

低合金钢钻屑样品的直读光谱分析

张教斌^① 张忠和^a

(南京化工职业技术学院经济管理学系 南京市沿江工业开发区葛关路 625 号 210048)

^a(中国石化集团南京化学工业公司化工机械厂质量监督检验中心 南京市沿江工业开发区姜桥 1 号 210048)

摘要 详细介绍了低合金钢“钻屑样品”——直接利用直读光谱仪测试技术,很好的解决钻屑样品中碳、硫、硅、锰、磷、铬、镍、钼、铜、铝、钒、钛等 20 多个元素的直读光谱分析,分析数据能够满足工厂试验室生产工艺的要求,填补了国内外钢铁材料直读光谱分析测试方法的空白。

关键词 钻屑样品;直读光谱;元素

中图分类号:O433.5⁺9

文献标识码:A

文章编号:1004-8138(2010)04-1490-05

1 引言

直读光谱分析仪器测试钢铁材料都是采用固块样品,即 15×15mm 以上平面的块状样品^[1],对于一些小样品,有的光谱仪器厂家配备了小试样夹具。尽管如此,钻屑样品采用直读光谱仪测试,依然是国内外理化检验工作的难题。经过几年构想、设计以及大量的样品试验,创立了“钻屑样品”——利用直读光谱仪直接测试技术,填补了国内外钢铁材料直读光谱分析测试方法的空白。

“钻屑样品”对试验室来说都是采用常规的化学分析^[2],这是化学成分测试长期使用的操作方法。ICP-AES 仍然是以酸溶解样品进行部分元素分析,钢铁中碳、硫元素不能测试^[3]。新型的手持式 X-荧光分析仪测试钢铁中常规的金属元素,对非金属元素不能测试。面对石化机械等压力容器制造,时常因工艺检验要求钻取产品屑样分析,某些产品也会由于种种原因只能提供钻屑样品。针对生产实际工作提出来的问题,化学分析方法受化学反应条件的制约,即使用“高速分析方法”,也不能及时提供产品工艺的要求而测试更多元素及数据。鉴于石油化工机械制造工艺实际情况,开始了“钻屑样品”直接利用直读光谱仪的研究方法。试验研究表明:使用现有的直读光谱分析仪器(德国 SpectroLAB 或英国希尔格直读光谱仪 E983/C),利用自己制作的专用器具,能够很好的解决钻屑样品中碳、硫、硅、锰、磷、铬、镍、钼、铜、铝、钒、钛等 20 多个元素的直读光谱分析,分析数据能够满足工厂试验室生产工艺的要求。

2 实验部分

2.1 实验装置

实验采用 SpectroLAB 直读光谱分析仪(德国 Spectro 公司)和 E983/C 直读光谱分析仪(英国

^① 联系人,电话:(025)57797454; E-mail:k.ejingjing1@sina.com

作者简介:张教斌(1982—),女,南京市人,讲师,学士,主要从事教学及管理工作。

张忠和(1953—),男,济南市人,高级技师,主要从事原子发射光谱分析工作。

收稿日期:2009-09-09;接受日期:2009-11-18

Hilger 公司), 应用了自己制作的专用试样夹具和德国 SpectroLAB 小试样夹具, 同时使用了固定的样品模具, 见图 1、图 2、图 4 及与样品模具配套的工具, 见图 3、图 5。

2.2 实验方法

2.2.1 直读光谱分析仪器的操作

直读光谱分析仪器的操作分别按照原仪器固有的操作系统, 原则上没有作任何更改。

2.2.2 样品的制作

一般取样品 2g 左右 (不需要称量), 注入专用模具中, 用模具配套的工具, 将样品(钻屑样)成型, 然后放在专用试样夹具上, 按直读光谱分析仪器操作系统, 进行试样激发→测量→读值→打印。为了保证测试结果的准确性, 一般以激发样品 2- 3 次的均值为统计分析结果。

