

文章编号: 0254-5357(2008)01-0033-04

数字化技术在铁基合金铬元素可见光谱分析中的应用

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铁基合金中铬元素可见光谱进行了分析测定。研究了铁基合金中铬元素的 Cr 520.60 nm 和 Cr 534.58 nm 分析谱线组的特征, 并制作了数字化彩色图谱。探索了铁基合金中铬元素的数字化分析技术, 结果可用于铁基合金中铬元素的定性、定量分析和牌号鉴别。

关键词: 数字化自动分析系统; 铬; 铁基合金; 可见光谱

中图分类号: O657.32; O614.611 **文献标识码:** A

Digitalization Application in Visible Spectroscopic Analysis of Chromium in Fe-based Alloy

LIU Ping¹, YANG Jun-hong²

(1. Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China;

2. Beijing Spec-Tech Co. Ltd., Beijing 100081, China)

Abstract: The visible spectra of chromium in ferro-alloy were analyzed by digital automatic analysis system. The characters of Cr 520.60 nm and Cr 534.58 nm line groups in ferro-alloy were studied and the colored digital spectra for these line groups were produced. The digital analysis method was developed for spectroscopic analysis of chromium in ferro-alloy and can be applied to the qualitative and the quantitative analysis of chromium in ferro-alloy and also can be used in the identification of alloy marks.

Key words: digital automatic analysis system; chromium; Fe-based alloy; visible spectrum

材料可见光谱分析技术常用于材料成分的快速分析。传统的分析仪器是看谱镜, 因其具有成本低、样品损伤小、可现场使用等优点, 在材料研制过程中和机加工现场有着广泛的应用^[1]。我国于 1952 年开始在工业生产中使用看谱分析技术, 并研究生产相关的仪器设备^[2]。

看谱镜主要是以人眼目视测光为基础, 进行材料成分分析时需要熟悉所分析元素的光谱特征, 牌号鉴别时要掌握不同牌号材料的谱图结构^[3]。因

此, 看谱镜的使用对操作者经验的依赖性较大^[4]。由于仪器条件限制、经验传授困难、质量记录无法有效溯源等问题, 阻碍了可见光谱分析技术的发展和推广。针对可见光谱分析技术存在的诸多问题, 北京莱特锐科技发展有限公司研制了可见光谱数字化自动分析系统, 有效地解决了分析过程中的视场定位、谱线辨别、谱图自动分析和记录问题。系统具有的定量分析和谱图记录功能也为可见光谱分析技术在质量控制领域的应用提供了基础。

收稿日期: 2007-07-02; 修订日期: 2007-08-13

作者简介: 刘平(1961-), 男, 山东泰安人, 研究员, 从事航空材料及性能研究工作。E-mail: ping2000.liu@biam.ac.cn。

本工作使用数字化自动分析系统对铁基合金中铬元素的可见光谱进行了分析研究,得到理想结果。

1 实验部分

1.1 仪器

光谱的观测和摄谱使用 WKT-6 型棱镜看谱镜(天津谱析光学仪器厂生产);光谱范围 390 ~ 700 nm;电源使用电弧放电电源。

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 ~ 2 mm;电弧电流 6A;预燃时间 30 s;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 铁基合金中铬元素的可见光谱特征

铬元素在可见光区谱线较丰富,Cr 425.43 nm、Cr 427.48 nm 和 Cr 428.97 nm 为铬元素在可见光谱区相对强度最高的三条谱线^[5];但人眼在该波段的视觉灵敏度很低,相对视见函数仅为 0.023,因此,看谱分析较少选用这三条谱线。铁基合金铬元素常用谱线组有 Cr 540.98 nm、Cr 534.58 nm、Cr 520.60 nm、Cr 492.23 nm、Cr 471.84 nm 和 Cr 465.22 nm 等。本工作选用 Cr 520.60 nm 谱线组和 Cr 534.58 nm 谱线组进行铁基合金铬元素的可见光谱数字化分析技术研究。

