

美国通用电气集团分析仪器公司  
浙江技术服务及销售中心  
杭州瑞析科技有限公司  
全国免费电话: 400-6858-117  
地址: 中国浙江省杭州市西湖区灯彩街 567 号创美华彩国际 7 号楼 7 楼  
邮编: 310030  
电话: (0571)88957823 85050814 85026881  
传真: (0571)88957574  
网址: www.hz-rush.com

# 直读光谱仪在生产中的应用

田桂英 (天津天钢集团有限公司, 300182)

**摘要** ] 光谱分析是一种快速、准确测定钢中元素的方法。文章简要介绍了直读光谱仪的工作原理,并阐述了光谱分析中一些注意事项。在实际操作中,只有严格按照光谱分析的要点去做,才能保证分析数据的准确。

**关键词** 光谱仪 试样 元素 分析

## 1 前言

天津天钢集团有限公司有直读光谱仪五台,分别是:美国热电的 Jarrell-Ash 公司 7000 型(80 年代初期引进)一台、美国 BALRD 公司 DV-5 型(90 年代初引进)三台、美国 BALRD 公司 FSQ 一台。这些光谱仪肩负着天钢从坯到材的各元素分析工作,年分析十多万个数数据,每个数据的准确与否都对天钢的产品至关重要。根据多年积累的实践经验,我们对直读光谱仪日常使用中出现的进行了分析和研究,很多问题得到了解决。

## 2 工作原理简单介绍

我们所订的直读光谱仪是按我公司分析任务在出厂前调整好的,包括:被测元素的数目、各元素分析范围、波长、分析通道;能分析哪些钢种;所用波长的内标线,都是按仪器订货前技术谈判时所要求的条件调好固定的,由这些条件确定出射狭缝的数目及位置。

光谱分析是一种比较法。用标准钢样制作曲线,根据绘制曲线分析被测钢种元素。其工作原理:试样被光源激发,经入射狭缝到达光栅上色散成光谱,作用在光电倍增管上产生光电流(即光能转变为电能)。通过检测系统,计算机数模转换,测出特征谱线的强度,准确求得试样中各元素的含量。由计算机程序控制完成分析测量的全部过程。被测元素的曲线方程见以下公式:

$$SIR = A_0 + A_1 C^n + A_2 C^{2n}$$

$$SIR = \text{强度比率} = \frac{\text{分析元素强度}}{\text{内标元素强度}}$$

式中:  $A_0$ —曲线在 Y 轴上的截距;

$A_1$ —斜率;

$A_2$ —曲率;

$n$ —自吸收程度指数;

$C$ —标钢浓度。

## 3 实验及分析

### 3.1 仪器与工作条件

DV-5 1000 型真空光电直读光谱仪

MC20 软件;

KH-5 高能火花光源;

氦气纯度不小于 99.999%;

分析谱线: 基体 Fe 2714 Å, C 1930 Å, Si 2881 Å; Mn 2933 Å, P 1782 Å, S 1807 Å, V 3102 Å, Hg 4358 Å (监控描述)。

分析参数: 氦气冲洗时间 2 s, 预燃时间 5 s, 曝光时间 10 s。

分光装置: 采用真空分光, 用一个小型二级泵抽气, 真空度一般在 7 毫米以下。配备有自动保护装置, 以防止真空度不够(超出 25 毫米)时造成电晕放电, 以免损坏仪器。采用一个 3600 条/mm 刻线的凹面石英光栅, 其色散为 5.4 Å/mm, 光栅曲率半径为 750 mm, 波长范围为 1700 Å—5000 Å; 采用汞灯监控狭缝位置进行描述。入射狭缝为 25 μF, 出射狭缝为 50 μF。

### 3.2 绘制曲线

①选择合适的标钢: 成分与被分析试样含量基本相同; 元素的含量范围应比分析范围稍宽; 冶炼过程与被分析试样相同; 样品中成分要高度均匀; 应有准确的化学结果; 基本含量应基本稳定; 适当考虑第三元素的影响。

②标钢选好后开始激发拟合曲线。

③曲线拟合后要选好高、低标试样, 以随时调整由于分析条件变化而造成的曲线偏移, 以保证分析数据的准确性。

### 3.3 光谱试样的制备

为使光谱分析结果更加准确, 防止试样留有夹杂物, 将模铸试样用切样机切去三分之二, 将留下的三分之一处磨成纹路一致平面试样, 勿沾污, 待激发。为满足光谱分析要求, 切开的试样应无气孔。为了防止

理化检测

取出的试样有气孔,加适当的铝进行脱氧,但不要多加,否则会影响碳元素的含量测定。此项工作已做过介绍。

在报出数据时一定要带内控标样,因为日常试样与标钢结构上有些差别,容易造成分析误差,所以我们要按取生产试样过程取出内控标样。(1)工艺接近生产样品;(2)头、中、尾做均匀度检查;(3)要有准确的化学结果(经过不同种方法多人多次分析,弃除不合理数据取平均值);(4)各元素含量要与被测含量相近。最好每个钢种、不同含量范围都做出相应的内控标样。