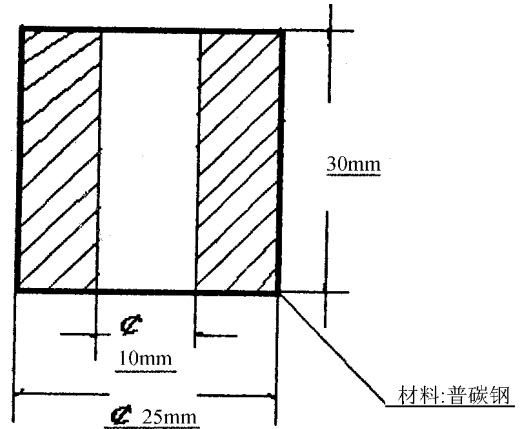
3 结果与讨论

表 1、表 2 摘录了 20 种牌号, 40 个样品的测试数据 09MnNiD, 12Cr2Mo1, 16Mn, 15CrMo, 17CrNiMo6, 20MnMo, 20MnMoNb, 20CrMnMoA, 25CrMo4, 30Cr2Ni4MV, 34CrNiMo6, 35CrMoA, 42CrMoA, 45E, 50CrMo4, SA336F11, F91, A105MY, 4130。

4 结论

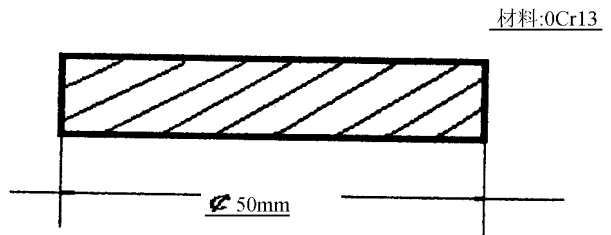
从表中可以看出, 钻屑样品使用直读光谱分析同样获得与化学分析相当的测试水平。根据 3500 组样品 20 个不同牌号的合金钢样品测试结果表明, 利用专用工具等手段, 通过相应的 K 值系数校正, 能够很好的

解决钻屑样品中碳、硫、硅、锰、磷、铬、镍、钼、铜、铝、钒、钛等 20 多个元素的直读光谱分析, 对分析样品中低量或微量化学组分具有一定的意义, 特别是提高了某些元素的测试灵敏度。该分析数据能够满足工厂试验室生产工艺的要求, 是试验室针对直读光谱分析仪, 解决碎屑样品光谱分析的一种新方法。



