

光谱检测技术在工程材料验收中的应用

李 岚¹, 霍祥华², 冯敬阳²

(1. 中国石油西南油气田分公司重庆天然气净化总厂, 重庆 401236

2. 中国石油西南油气田分公司罗家寨气田地面工程建设项目部, 四川 成都 610051)

摘 要: 石油化工工程用抗酸、抗硫、耐腐蚀以及耐高温、高压的金属材料, 要求具有稳定的离子含量, 以保证安全可靠。应用原子发射光谱检测技术的金属分析仪, 可对金属材料中的各种控制元素含量进行快速分析, 通过与化学分析法的数据对比, 表明具有较高的准确度, 为工程材料验收提供一项重要依据。

关键词: 检测技术; 原子发射光谱法 (atomic emission spectrometry); 元素分析; 材料验收

文章编号: 1006-5539(2007)04-0036-03

文献标识码: B

随着我国科学技术以及国民经济的快速发展, 具有特殊功用的材料不断涌现, 而建设项目中采用了各种特殊性能的金属材料。钢材的质量和性能是由不同元素的含量所决定的, 特别是抗酸、抗硫、耐腐蚀以及耐高温高压的材料, 要求具有很稳定的离子含量, 以保证材料的高性能和高可靠性。所以对于这些具有不同性能的金属材料进行元素含量定量测定具有重要的意义, 应用发射光谱法的检测技术也起到了关键作用。

1 原子发射光谱法

1.1 方法概述^[1~3]

原子发射光谱法 (atomic emission spectrometry AES) 是根据处于激发态的待测原子回到基态时发射的特征谱线对待测元素进行分析的方法。这一分析方法包括了三个主要的过程: 即首先由光源提供能量使样品蒸发, 形成气态原子, 并进一步使气态原子激发而产生光辐射; 然后, 将光源发出的复合光经单色器分解成按波长顺序排列的谱线, 成光谱; 最后, 用检测器检测光谱中谱线的波长和光强度。由于待测元素原子的能级结构不同, 因此发射谱线的波长不同, 据此可对样品进行定性分析, 而根据待测元素原子的浓度不同, 因此发射强度不同, 可实现元

素的定量测定。

原子发射光谱法是光学分析法中产生与发展最早的一种。在各种材料定性定量分析中, 原子发射光谱法发挥了重要作用。特别是新型光源的研制与电子技术的不断更新和应用, 使原子光谱分析获得了新的发展, 成为仪器分析中最重要的方法之一。

由于原子发射光谱分析法的诸多优点: 灵敏度高、选择性好、分析速度快、用样量少、能同时进行多元素的定性和定量分析等, 原子发射光谱已成为元素分析最常用的手段之一。但是, 原子发射光谱是原子的光学电子在原子内能级之间跃迁产生的线状光谱, 反映的是原子及其离子的性质, 与原子或离子来源的分子状态无关, 因此, 原子发射光谱只用来确定物质的元素组成与含量, 不能给出物质分子的有关信息。此外, 常见的非金属素, 如氧、氮、卤素等的谱线在远紫外区, 目前一般光谱仪尚无法检测。

1.2 原理

将制备好的块状样品作为一个电极, 用光源发生器使样品与对电极之间激发发光, 并将该光束引入分光室, 通过色散元件将光谱分解后, 对选定的内标线和分析线强度进行测量, 根据标准样品制作的校准曲线, 求出样品中待测元素的含量。

收稿日期: 2006-12-25

作者简介: 李 岚 (1981-) 女 (满族) 辽宁本溪人, 助理工程师, 学士, 主要从事天然气计量仪表维护及化工原材料质量分析工作。电话: (023) 74651209

©1994-2016 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. <http://www.cnki.net>

2 仪器^[4]

2.1 激发光源

激发光源应是一个电容放电的稳定的光源。

2.2 火花室

火花室应适用氩气保护,火花室直接装在分光计上,有一个氩气冲洗火花架。火花室的氩气路应能置换分析间隙和聚光镜之间光路中的空气,并为分析间隙提供氩气气氛。

2.3 氩气系统

氩气系统主要包括氩气容器、两级压力调节器、气体流量计和能够按照分析条件自动改变氩气流量的时序控制部分。

氩气的纯度及流量对分析测量值有很大的影响,必须保证氩气纯度不小于 99.99%,否则必须使用氩气净化装置,并且氩气的压力和流量必须恒定。

2.4 对电极

不同型号的设备使用不同的对电极。一般使用直径 4~7 mm,顶端加工成 40°~120°的圆锥钨棒(或银棒),其纯度应大于 99%,也可使用直径 1 mm 的平头钨电极。每个实验室根据具体情况确定更换对电极的时间。

2.5 分光计

一般分光计的一级光谱线色散的倒数应小于 0.6 mm/mm,焦距为 0.5~1.0 m,波长范围为 165.0~511.0 nm,分光计的真空度应在 3 Pa 以下工作,或充高纯氮气,惰性气体保护(纯度不低于 99.999%)。

