

直读光谱法分析丝状样品中的元素

王琳 王晓洁 方秋萍

(上海航天设备制造总厂, 上海 200245)

摘要 应用直读原子光谱法分析直径在 3 mm 以下的丝状样品, 设计了与之匹配的夹具, 并对类型标准化样品、光源参数、样品处理条件进行了试验及优化。用该法对 $\varnothing 0.8$ 的 1Cr18Ni9Ti 丝材样品进行测定, 各元素光谱分析值与化学分析值接近, 7 次测定结果的相对标准偏差为 0.30% ~ 12.6%。

关键词 直读光谱 丝状样品 类型标准化

在近代科学技术的发展中, 光谱分析广泛应用于成分分析、结构分析等科学的研究中。其中原子发射光谱这一分析方法不仅对金属、合金、矿物成分的测定, 而且对生产过程的控制有着重要的作用。上海航天设备制造厂于 2005 年引进了德国 SPECTRO MAXx 型直读光谱仪, 使材料的成分、结构分析基本上从传统的繁琐、低效的手工分析中解放出来, 但该仪器无法实现对直径在 3 mm 以下的丝状样品的分析。笔者通过设计与样品相匹配的夹具, 并优化一系列分析参数, 实现了对直径在 3 mm 以下的丝状样品的直读光谱分析。

1 实验部分

1.1 主要仪器与样品

直读光谱仪: SPECTRO MAXx 型, 德国斯派克分析仪器公司;

高纯氩: 纯度不低于 99.999%;

1Cr18Ni9Ti 丝材样品: 大连钢厂。

1.2 仪器工作条件

氩气压力: 0.6 ~ 0.7 MPa; 环境温度: 10 ~ 30°C; 相对湿度: 20% ~ 80%。

1.3 实验方法

将类型标准化样品和待测样品进行打磨处理后, 选择不锈钢小样品分析通道, 首先平行激发类型标准化样品 3 次以执行类型标准化, 校正分析曲线, 然后对待测样品平行激发 3 次, 取 3 次测试的平均值作为分析结果。

2 结果与讨论

2.1 样品夹具的设计

由于没有现成的固定直径在 3 mm 以下的丝状样品的夹具, 必须设计与之匹配的夹具, 使样品能固定在火花台上。选用外径不小于 10 mm 的圆管作为夹具, 管高约 40 mm。取若干丝材试样, 紧密捆绑在一起, 然后用铁锤轻敲进圆管内, 尽可能将管填

满。试样的一端要齐平, 长度比管高略长 0.5 ~ 1.0 cm 为宜。

2.2 光源参数优化

光源参数主要包括冲洗时间、预燃时间、火花积分时间, 将三者按 $L_{16}(3^4)$ 正交试验法进行组合, 并分别绘制三者对分析结果精密度影响的走势图, 如图 1 ~ 图 3 所示。

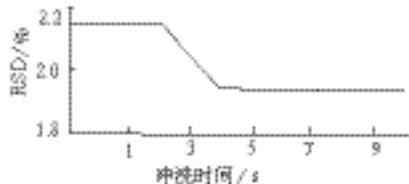


图 1 冲洗时间对精密度的影响

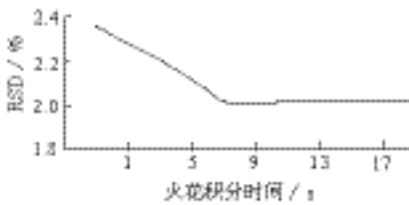


图 2 火花积分时间对精密度的影响

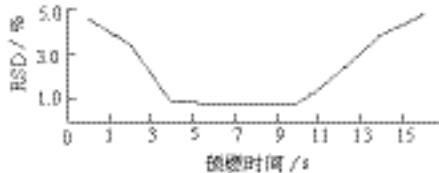


图 3 预燃时间对精密度的影响

试验结果表明, 冲洗时间和火花积分时间对精密度影响较小, 而预燃时间对精密度影响最大。为提高分析效率, 应尽量缩短时间, 因此冲洗时间选择 3 s; 预燃时间在 3 ~ 10 s 范围内各元素的相对标准偏差都较为满意, 设定预燃时间为 5 s; 火花积分时间在 9 ~ 21 s 范围, 各元素的相对标准偏差分布变化不大, 因此将火花积分时间设定为 9 s。