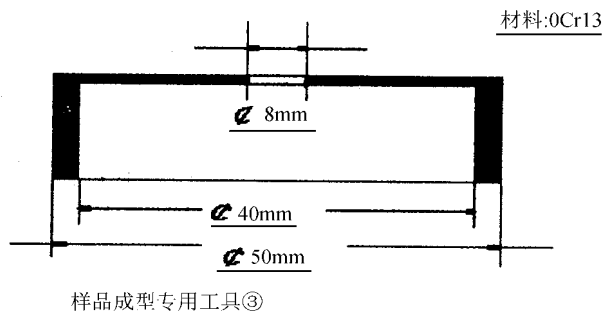
样品成型专用工具①

图 1 样品成型专用工具



样品成型专用工具②

图 2 样品成型专用工具



样品成型专用工具③

图 3 样品成型专用工具

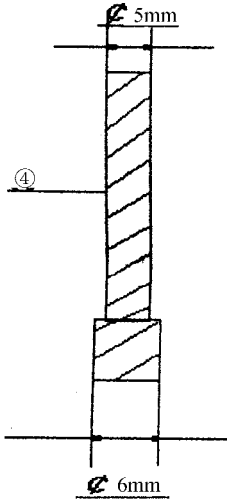


图 4 样品成型专用工具

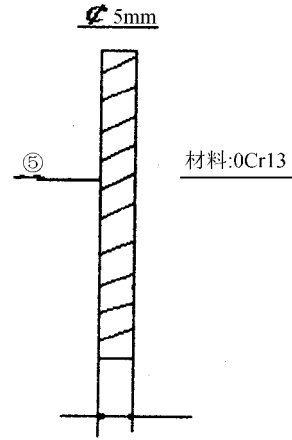


图 5 样品成型专用工具

表 1 部分试验数据

编号	元素	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Al	Nb	V
2425	化学值	0.248	0.291	0.70	0.010	0.013	1.09	0.086	0.181	0.114		0.019	0.013
25CrM o4	校正值	0.24	0.29	0.69	0.010	0.012	1.09	0.075	0.17	0.10	0.000	0.019	0.013
2426	化学值	0.19	0.243	1.35	0.009	0.007	0.075	0.15	0.50	0.10		0.030	0.011
20M nMoNb	校正值	0.18	0.25	1.36	0.010	0.008	0.075	0.14	0.48	0.090	0.000	0.033	0.010
2443	化学值	0.19	0.35	0.57	0.010	0.010	1.59	1.35	0.26	0.074		0.021	0.014
17CrNiMo6	校正值	0.18	0.35	0.56	0.010	0.008	1.59	1.36	0.27	0.070	0.001	0.020	0.013
2449	化学值	0.32	0.283	0.60	0.009	0.010	1.46	1.32	0.19	0.10		0.021	0.015
34CrNiMo6	校正值	0.31	0.29	0.61	0.009	0.010	1.46	1.34	0.18	0.088	0.000	0.019	0.013
2485	化学值	0.183	0.289	0.468	0.014	0.010	1.50	1.40	0.24	0.112	0.006	0.007	0.010
17CrNiMo	校正值	0.18	0.29	0.46	0.013	0.008	1.50	1.39	0.25	0.10	0.007	0.009	0.008
2519	化学值	0.20	0.234	1.21	0.011	0.012	0.068	0.031	0.214	0.115	0.038	0.017	0.009
20M nMo	校正值	0.20	0.24	1.20	0.010	0.011	0.068	0.031	0.21	0.12	0.035	0.016	0.010
2540(1204)	化学值	0.11	0.23	1.35	0.008	0.005	0.13	0.48	0.017	0.063	0.015	0.034	0.008
09M nNiD	校正值	0.10	0.23	1.36	0.006	0.005	0.12	0.49	0.015	0.060	0.015	0.033	0.007
2543(1205)	化学值	0.19	0.29	1.305	0.015	0.020	0.045	0.001	0.001	0.102		0.025	0.006
16M n	校正值	0.18	0.29	1.32	0.015	0.020	0.045	0.001	0.001	0.10	0.000	0.020	0.008
2547	化学值	0.503	0.29	0.59	0.018	0.010	1.03	0.261	0.173	0.083	0.004	0.025	0.016
50CrM o4	校正值	0.50	0.29	0.58	0.017	0.010	1.03	0.27	0.17	0.065	0.005	0.023	0.015