2.6 测光系统

测光系统包括接收信号的光电转换检测器、积分器,直接或间接记录积分器上电压的测量单元和为所需要的时序而提供的必要的开关电路装置。

3 取样分析

3.1 取样

分析样品应保证均匀、无缩孔和裂纹,铸态样品

的制取应将钢水注入规定的模具中,用铝脱氧时,脱氧剂含量不应超过 0.35%,钢材取样应选取具有代表性的部位。

通常要求分析样品直径大于 16 mm,厚度大于 2 mm,并保证样品表面平整、洁净。研磨设备可采用砂轮机、砂纸磨盘或砂带研磨机,亦可采用铣床等加工。

标准样品和分析样品应在同一条件下研磨,不得过热。

3.2 分析步骤

a 仪器预热到工作温度,使测光系统工作稳定。

b 分析工作前,先激发一块样品 2~5 次,确保仪器稳定,使仪器处于最佳工作状态。

c 校准曲线的制作:在选定的工作条件下,激发一系列标准样品,每个样品至少激发 3 次,以每个待测元素相对强度平均值和标准样品中该元素的浓度值绘制校准曲线。

d 每天应用再校准样品对仪器进行校准,校准的间隔时间取决于仪器的稳定性。

e 按 c 选定的工作条件激发标准样品和分析样品,每个样品至少激发 2~3 次,取平均值。

3.3 分析结果的计算

根据分析线对应的相对强度,从校准曲线上求出分析元素的含量。

待测元素的分析结果,应在校准曲线所用的一系列标准样品的含量范围内。

3.4 分析结果的真实可靠性

本文选取了 3 种型号的 5 台便携式光谱仪,分别对 3 种标准样品和 6 个随机抽取样品进行分析。并于化学分析数据进行对比,该方法分析数据较为真实可靠,测光误差常量 RSD 在 0.2%~0.5% 以下,准确判断率达 95.3%。

4 光谱检测在罗家寨天然气净化厂工程材料检测的效果

在正在建设中的罗家寨天然气净化厂地面工程建设中,西南油气田分公司投入了大量资金购买了 5 台便携式光谱分析仪用于金属材料入场检测,并取得了良好的效果。在 2006 年 4 月初,检测出一批

法兰选用材质不符合设计要求,代表数量 2 000 余块,与生产厂家取得联系后,厂家承认未按合同要求材质进货生产,该批次法兰材质不符合标准,做全部退货处理。此次退货后,再没有任何厂家因材质问题发生大规模退货事件。截至 8 月 10 日,共检测钢管 283 批次代表数量 11 238 根,不合格 2 根,管配件 1 147 批次代表数量 39 894 件,不合格 388 件,螺栓 116 批次代表数量 55 216 件,不合格 16 件,阀门 8 批次,代表数量 44 个,不合格 4 个。通过对材料材质的光谱检测,把住了材料入场的质量关,为工程建设的安全提供了有力的基础保障。

5 存在问题及改进建议

5.1 存在问题

a 检测时虽然对样品用量少,只需在样品表面激发少量的试样即可完成光谱全分析,但由于取样量少,样品不均匀而使分析结果的误差增大。

b 样品分析时要对材料做表面抛光打磨处理,虽然磨损很微小,但对于一些壁厚较薄的材料,还是有可能超出负偏差。

c 理论上可以对所有材料进行检测,但由于分析仪的枪头设计原因,造成部分小规格材料无法检测,以及棒材管材等材料检测数据不够精确。

d 仪器对气温和大气压力的变化适应能力较差,为了保证分析结果的准确度和灵敏度,仪器需要置于恒温环境中,这给现场露天检测工作的开展造成了一定困难。

e 光谱分析是一种相对的分析方法,需要一套标准样品对照,往往由于标准样品不易制备,使分析受限。造成进口材料因无标准样品而无法检测。

5.2 改进建议及措施

现场使用便携式金属分析仪时,尽可能避开高温及下雨天气,有条件的可在现场准备一间恒温工作室。对于需要做破坏性检测的材料,在采购时可以适当增加一定的数量,对于小直径的钢管可以采取环切式取样的方法来进行检测。

6 结论

使用发射光谱法的便携式光谱仪,结合材料具体情况,在不破坏工件的前提下对工程用金属材料中控制元素含量的测定得到令人满意的结果,且方法快速、准确,具有较高的实用性。在工程材料验收中的应用可以把好材料的质量关,为工程建设质量提供基础保证。

今后的工作要根据地面工程建设的需要,更好的发挥光谱检测在材料质量把关的作用,并结合其他分析测试手段和方法,如化学分析法等准确检测材料的成分含量,保证检测数据的稳定性和可靠性。使之更好的服务于地面建设工程,为材料入场检测提供真实、可靠、准确的分析数据。

参考文献:

- [1] 刘密新,罗国安,张新荣,等. 仪器分析[M]. 北京:清华大学出版社, 2002 41-46
- [2] 辛仁轩. 离子体发射光谱分析[M]. 北京:化学工业出版社, 2005 1-3.
- [3] 程光磊,余自力. 金属离子分析技术[M]. 北京:化学工业出版社, 2004 7-15.
- [4] GB/T 4336-2002 碳素钢和中低合金钢火花源原子发射光谱分析方法[S].