本文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的线色散率不同^[6],图 1 ~ 图 5 可在光栅看谱镜上参照使用。

2.2 Cr 520.60 nm 谱线组

Cr 520.60 nm 谱线组视场及主要分析用谱线如图 1 所示。该谱线组相对强度较高,Cr 520.60 nm 谱线的检出灵敏度可达到 0.01%。

该谱线组视场中有三条相对强度较高的铬元素谱线:Cr 520.45 nm、Cr 520.60 nm 和 Cr 520.84 nm;但 Cr 520.84 nm 和 Fe 520.86 nm 谱线形成双线结构,进行数字化分析选用 Cr 520.45 nm 和 Cr 520.60 nm 作为分析谱线。由于分析谱线 Cr 520.45 nm 和 Cr 520.60 nm 分别受到 W 520.45 nm 和 W 520.62 nm 谱线的干扰,应注意铁基合金钨元素的测定结果^[7],不要使用该谱线组测定含钨元素的样品。

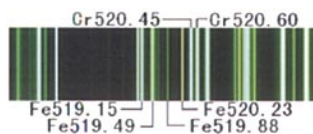


图1 Cr 520.60 nm 谱线组谱图

Fig. 1 Spectrogram of Cr 520.60 nm spectral line group

2.3 Cr 534.58 nm 谱线组

Cr 534.58 nm 谱线组视场及主要分析用谱线如图 2 所示。与 Cr 520.60 nm 谱线组相比,该谱线组灵敏度稍低;但视场强度高,特征明显,视场定位和谱线辨别较容易,适用于测定铬元素含量较高的铁基合金样品。

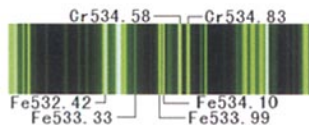


图2 Cr 534.58 nm 谱线组谱图

Fig. 2 Spectrogram of Cr 534.58 nm spectral line group

2.4 数字化定量分析

影响看谱分析可靠性的因素较多,其中主要原因是人眼视觉误差较大。由于人眼观测只能判定两条谱线强度是否相接近,而无法对强度有差别的谱线进行量化,常用的一些半定量分析方法都是选用多条分析谱线和比对谱线,通过组合得到多个含量的判定条件。在视场中相距较远的谱线间进行比对时,若中间存在强度稍高的谱线,测定结果的波动将会非常大。因此,常规的看谱分析只能做到半定量分析的水平。

可见光谱数字化自动分析系统利用数字视频技术进行材料可见光谱图的数字化处理,可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 Cr 520.60 nm 分析谱线组视场经数字化处理后的定量分析谱图如图 3 所示。数字化分析给出了各谱线的相对强度,避免了人眼的视觉误差造成的影响。谱线间的强度比较能以量化的方式进行,且不受谱线间相对位置限制,实现了真正的定量分析。

由于得到了视场中各条谱线的强度数据,分析谱线和比较谱线间的相对关系就能以准确的数值表示,因此分析谱线和比较谱线数量可以明显减

少。进行数字化分析,仅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。数字系统集成定量分析功能,内置了铁基合金铬元素成分含量测定工作曲线,可自动分析铁基合金铬元素的成分含量。使用数字化系统初学者也能进行难度较大的定量分析工作。

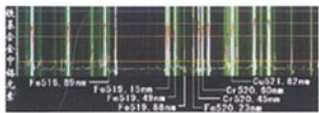


图 3 Cr 520.60 nm 谱线组的数字化分析谱图

Fig. 3 Digital spectroscopic analysis of Cr 520.60 nm spectral line group

使用数字分析系统,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,可避免电弧的不稳定和元素的燃烧特性对测试图谱的影响。数字系统由于可以多人同时进行光谱的观察,方便了操作人员之间的直接交流、商讨和复核,增加了分析结果的可靠性,也为操作人员的培养提供了一个平台。