2548	化学值	0.474	0.34	0.60	0.015	0.006	1.02	0.16	0.19	0.112	0.004	0.023	0.015
50CrM o4	校正值	0.47	0.34	0.59	0.016	0.005	1.02	0.15	0.18	0.10	0.005	0.021	0.013
2549(1206)	化学值	0.20	0.23	1.21	0.010	0.004	0.052	0.175	0.217	0.10	0.070	0.026	0.013
20M nMo	校正值	0.20	0.23	1.20	0.009	0.005	0.050	0.17	0.22	0.088	0.060	0.025	0.013
2550	化学值	0.26	0.17	0.86	0.006	0.004	0.031	0.004	0.003	0.067	0.024	0.014	0.009
A105MY	校正值	0.25	0.17	0.85	0.005	0.003	0.030	0.004	0.003	0.060	0.025	0.012	0.009
2551(1208)	化学值	0.426	0.295	0.57	0.014	0.004	1.02	0.041	0.171	0.060	0.033	0.025	0.016
42CrM o	校正值	0.43	0.30	0.57	0.013	0.005	1.02	0.040	0.16	0.050	0.030	0.023	0.015
2552	化学值	0.098	0.233	1.29	0.006	0.008	0.104	0.59	0.017	0.072	0.023	0.037	0.013
09M nNiD	校正值	0.090	0.23	1.28	0.008	0.007	0.10	0.57	0.015	0.065	0.024	0.035	0.010
2558	校正值	0.472	0.254	0.605	0.012	0.004	1.08	0.171	0.18	0.078		0.012	0.011
50CrM o4	化学值	0.48	0.25	0.60	0.012	0.005	1.08	0.17	0.18	0.070	0.000	0.014	0.010
2561(1211)	化学值	0.33	0.27	0.49	0.011	0.006	0.95	0.34	0.19	0.088		0.016	0.010
4130	校正值	0.33	0.27	0.48	0.010	0.005	0.95	0.35	0.18	0.08	0.000	0.013	0.008
2567	化学值	0.255	0.16	0.855	0.008	0.005	0.051	0.030	0.006	0.070	0.030	0.015	0.009
A105MY	校正值	0.25	0.17	0.86	0.007	0.003	0.051	0.030	0.005	0.064	0.027	0.012	0.007
2568	测试值	0.31	0.21	0.311	0.007	0.009	1.75	3.29	0.36	0.077		0.016	0.081
30Cr2Ni4M V	校正值	0.31	0.21	0.30	0.009	0.007	1.75	3.26	0.36	0.070	0.002	0.017	0.073
2569(1214)	测试值	0.34	0.317	0.55	0.015	0.006	1.03	0.085	0.175	0.10		0.020	0.014
35CrM o	校正值	0.34	0.31	0.54	0.017	0.006	1.03	0.085	0.17	0.088	0.000	0.019	0.013
2328(0914)	化学值	0.46	0.27	0.60	0.012	0.009	0.13	0.019	0.010	0.029		0.016	0.009
45	校正值	0.45	0.27	0.60	0.013	0.009	0.13	0.020	0.008	0.025	0.002	0.020	0.010

