

镍基合金钼元素可见光谱数字化分析技术研究

刘平¹, 杨军红²

(1. 北京航空材料研究院, 北京 100095; 2. 北京莱特锐科技发展有限公司, 北京 100081)

摘要: 使用可见光谱数字化自动分析系统对镍基合金中 Mo 元素可见光谱进行了分析测定, 研究了镍基合金中 Mo 元素的 Mo550.65nm 和 Mo588.83nm 分析谱线组的特征, 探索了镍基合金中 Mo 元素的数字化分析技术。结果可用于镍基合金中 Mo 元素的定性、定量分析和牌号鉴别。

关键词: 数字化自动分析系统; 钼; 镍基合金; 可见光谱

中图分类号: O657.32

文献标识码: A

文章编号: 1005-5053(2008)05-0100-03

大部分镍基合金都含有 Mo 元素成分, 作为镍基合金的碳化物形成元素, Mo 元素可以提高合金的屈服强度等性能。但 Mo 元素对镍基合金的高温热腐蚀有加速作用, 且镍基合金中 Mo 元素含量过高会使镍基合金脆化, 因此, 准确控制 Mo 元素含量对提高镍基合金整体性能非常重要。材料可见光谱分析技术具有分析速度快、成本低、样品损伤小、可现场使用等优点, 被大量用于生产现场的合金质量控制及合金牌号鉴别。镍基合金 Mo 元素含量可使用可见光谱分析技术进行快速分析。

常规的可见光谱分析主要是以人眼目视测光为基础, 分析结果的准确程度是基于操作者的视觉识别能力、看谱经验等, 操作者的主观因素对分析结果影响较大, 不利于质量管理及溯源等。本工作使用北京莱特锐科技发展公司研制的可见光谱数字化自动分析系统对镍基合金中 Mo 元素的可见光谱进行了分析研究, 并对部分典型牌号进行了鉴别, 得到理想结果。该系统集成了谱图数字化、标准化处理和谱图屏幕显示、记录、定量分析等功能, 可以准确进行分析过程中的视场定位、谱线辨别, 实现了谱图的自动分析和记录, 为可见光谱分析技术在质量控制领域的应用提供了基础。

1 试验部分

1.1 仪器

WKT-04 型台式棱镜看谱镜、WKT-10A 型便携式棱镜看谱镜 (天津谱析光学仪器厂生产); 光谱范围: 390~700nm; 光源使用电弧放电光源。

1.2 试样和试验条件

采用块状或棒状光谱试样, 表面经细砂纸打磨处理。分析间隙 0.5~2mm; 电弧电流 6A; 预燃时间 30s; 电极采用铜对电极。谱图摄制和处理采用莱特锐可见光谱数字化自动分析系统 (以下简称数字系统)。

2 结果与讨论

2.1 镍基合金中 Mo 元素可见光谱特征

Mo 元素在可见光范围内视觉强度最高的谱线是 Mo550.65nm, Mo553.30nm 和 Mo557.05nm 等几条谱线, 其检出灵敏度达到 0.05% 以下, 是 Mo 元素测定最常使用的分析谱线组^[1]。Mo 元素在可见光的长波段还有 Mo603.07nm, Mo661.91nm, Mo585.83nm 和 Mo588.83nm 等相对强度较高的谱线^[2]。考虑到基体镍元素谱线的分布情况, 本工作选用 Mo550.65nm 谱线组和 Mo588.83nm 谱线组进行镍基合金 Mo 元素可见光谱数字化分析技术研究^[3]。

本工作采用的实际样品数字谱图均为棱镜看谱镜谱图, 棱镜看谱镜与光栅看谱镜线色散率不同^[4], 图 1~图 5 可在光栅看谱镜上参照使用。

2.2 Mo550.65nm 谱线组

Mo550.65nm 谱线组由 Mo550.65nm, Mo553.30nm 和 Mo557.05nm 等几条强度接近的谱线组成, 特征明显、检出限较低, 谱线组视场及主要分析用谱线如图 1 所示。在同一视场中还有几条钛元素的常用分析

收稿日期: 2007-11-13; 修订日期: 2008-06-20

作者简介: 刘平 (1961-), 男, 研究员, (E-mail) lp9291@sina.com; ping2000.li@biam.ac.cn

谱线,可同时进行镍基合金中钼元素的分析。

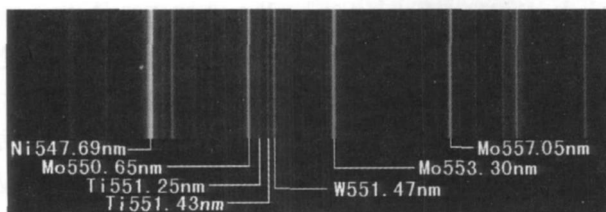


图 1 Mo 550.65nm 谱线组谱图

Fig. 1 Spectrogram of Mo 550.65nm

2.3 Mo 588.83nm 谱线组

Mo 588.83nm 谱线组位于红绿色区交界处,定位视场很方便,谱线组视场及主要分析用谱线如图 2 所示。在 Mo 588.83nm 和 Ni 589.28nm 谱线周围有两条钠元素谱线 Na 588.99nm 和 Na 589.59nm,当测试样品因为热处理等过程残留有钠盐成分时,两条 Na 谱线强度很高且有明显闪烁现象。