数字系统集成谱图记录和后期处理分析功能,使可见光谱分析工作具备了可追溯性。对于一些需要记录的图谱可即时记录到计算机硬盘等固定介质上,便于质量管理等工作的日后查询。

2.5 视场定位及谱线辨别

材料可见光谱分析工作中,视场定位和谱线辨别的技术难度比较大。在视场特征变化较大时,具有实际操作经验的人员有时也难以定位视场和辨别谱线。使用可见光谱数字化自动分析系统可有效地解决这个问题,系统的数字化指导功能会指引操作者顺利地定位所需要的视场和辨别分析谱线。

图 4 为数字系统 Cr 534.58 nm 谱线组视场定位和谱线辨别示意图。在对比标定区给出了铁基合金中 Cr 534.58 nm 谱线组的典型谱图,并对主要谱线进行了标定。在选定进行 Cr 534.58 nm 谱线组分析后,系统会指导操作者调节看谱镜鼓轮到指定读数。点燃光源后,观测区中出现的视场谱图会与对比区中的谱图基本符合,参照对比标定区的图谱再微调鼓轮可使观测区的视场与对比区的图谱完全对应,调整好的视场如图 4 所示。视场定位完毕,可利用对比区标定的分析谱线对观测区的分

析谱线和比较谱线进行辨别,在观测区辨别好谱线后可对样品进行定性或定量分析。初学者经过简单培训后便可胜任以上所有操作。

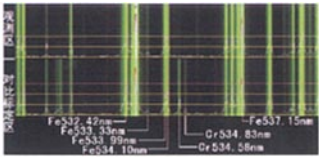


图 4 Cr 534.58 nm 谱线组的视场定位及谱线辨别

Fig. 4 Visible-field localization and spectral line discrimination of Cr 534.58 nm spectral line group

Cr 534.58 nm 谱线组的谱线辨别好后,首先观测 Cr 534.58 nm 等铬元素谱线位置处有无谱线出现,可判定样品中是否含有铬元素。如果有谱线出现,根据谱线的强度可初步判断铬元素含量的高低。

2.6 牌号鉴别

看谱分析的一个主要工作内容是进行牌号鉴别,借助数字化系统的自动分析功能可将牌号鉴别工作内容大为简化。

图 5 为自动分析系统对 4 种不同铬含量样品进行数字化处理后的 Cr 534.58 nm 谱线组图谱对比。4 种样品的铬元素含量(质量分数)分别为:1#样品 Cr 含量 0.210%,2#样品 Cr 含量 0.585%,3#样品 Cr 含量 0.664%,4#样品 Cr 含量 1.57%。

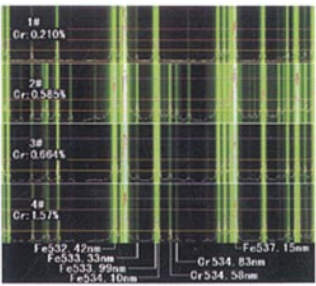


图 5 牌号鉴别

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,选用一条基体铁元素谱线 Fe 533.33 nm 作为比较谱线,与分析谱线 Cr 534.58 nm 进行比较。数字化系统给出了 4 种样品的分析谱线 Cr 534.58 nm 和

比较谱线 Fe 533.33 nm 的强度比值:1[#]样品为 0.176, 2[#]样品为 1.22, 3[#]样品为 1.35, 4[#]样品为 2.88。利用这组量化比值很容易鉴别 4 种牌号的材料。例如,测定出样品的谱线强度比值为 1.33,在 3[#]样品的 1.35 附近,可判定所测定的样品牌号是 3[#]。

对于鉴别一些铬含量较为接近的铁基合金时,人眼判定很容易出错,但借助数字化分析系统能够很好地解决这个问题。如果遇到现场无法解决的难题时,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。

3 结语

可见光谱分析技术自引入我国已有 50 多年的历史,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,一些技术推广性的成果常见诸于文献^[8-9],分析技术的精度^[10]、技术改进^[11]和分析方法^[12]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。

