气孔或夹渣, 则本次激发数据应删除。

(二) 基体元素的确定

分别用 Fe * R, Cr * 2 为基体进行试验, 将所获得的数据绘制曲线, 两者的线性都不错。相比较, Cr * 2 波长 298.9nm, 所输出的光强值较稳定, 另外考虑到低碳铬铁中 Cr 含量 60%~65%, Fe 含量 30%~35%, 铬占绝大部分, 故而确定 Cr * 2 波长 298.9nm 为基体元素。

(三) 冲洗、预燃、曝光时间的确定

氩气不纯或冲洗量不够, 易产生扩散放电。结合钢类、球磨铸铁类等的冲洗条件, 在氩气质量 $Ar \geq 99.996\%$ 的条件下, 确定冲洗时间为 3s。氩气流量激发时 10L/min。

预燃时间与分析对象的材质有关。不同预燃时间对各元素谱线强度的影响进行了试验, 经过试验曝光时间为 10 秒(表 1)。

从表中可以看出, C、P、S 在 6s 光强值开始稳定, Si * 1、Si * 2 在 5s 光强值开始稳定。故而

确定预燃时间为 7s。

采用覆盖 C、Si、P、S 各曲线的高含量点和低含量点的标样对曲线进行标准化。

(四) 标准曲线的绘制及校正

标样中各元素含量均采用国标化学分析方法定值。然后根据已选定测定参数激发整套标样,将获得的数据经计算机绘制成标准曲线; C、P、Si 为一次方程绘制的曲线 $y=Bx+C$; S 是二次方程绘制的曲线 $y=Ax^2+Bx+C$ 。

三、试样分析

表〈2〉为随机抽取 7 炉样品的光谱分析值与化学分析值的对照, 其结果令人满意。

表 1 不同预燃时间对各元素谱线强度的影响

激发元素	预燃时间(s)	0	2	3	4	5	6	7	8
		n=4	n=4	n=4	n=4	n=4	n=4	n=4	n=4
C		1590	1285	1204	1168	1122	1088	1058	1067
Si * 1		17918	15447	15548	15805	15579	15433	15267	15301
Si * 2		29940	25001	25018	25388	25027	25275	25026	25101
P		1413	1504	1539	1561	1528	1486	1478	1467
S		1921	1610	1552	1526	1523	1497	1484	1501

注: n 值为激发次数。

表 2 光谱分析和化学分析结果的对照表 (%)

元素	分析方法	炉-1	炉-2	炉-3	炉-4	炉-5	炉-6	炉-7
		n=4	n=4	n=4	n=4	n=4	n=4	n=4
C	光谱	0.077	0.074	0.525	0.426	0.026	0.05	0.054
	化学	0.08	0.07	0.56	0.41	0.03	0.05	0.06
Si	光谱	0.98	0.75	0.17	0.88	1.32	0.83	0.99
	化学	0.96	0.78	0.14	0.86	1.36	0.87	1.01
P	光谱	0.031	0.025	0.044	0.039	0.048	0.030	0.033
	化学	0.031	0.026	0.044	0.039	0.049	0.028	0.034
S	光谱	0.0024	0.0027	0.0216	0.0045	0.0015	0.0142	0.0111
	化学	0.002	0.003	0.024	0.004	0.0013	0.012	0.009

结束语

本方法经一段时间的使用, 从样品制备到最终报出分析结果只需 6~10min, 分析时间大大缩

短, 有效地指导了炉前化学成份控制。与此同时也为光电直读光谱分析以后继续拓展新的分析项目提供了经验。

Direct Reading Spectrometric Determination of C, Si, P, & S in C—Cr Alloy

(Zhou Yaping Wang Qimin Xining 810028)