表 2 部分试验数据

编号	元素	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Al	Nb	V
2329.	化学值	0.15	0.19	0.49	0.009	0.007	0.922	0.10	0.49	0.12	0.02	0.022	0.013
15CrMo	校正值	0.15	0.20	0.48	0.007	0.008	0.93	0.10	0.48	0.11	0.02	0.020	0.012
2331	化学值	0.20	0.31	1.15	0.006	0.006	0.027	0.026	0.20	0.090		0.015	0.008
20MnMo	校正值	0.19	0.31	1.14	0.008	0.007	0.030	0.025	0.21	0.085	0.0002	0.015	0.009
2332	化学值	0.212	0.240	1.03	0.012	0.013	1.22	0.142	0.23	0.12		0.012	0.010
20CrMnMo	校正值	0.20	0.24	1.04	0.012	0.012	1.22	0.15	0.22	0.11	0.0004	0.010	0.008
2333	化学值	0.503	0.26	0.525	0.010	0.010	1.04	0.035	0.18	0.080		0.019	0.011
50CrMo4	校正值	0.50	0.26	0.53	0.010	0.010	1.04	0.030	0.17	0.082	0.005	0.020	0.010
2335	化学值	0.44	0.233	0.59	0.012	0.013	0.994	0.18	0.18	0.22	0.019	0.026	0.015
42CrMo	校正值	0.43	0.24	0.60	0.012	0.013	0.99	0.18	0.17	0.22	0.020	0.025	0.015
2342	化学值	0.15	0.24	0.46	0.007	0.006	0.911	0.021	0.477	0.112	0.043	0.021	0.012
15CrMo	校正值	0.14	0.24	0.45	0.008	0.005	0.91	0.020	0.49	0.10	0.040	0.020	0.011
2349	化学值	0.13	0.303	0.41	0.017	0.003	8.61	0.10	0.893	0.043		0.10	0.20
F91	校正值	0.10	0.30	0.41	0.015	0.005	8.65	0.10	0.88	0.040	0.0005	0.080	0.20
2350	化学值	0.132	0.296	1.29	0.007	0.008	0.225	0.148	0.029	0.041	0.017	0.016	0.024
16Mn	校正值	0.13	0.30	1.31	0.007	0.007	0.22	0.15	0.030	0.045	0.017	0.015	0.02
2354	化学值	0.215	0.235	1.19	0.015	0.010	0.16	0.148	0.219	0.10	0.016	0.015	0.010
20MnMo	校正值	0.20	0.24	1.21	0.014	0.010	0.16	0.15	0.23	0.090	0.015	0.015	0.013
2357	化学值	0.433	0.275	0.615	0.010	0.014	0.12	0.029	0.014	0.055	0.031	0.018	0.009
45E	校正值	0.43	0.28	0.62	0.010	0.012	0.12	0.025	0.013	0.050	0.028	0.019	0.010
2360	化学值	0.34	0.215	0.52	0.022	0.020	1.01	0.10	0.17	0.086		0.016	0.011
35CrMo	校正值	0.34	0.22	0.51	0.020	0.018	1.01	0.09	0.16	0.085	0.0002	0.015	0.010
2365	化学值	0.114	0.549	0.35	0.005	0.007	1.18	0.10	0.50	0.077	0.03	0.020	0.012
SA336F11	校正值	0.10	0.55	0.36	0.005	0.006	1.18	0.096	0.48	0.080	0.03	0.021	0.011
2366	化学值	0.114	0.249	0.45	0.007	0.007	2.33	0.217	1.01	0.084	0.002	0.017	0.019
12Cr2Mo	校正值	0.10	0.25	0.44	0.008	0.007	2.33	0.20	1.0	0.085	0.003	0.015	0.020
2367	化学值	0.32	0.241	0.55	0.013	0.014	0.995	0.114	0.16	0.090		0.015	0.011
35CrMo	校正值	0.31	0.24	0.54	0.014	0.014	1.00	0.12	0.16	0.080	0.0002	0.015	0.010
2374	化学值	0.12	0.204	0.40	0.011	0.006	2.15	0.225	1.00	0.090		0.016	0.017
12Cr2Mo1	校正值	0.12	0.20	0.40	0.010	0.005	2.15	0.22	0.99	0.080	0.0002	0.015	0.018
2377	化学值	0.15	0.235	0.45	0.010	0.005	0.923	0.25	0.52	0.11	0.010	0.015	0.010
15CrMo	校正值	0.14	0.24	0.44	0.009	0.006	0.93	0.24	0.50	0.12	0.010	0.016	0.010
2378	化学值	0.21	0.24	1.00	0.015	0.011	1.28	0.21	0.19	0.070		0.015	0.012
20CrMnMoA	校正值	0.20	0.24	0.99	0.014	0.010	1.28	0.20	0.18	0.075	0.002	0.015	0.011
2424(1016)	化学值	0.23	0.258	0.715	0.010	0.008	1.05	0.076	0.18	0.12		0.021	0.014
25CrMo4	校正值	0.22	0.26	0.71	0.010	0.007	1.05	0.070	0.17	0.11	0.000	0.020	0.014
2570	化学值	0.306	0.26	0.505	0.008	0.007	1.01	0.226	0.18	0.063		0.011	0.011
4130	校正值	0.31	0.26	0.51	0.009	0.006	1.01	0.22	0.17	0.065	0.000	0.013	0.010
2572(1216)	测试值	0.48	0.26	0.61	0.015	0.010	1.07	0.25	0.20	0.096		0.020	0.012
50CrMo6	校正值	0.48	0.26	0.62	0.013	0.008	1.07	0.24	0.18	0.080	0.001	0.019	0.013

参考文献

- [1] 王俊德,姚晶玉.英国希尔格分析仪器公司 E983/C 光谱仪[J].光谱实验室,1993,10(增刊):310—368.
 [2] 韦雅文,张丽娟.碳素钢和中低合金钢的光电发射光谱分析方法[S].GB/T4336.北京:中国标准出版社,1984.
 [3] 李廷钧.发射光谱分析[M].北京:原子能出版社,1983.111.