数字技术的发展为对可见光谱进行数字化采样和记录提供了基础,在铁基合金铬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而摆脱人眼视觉误差的影响。

响。由于数字分析技术使得光谱的观测分析可以多人同时进行,方便了技术交流和人员培训,对可见光谱分析技术的推广和深入研究都有重要意义。

本工作只是初步探索,希望得到光谱分析领域专家的指导,愿有更多的科研技术人员在数字化技术上进行更深入的研究工作。

4 参考文献

- [1] 斯文齐茨基 H C. 看谱镜[M]. 周鸿吉, 韦雅文, 译. 北京: 中国工业出版社, 1963: 8-11.
- [2] 孙相诚. 看谱分析[M]. 北京: 新时代出版社, 1982: 37-59.
- [3] 洛阳轴承厂. 看谱分析图谱与标志[M]. 北京: 机械工业出版社, 1974: 1-4.
- [4] 李国华, 徐秋心. 金属材料看谱分析手册[M]. 成都: 四川大学出版社, 2000: 57-85.
- [5] 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: 640-647.
- [6] 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.
- [7] 刘平, 庞晓辉, 杨军红, 等. 铁基合金中钨元素的看谱分析技术应用研究[J]. 中国钨业, 2005, 20(6): 41-44.
- [8] 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.
- [9] 李栋梁, 李寒青. 看谱分析的特点及应用[J]. 油气田地面工程, 2001, 20(2): 59-60.
- [10] 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.
- [11] 谭宗礼. 普通火花光源激发钢中铝的看谱分析[J]. 理化检验: 化学分册, 2000, 36(1): 29-32.
- [12] 李广明. 快速看谱分析高速钢[J]. 冶金分析, 2000, 20(1): 58-59.
- [15] 黄思静, 谢连文, 张萌, 等. 中国三叠系陆相砂岩中自生绿泥石的形成机制及其与储层孔隙保存的关系[J]. 成都理工大学学报: 自然科学版, 2004, 31(3): 273-281.
- [16] 刘林玉, 张龙, 王震亮, 等. 鄂尔多斯盆地镇北地区长 3 储层微观非均质性的实验分析[J]. 沉积学报, 2007, 25(2): 224-229.
- [17] 刘林玉, 陈刚, 柳益群, 等. 碎屑岩储集层溶蚀型次生孔隙发育的影响因素分析[J]. 沉积学报, 1998, 16(2): 97-101.
- [18] 刘林玉, 柳益群, 陈刚. 吐鲁番坳陷中-上侏罗统碎屑岩中的自生黏土矿物特征及其成岩意义[J]. 岩石学报, 1998, 14(2): 258-268.
- [19] 李汶国, 张晓鹏, 钟玉梅. 长石砂岩此生溶孔的形成机理[J]. 石油与天然气地质, 2005, 26(2): 220-223.
- [20] 刘林玉, 王震亮, 张龙. 鄂尔多斯盆地镇北地区长 3 砂岩的成岩作用及其对储层的影响[J]. 沉积学报, 2006, 24(5): 690-697.
- [21] 朱国华. 陕甘宁盆地上三叠统延长组低渗透砂岩和次生孔隙砂体的形成[J]. 沉积学报, 1985, 3(2): 1-17.
- [22] 刘林玉. 吐鲁番-哈密盆地中生界砂岩次生孔隙研究[J]. 石油实验地质, 1996, 18(3): 317-24.
- [23] 刘林玉, 邸世祥, 薛祥煦. 民和盆地巴州坳陷储集层成岩作用[J]. 石油与天然气地质, 1999, 20(1): 58-61.
- [24] 柳益群, 李文厚. 鄂尔多斯盆地东部上三叠统含油长石砂岩的成岩特点及孔隙演化[J]. 沉积学报, 1996, 14(3): 87-96.
- [25] 尹志军. 陆相储层非均质性及其对油藏采收率的影响[J]. 石油与天然气地质, 2006, 27(1): 106-117.

(参考文献上接第 32 页)