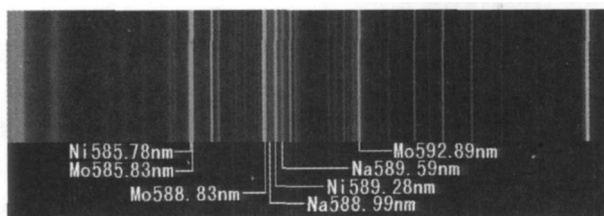


图 2 Mo 588.83nm 谱线组谱图

Fig. 2 Spectrogram of Mo 588.83nm spectral line group

2.4 视场定位及谱线辨别

图 3 为数字系统 Mo 588.83nm 谱线组视场定位和谱线辨别示意图。在屏幕下半部分的对比标定区给出了镍基合金中 Mo 588.83nm 谱线组的典型谱图,并对主要谱线进行了标定。在选定进行 Mo 588.83nm 谱线组分析后,根据系统指示调节看谱镜鼓轮到指定读数。点燃光源后,屏幕上半部分观测区中出现的 Mo 588.83nm 谱线组视场谱图与对比区的图谱完全对应,定位完毕后的视场如图 3 所示。利用对比区标定的谱线可对观测区的分析谱线和比较谱线进行辨别,观测 Mo 588.83nm 等 Mo 元素谱线位置处有无谱线出现,判定样品中是否含有 Mo 元素。如果有谱线出现,可使用数字化定量分析功能进行 Mo 元素含量的精确测定。

2.5 数字化定量分析

数字系统对材料可见光谱图进行处理,得到视场中所有谱线的相对强度数据,并直观地在谱图中以折线的形式显示出来。图 1 的 Mo 550.65nm 分析谱线组视场经处理后的定量分析谱图如图 4 所示。

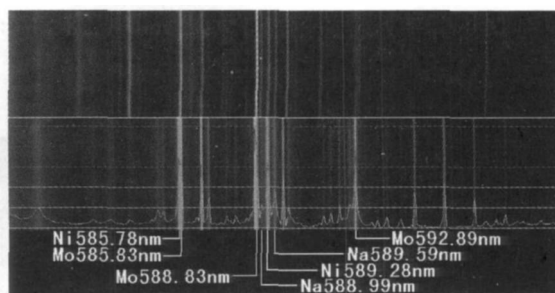


图 3 Mo 588.83nm 谱线组的视场定位及谱线辨别

Fig. 3 Visible-field localization and spectral line discrimination of Mo 588.83nm spectral line group

计算机给出了各谱线的相对强度,谱线间的强度比较以客观量化的方式表示且不受谱线间相对位置限制,有效避免了人为因素对结果造成的影响。

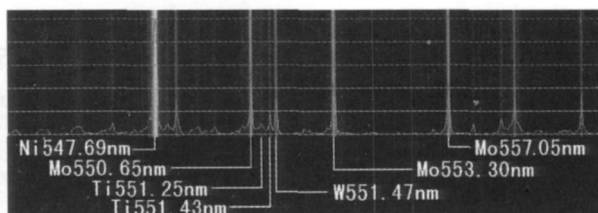


图 4 Mo 550.65nm 谱线组的数字化分析谱图

Fig. 4 Digital spectroscopic analysis of Mo 550.65nm spectral line group

数字系统集成的定量分析功能,可根据分析需求内置镍基合金 Mo 元素成分含量测定工作曲线,自动分析镍基合金 Mo 元素的成分含量。进行定量分析时,选用一条相对强度高、线性好的分析线和一条稳定的比较谱线即可。

在使用数字分析系统时,可以对观测区的图谱进行显示锁定,然后关闭电弧光源进行分析观测,避免电弧的不稳定和元素的燃烧特性对测试图谱的影响。

2.6 牌号鉴别

可见光谱分析的另一个主要工作内容是进行牌号鉴别,这也是在生产现场使用可见光谱分析的主要目的。数字系统可根据客户需求内置要求牌号的谱图及元素成分技术指标,进行牌号鉴别时可直接对系统内置的牌号进行鉴别。如果测定样品牌号不在内置范围内,可使用系统的记录功能将观测区的视场即时记录成电子谱图,后期再进行分析处理。