2.3 类型标准化样品的选择和分析

由于分析试样和标样的冶金过程和某些物理状态有差异,会造成分析结果有偏差。因此选择与分析试样规格、牌号一致且成分均匀、物理性能良好(无气孔、砂眼)的样品作控样。控样成分中C、S元素用高频红外碳硫仪分析,其余元素采用湿法化学分析。

2.4 样品处理

分析用样品要求表面平整、无氧化物,因为氧和水等对样品的激发放电有严重的影响;另外,还需要考虑干扰元素的影响;由于硅在Na 149.262 nm光谱线处有连续的光谱带,故分析硅元素时采用有机溶剂擦拭;不分析硅元素时直接在砂轮机或砂纸上打磨。样品处理好后应立即进行测量,以免搁置太久或表面形成氧化物,影响测定结果。

2.5 精密度试验

按照1.3实验方法,对Φ0.8的1Cr18Ni9Ti丝材样品进行分析,分析结果列于表1。

2.6 准确度试验

采用企标所列的化学法(用红外法测定碳硫,钼蓝比色法测定磷,过硫酸铵氧化容量法测定铬,丁二肟直接光度法测定镍,变色酸光度法测定钛),与本方法对Φ0.8的1Cr18Ni9Ti丝材样品进行分析,分析结果列于表2。

表1 精密度试验结果($n=7$) %

元素	光谱分析单点值				RSD
C	0.028 0.027	0.029 0.026	0.028 0.026	0.028 0.026	3.70
S	0.017 0.019	0.017 0.017	0.018 0.018	0.018 0.018	3.44
P	0.016 0.012	0.015 0.011	0.014 0.011	0.014 0.011	12.6
Cr	17.39 17.46	17.42 17.50	17.52 17.60	17.53 17.60	0.40
Ni	9.97 9.94	9.94 9.94	9.90 9.93	9.88 9.93	0.30
Ti	0.336 0.345	0.332 0.345	0.337 0.345	0.339 0.345	1.54

表2 两种方法对1Cr18Ni9Ti丝材分析结果($n=7$) %

分析元素	C	S	P	Cr	Ni	Ti
化学法	0.031	0.020	0.021	17.38	9.93	0.332
直读光谱法	0.028	0.018	0.013	17.49	9.93	0.340

3 结语

用本法分析直径在3 mm以下的丝状样品,准确度和精密度比较理想,能代替企业传统的手工分析法,提高了分析效率。

参考文献

- [1] 周开亿.光谱实验室(第10卷)[M].北京:中国科学院化工冶金研究所,1993.
- [2] 李小杰.真空直读发射光谱分析稳定性探讨[J].冶金分析,1994,4(6):57~59.
- [3] 缪征明.数理统计在分析化学中的应用[M].成都:四川科学技术出版社,1987:214~224,273.

DETERMINATION OF ELEMENTS IN WIRE SAMPLES BY DIRECT-READING AES

Wang Lin, Wang Xiaojie, Fang Qiuping

(Shanghai Aerospace Equipments Manufacturer, Shanghai 200245, China)

ABSTRACT Direct-reading atomic emission spectrometry was applied to the determination of wire samples in diameter below 3 millimeters. The suitable parameters were designed, and the type standardization samples, source parameters, the conditions of sample preparation were studied and optimized. Detection result of each kind of element was consistent with that obtained by chemical method. The relative standard deviation of detection results were in the range of 0.30%~12.6% ($n=7$).

KEYWORDS direct-reading AES, wire sample, type standardization

（上接第47页）

DETERMINATION OF ANTHOCYANIN CONTENT IN BLACK BEAN PEEL BY

pH-DIFFERENTIAL METHOD

Wang Shaobo, Du Yongfeng, Yao Binghua

(Department of Applied Chemistry, School of Sciences, Xi'an University of Technology, Xi'an 710054, China)

ABSTRACT The anthocyanin in black bean peel was extracted by using acidic ethanol and determined by pH-differential spectrophotometry. The detection results indicated that the anthocyanin content in black bean peel was about 3.836 mg/g. The recoveries were 96.2% and the relative standard deviation was 2.97% ($n=6$). pH differential method can be used in quantitative analysis of anthocyanin, and the impurity's interference can be eliminated.

KEYWORDS anthocyanin, black bean peel, detection, pH-differential method