Direct-Reading Spectral Analysis for Drill Chip Samples of Low Alloyed Steel

ZHANG Jiao-Yun ZHANG Zhong-He^a

(Department of Economic Management, Nanjing College of Chemical Technology, Nanjing 210048, P. R. China)

^a(Quality Testing Center, SINOPEC Nanjing Chemical Industrial Co., Ltd., Nanjing 210048, P. R. China)

Abstract The paper introduced the measuring and testing technique of using direct-reading spectrometer directly for “drill chip samples” of low alloyed steel. C, S, Si, Mn, P, Cr, Ni, Mo, Cu, Al, V, Ti more than 20 elements in drill chip samples can prettily determined by the direct-reading spectrometry, which can satisfy the demand for manufacturing technique in plant laboratory. The research will fill up the gap of the direct-reading spectral analysis method for the iron and steel at home and abroad.

Key words Drill Chip Sample; Direct-Reading Spectrometry; Element

欢迎您投稿 “高效、保质”的中文核心期刊
《光谱实验室》

这是您的发明、发现获得“优先权”的可靠保障!

发表周期多数(50% - 75%)为 5—9 个月,

少数(20% - 45%)为 1—5 个月,极少数(0- 7%)为 15—30 天

及时发表科技论文,是尽早实现其社会效益的前提,也是作者创造性劳动得到尊重、为在世界上取得“优先权”的可靠保障,因为发明、发现的“优先权”通常是以出版时间为准的。因此,本刊把尽快发表作者的论文,视为自己的神圣职责。

确保论文质量是论文早日发表的条件。作者发表论文总是要反映自己在工作中有所发明、有所发现和有所创造的成绩,而不是去暴露自身的“缺欠”和“毛病”,换言之,作者发表论文总是要为自己“争光”;而不是让自己“蒙羞”。因此,作者投稿之前,除了自己要反复检查外,一定要多请您周围的同事、专家挑“毛病”,把“毛病”消灭在投稿之前,再投本刊才能发表得快。如果本刊挑出毛病,再请作者修改,反复“折腾”,不仅消耗双方精力,而且必然延长发表时间。保证质量的基本要求就是论文要做到“齐、清、定”。“齐”即全稿包括表、图和照片等齐全;“清”即文字图片打印(书写)清楚,不得有模糊不清的文字、图片和数字,段落要分明,便于排版和校对;“定”即做到稿件内容完整、简洁,在编辑过程中无须增删修改。

来稿请用 Word 排版,用电子邮件发到本部电子信箱(E-mail: gpsys@263.net)。

本刊收到作者来稿后,都会在 3 日(遇公休日顺延)内发出“收稿通知”。因此,作者发送稿件后 7 日以上都没有消息,一定要及时来电查询。

一篇论文出版,常常需要反复沟通“作者→编辑部→审者→编辑部→作者”之间的联系,其中与作者的联系是最重要的一环,一旦脱节,必然中断编辑过程。因此作者来稿时,务必将联系人的正确的姓名和详细地址、办公室电话、手机号码、传真号码和电子信箱等(通讯方式要尽可能全)告诉编辑部,以便能及时与您联系。否则,由此而产生的不良后果由作者自己负责。

本刊发表论文的宗旨是学术交流,而不是应付“评职称”、“拿文凭”等。

《光谱实验室》编辑部