图 5 为数字系统对 3 个牌号的镍基高温合金样品 Mo 588.83nm 谱线组谱图进行数字化处理后的对

比情况。3种样品 Mo元素质量百分含量分别为: 1[#]样品 $w(\text{Mo}) = 5.6\%$, 2[#]样品 $w(\text{Mo}) = 4.0\%$, 3[#]样品 $w(\text{Mo}) = 2.6\%$ 。

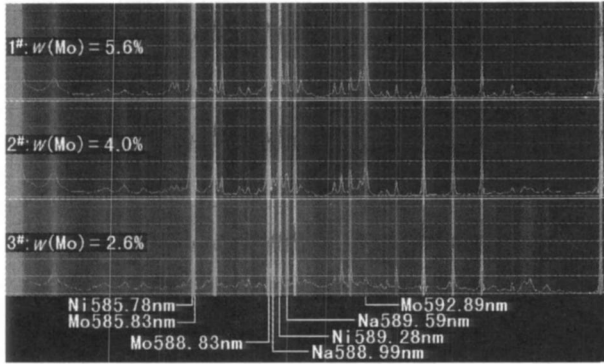


图 5 牌号鉴别

Fig. 5 Identification of alloy mark

由于数字系统可对任意两条谱线的强度进行量化比较, 选用一条基体镍元素谱线 $\text{Ni } 589.28\text{nm}$ 作为比较谱线与分析谱线 $\text{Mo } 588.83\text{nm}$ 进行比较。数字化系统给出了 3种牌号镍基高温合金样品的分析谱线 $\text{Mo } 588.83\text{nm}$ 和比较谱线 $\text{Ni } 589.28\text{nm}$ 的强度比值: 1[#]为 1.080, 2[#]为 0.967, 3[#]为 0.862, 利用这组量化比值很容易鉴别 3种牌号的镍基高温合金。

3 结语

可见光谱分析技术自引入我国已有 50 多年的历史了, 科研人员在技术上的探索研究一直未间断, 快速分析的特点使可见光谱分析技术在工业生产过程中发挥了重要作用。进入 21 世纪后, 在中文科技

核心期刊上常能见到一些技术推广性的文章^[5], 分析技术的精度^[6]、技术改进^[7]和分析方法^[8]等方面也有人在进行探索研究, 但文章中实际谱图很少见到, 基本采用线描谱图。由于现有的仪器设备无法进行谱图记录, 胶卷相机的谱图质量不稳定且无法即时看到记录效果, 限制了可见光谱分析技术的应用范围和技术改进。

数字技术的发展为我们对可见光谱进行数字化采样和记录提供了基础, 在镍基合金 Mo 元素分析中的应用得到理想的结果。谱图可以即时记录成数字谱图并存储于计算机硬盘等介质中, 谱图的量化分析也可以利用计算机自动进行, 从而摆脱人眼视觉误差的影响, 实现真正意义的定量分析。

参考文献:

- [1] 刘平, 庞晓辉, 杨军红, 等. 钼元素看谱分析方法研究 [J]. 中国钨业, 2006, 21(1): 35-38
- [2] 冶金工业部情报产品标准研究所. 光谱线波长表 [M]. 北京: 中国工业出版社, 1971
- [3] 刘平, 杨军红. 看谱镜在镍基合金成分分析中的应用 [J]. 现代仪器, 2007, 13(1): 63-65
- [4] 刘平, 庞晓辉, 杨军红, 等. 棱镜看谱镜线色散率及应用研究 [J]. 材料工程, 2006(1): 27-31
- [5] 曾澄光, 刘广宇. 看谱分析技术及其应用 [J]. 硬质合金, 2002, 19(1): 54-56
- [6] 戴沅, 钟万里, 林丁. 看谱半定量分析准确度的探讨 [J]. 硬质合金, 2001, 18(1): 39-41
- [7] 谭宗礼. 普通火花光源激发钢中钼的看谱分析 [J]. 理化检验化学分册, 2000, 36(1): 29-32
- [8] 李广明. 快速看谱分析高速钢 [J]. 冶金分析, 2000, 20(1): 58-59

Digital Visible Spectrum Analysis of Mo in Ni-based Alloy

LU Ping¹, YANG Jun-hong²

(1. Beijing Institute of Aeronautical Materials Beijing 100095, China 2. Beijing Lightway-Tech Co Ltd., Beijing 100081, China)

Abstract The visible spectrum of molybdenum was studied in Ni-based alloy by digital automatic analysis system. The researches were carried on the character of $\text{Mo } 550.65\text{nm}$ and $\text{Mo } 588.83\text{nm}$ line groups in Ni-based alloy. The digital analysis method was developed for visible spectrum of molybdenum in Ni-based alloy. The results can meet the qualitative analysis and the quantitative analysis on molybdenum in Ni-based alloy, which also can be used to exactly examine alloy and avoid the comming of material on spot.

Key words digital automatic analysis system; molybdenum; Ni-based alloy; visible spectrum