### 3.4 试样激发的注意事项

试样激发的好坏应观察的几个方面:(1)看激发点是否浓缩放电(黑色熊猫眼状),若是白点为扩散放电,则是不合理数据。(2)一般试样激发两次取平均值,看激发后的(Fe)内标强度数值两点之间的差距和

两点分析结果之差,若两点超差,则重新激发试样,弃去激发不好的点取平均值。(3)基体内标强度值。若数值太小,说明透镜影响了透光率,应该清洁擦拭,以保证有良好的透光度。(4)是否按时清理电极架、电极和氮化硼圈。(5)极距是否测量正确,如测量不准确会影响分析结果。(6)氩气纯度是否达到实验要求,若纯度不够,会造成扩散放电。(7)试样是否磨平,若不平整则激发时漏气,造成扩散放电。(8)磨样砂轮片的粒度及组成是否合理,砂粒太细,磨出的试样不易激发。新的砂轮片安装后,应用废样摩擦,将砂轮表面污物除去,再磨欲分析试样,以免造成试样沾污影响分析结果。(9)是否应该进行Hg灯描述。

### 3.5 分析数据

用美国BCS401-405、451-455标样对碳、硅、锰、磷、硫、钒六元素作曲线并用此曲线对标钢进行分析分析数值见表1。

表1

标样	C%			Si%			Mn%			P%			S%			V%		
	标准含量	测得含量	偏差	标准含量	测得含量	偏差	标准含量	测得含量	偏差	标准含量	测得含量	偏差	标准含量	测得含量	偏差	标准含量	测得含量	偏差
401	1.060	1.058	0.002	0.410	0.416	-0.006	0.850	0.848	0.002	0.044	0.049	-0.005	0.009	0.008	0.001	0.52	0.51	0.01
402	1.200	1.221	-0.021	0.130	0.136	-0.006	0.160	0.167	-0.007	0.011	0.013	0.002	0.032	0.032	0	0.15	0.16	-0.01
403	0.880	0.890	-0.010	0.084	0.082	0.002	1.840	1.830	0.010	0.028	0.034	-0.006	0.034	0.035	-0.001	0.26	0.26	0
404	0.740	0.720	0.020	0.870	0.850	0.020	0.310	0.301	0.009	0.057	0.056	0.001	0.024	0.022	0.002	0.11	0.11	0
405	0.032	0.030	0.002	1.710	1.701	0.0089	1.280	1.274	0.006	0.018	0.017	0.001	0.069	0.072	-0.003	0.28	0.27	0.01
451	0.054	0.056	-0.002	0.116	0.112	0.004	0.620	0.642	-0.002	0.009	0.008	0.001	0.014	0.013	0.001			
452	0.318	0.332	-0.014	0.055	0.047	0.008	1.300	1.321	0.021	0.035	0.036	-0.001	0.017	0.016	0.01			
453	0.156	0.154	0.002	0.340	0.349	-0.009	1.380	1.399	-0.019	0.044	0.044	0	0.026	0.028	-0.002			
454	0.376	0.361	0.015	0.310	0.301	0.009	0.800	0.802	-0.002	0.061	0.057	0.004	0.047	0.050	-0.003			
455	0.598	0.592	0.006	0.250	0.237	0.013	0.400	0.398	0.002	0.052	0.052	0	0.055	0.05	0.001			
范围	0.030-1.221			0.82-1.71			0.160-1.840			0.008-0.061			0.008-0.072			0.11-0.52		

从绘制的曲线数据可以看出线性较好(图略)说明曲线绘制是成功的,因此曲线可准确测定钢中元素。

3.6 用此曲线对10炉HRB400(II级螺纹钢)试样做分析,数据见表2。

表2  
元素

样号	C%	Si%	Mn%	P%	S%	V%
1	0.18	0.34	1.22	0.015	0.039	0.03
2	0.22	0.46	1.44	0.023	0.038	0.04
3	0.22	0.35	1.32	0.013	0.034	0.05
4	0.22	0.39	1.38	0.019	0.026	0.05
5	0.22	0.33	1.41	0.024	0.025	0.04
6	0.23	0.42	1.35	0.016	0.030	0.04
7	0.22	0.39	1.41	0.029	0.034	0.04
8	0.21	0.46	1.27	0.013	0.042	0.04
9	0.18	0.41	1.32	0.019	0.032	0.03
10	0.20	0.43	1.45	0.017	0.038	0.04

HRB400 控制成分  $C \leq 0.25\%$ ,  $Si \leq 0.80\%$ ,  $Mn \leq 1.60\%$ ,  $P \leq 0.045\%$ ,  $S \leq 0.045\%$ ,  $V$  微量。

## 4 结论

光谱分析是一种比较法,快速、准确。但一些要领掌握不好,分析数据就不可能准确。要保证分析数据的准确,就必须严格按照光谱分析要点,做好每一步骤。只有用科学的态度认真去做,才会收到最佳效果。

(收稿 2003-1-22 责编 张静玮)

### 参考文献

- 1 陈新坤主编.原子发射光谱分析原理.天津科学技术出版社出版,1991: 301-309
- 2 黑色冶金工业标准汇编.钢铁产品分类牌号及技术条件.北京:中国标准出版社,1992

### 作者简介

田桂英,女,高级工程师,1976年1月毕业于中山大学金属系稀有金属化学专业。毕业后一直从事冶金测试分析工作。现任天钢科协副主席、天津市理化学会理事、天津市技术监督局第16检验站站长、美国贝尔德公司中国用户协会副理事长、天津市冶金工程专业职称评委。

## 理化检测

improvement of the main equipments of  $\phi 76$  piercing mills using for  $\phi 63$  shell are introduced. By improvement, the products scope is expanded, the drawing pass decreased in latter cold-drawn process, thus the production cost of the cold-drawn shell which diameter is below 51 is reduced.

**Key words** centring roller guide fittings pass shell equipment improvement

### Diagnose and Elimination of the Abnormal Vibration of Dust Blower

Tang Dongmei (29)

**Abstract** The factors resulted in the abnormal vibration of dust blower are analyzed. By using the sound vibration test technique, analysis technique, temperature test technique, the abnormal vibration of dust blower is diagnosed, and it can be eliminated by raising the dynamic balance level of impeller and straightening level of coupling for blower, thus ensuring the stability of its running.

**Key words** dust blower dynamic balance abnormal vibration vibration frequency

### Different Winding Distribution and Wiring Regular Pattern of Electric Machine with q Value

Zhang Qingda (32)

**Abstract** This essay expounds electrical machinery winding arrangement and distribution regular pattern as well as wiring method, when per pole and phase trough number "q" value is different during the repairing work on alternating three-phase electrical machinery. Meanwhile, it researches and concludes the three phase winding distribution and wiring method, which is hard to arrange under common circumstances when the "q" value is a special fraction phrase. Moreover it explores the existing of "0 winding" and solves the winding distribution and wiring method when encounter  $q < 1$  fraction conditions.

**Key words** alternating electric machine three phase winding winding distribution wiring regular pattern 0 winding

### Application of Direct Reading Spectrograph in the Production

Tian Guiying (35)

**Abstract** The Spectrum analysis is the method that to determine rapidly and accurately the elements of steel. In this paper, the principle of direct reading spectrograph is introduced in brief, and the items to be paid attention in the spectrum analysis is discussed. The practices shows only do that according to the main points of spectrum analysis can the analysis data be accurate.

**Key words** spectrograph sample element analysis

### The Performance Assessment Test of 20 G High Pressure Boiler Tube

Zhang Hongpu, Chen Mingxiang, Gu Ligong (37)

**Abstract** In order to ensure the product quality, manufacturability and long-term running safety for 20 G high pressure boiler tube, and the performance assessment test of 20 G high pressure boiler tube can be done according to GB 5310-1995 Seamless Tube for High Pressure Boiler Standard and requirements of manufacture and running of boiler. The test result proves that the defect of steel tube isn't found out, and the performance of mechanics and welding is up to the standard.

**Key words** 20 G high pressure boiler assessment performance test

### Exploration on Establishment of Enterprise Culture

Han Fusheng (40)

**Abstract** In this paper, the establishment of enterprise culture in Oxygen Plant of Tiangang Group with the working practice is introduced, the change of management idea and its concrete action also described. The practice shows the economic benefit of enterprise is obtained by establishing the enterprise culture, then the power and the resource of enterprise development are come into being.

**Key words** planning economy system management idea enterprise culture establishment

### Application and Assessment of Adsorption Colloid Flootation Process in the Treatment of Waste Water Containing Cr(VI)

Yuan Liqun, Ding Fenggang, Cui Guiqin, Yang Peisheng, Li Weisen (42)

**Abstract** By means of adsorption colloid flootation process, the element Cr(III) is reduced Cr(VI) with the reduction  $\text{FeSO}_4$ , the pH value is rejusted at about 6 with NaOH, and the generated  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  and  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  are precipitated. Then by adding the SLS flootation agent to the liquid, the resultant of the heavy metal VI ion and surface active solvent is removed in the mode of foam. The experiment on the condition of  $20 \times 10^{-6} \text{Cr(VI)}$  synthetic waste water has been done. The optimum flootation condition of  $50 \times 10^{-6} \text{Cr(VI)}$  synthetic waste is determined with orthogonal experiment method. The treatment result of waste water shows it is up to National Industrial Waste Effluent Standard ( $\text{Cr}^{6+} < 0.5 \text{ mg/L}$ ), which to support the experiment basis for the treatment of waste water containing Cr with flootation process in the industry.

**Key words**  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  colloid flootation process heavy metal ion waste water