

光谱分析技术在金属材料理化检验中的应用

张美娟

通标标准技术服务有限公司大连分公司

摘要: 金属材料的化学组成及力学性能将直接影响到制品的使用性能, 因而其化学组成及力学性能的检验对于保证制品的质量至关重要。光谱分析技术是一种基于光谱特性的分析手段, 在石化、冶金、医学、农业、地质等领域有着广泛的应用。本文基于金属材料理化检验以及光谱分析, 对光谱分析技术在金属材料理化检验中的应用进行了分析和探讨, 并对检验注意事项进行了探讨, 以期对国内金属材料理化检验工作有一定的参考价值。

关键词: 光谱分析技术金属材料; 理化检验; 应用

【DOI】 10.12252/j.issn.2096-627X.2022.07.073

引言

在石化行业中, 以压力管道、压力容器等为主要生产设备, 担负着易燃易爆、高温高压、有毒有害等有害介质的运输与储存任务。随着人民生活水平的不断提高, 对各种金属产品的原料及理化检验提出了更高的要求。在众多的理化检验方法中, 光谱分析是一种被广泛使用的检验技术。该技术能对金属材料的牌号、成分进行定性与定量分析, 从而保证其合理使用, 避免因原料不当而引起的产品质量与安全风险。

一、金属材料理化检验

对金属材料进行理化性能的分析检验, 是对其进行质量控制的重要途径, 也是质量体系中不可或缺的一项重要环节, 被广泛地应用于工业生产和加工中。金属材料的理化性能检验可划分为物理检验和化学检验, 它们是利用专用的仪器和多种检验手段, 准确地检验金属的理化性能。对金属材料的物理性能进行检验, 主要有力学性能、金相检验等。金属材料的力学性能检验包括高温拉伸、室温拉伸、弯曲、硬度、压缩、冲击、蠕变等检验项目, 旨在通过检验材料的力学性能对其进行综合性能评价。金相检验能检验金属的宏观状态和显微结构, 对是否有缺陷, 气孔, 裂纹等进行精确的检验。金属材料的化学检验以分析被检验物质的化学组成成分和含量为主, 金属材料与化学成分组成的含量密切相关, 对其进行有效的调控将会直接影响到材料的品质与性能。因此, 在许多国家标准和行业标准中, 绝大部分的金属材料都有明确规定的化学组成, 并被当作一种重要的质量标准。要想在工程上更好的应用, 就必须对其构成和性质有一个基本的认识。

对金属化学成分的分析与检验有许多种方法, 其中以化学分析法、光谱分析法最为常用。化学分析法主要是利用物质之间发生的一系列化学反应, 检验金属物质的组成成分。这种检验方法通常耗费大量的人力、物力, 对检验人员的专业技能提出了更高的要求, 是一种

较为传统的化学成分检验方法。近年来, 随着科学技术的飞速发展, 金属材料的成分分析已从常规的重量法、容量法和比色法逐步向新的分析技术发展, 如等离子体发射光谱、电火花直读光谱、X射线荧光光谱等。从以往的一种单一的检验方法, 变成了一种可以同时检验多种成分的方法。大量的自动化仪器设备的问世, 极大地代替了人工操作, 降低了人为因素对检验结果的影响, 提高了检验的效率和准确性。

二、光谱分析

在众多的化学检验方法中, 光谱分析是一种常用的检验手段。光谱分析能对金属材料的牌号、成分进行定性与定量分析。光谱分析方法的种类很多, 其中最常用的有红外吸收光谱、荧光光谱、原子吸收光谱、原子发射光谱等。可以用物质的特征谱线来定性地分析, 并以信号强度作定量的分析。

从形态上看, 光谱可分为线谱、带谱和连续谱三种。谱线是以一定波长相互分离的光谱线; 谱带是由若干含有一定波长的谱线密切联系在一起而形成的谱。连续谱是指辐射强度在频率上连续分布的谱。光谱仪是将受激后的光进行散射, 检验各个光的线, 称为分光系统。光栅是一种由多个等间距的平行狭缝组成的光学元件, 它有透射式和反射式两种。光栅以其大色散率, 高分辨率, 宽光谱范围而被广泛的应用。

光谱分析技术是用色散体系(如棱镜、光栅等)将多色光线按其波长或频率次序排列。在这个范围内, 人们肉眼可以看到的电磁波, 称之为可见光。不同的光谱是基于物质和电磁波的交互作用。光谱分析技术由光能、电能等能源供给, 能量与待测材料作用, 以及能量与待测材料作用生成探测信号, 再将其转换为数据。在仪器方面, 现有的光谱仪主要由五大部分组成: 光源、单色光、吸收池、探测器和显示器。

光谱分析法发射光谱元素处于基态状态, 当被加热或电火花激发时, 元素会从基态过渡到激发态, 再回

到基态，产生特征光谱。谱线的发射波长由两个能级之间的能量差异决定，处于高能级的电子通过多次跃迁返回到初始能级，从而产生多个波段的光，从而形成多条谱线。一种元素能发出构成该元素原子谱的不同波长的谱线。元素的原子谱不同，其特点也不同。根据被测元素的能级结构差异，其发射光谱具有差异性，从而可以对样品进行定性分析。

三、光谱分析技术在金属材料理化检验中的应用

1. 光谱分析前的预处理

(1) 开启光谱仪

在打开光谱仪之前，先确认光谱仪上的电压是否与使用的设备相匹配。为避免对设备造成损害，使用的电源电压应不超过220V。同时，在打开光谱仪之前，务必保证氩气罐打开。在使用氩气时，要注意对气体的流速进行控制，一般将其流量控制在0.8米/秒以内。检验区域内的温度稳定后，即可进行检验和分析。首先对标样进行分析，以确定光谱仪的状态。对于金属材料的检验，一般都是用大块的试样，首先要把黏附在试样表面的污物清理干净，然后用砂轮或锉刀打磨，去除残余的金属氧化物，暴露出金属自身的光泽，以提高光谱分析的准确性。

(2) 光谱仪的燃烧室和电极的清洁

光谱仪的主要组成部分是燃烧室和电极，样品在燃烧室内燃烧。若不对燃烧室和电极进行清理，则有残留的残渣，对检验有很大的影响，因此，一定要保证燃烧室和电极的清洁。在对燃烧室和电极进行清洁的过程中，需要用氩来去除残留的成分。可使用小毛刷子清洗电极。在清洁工作完成之前，不得进行检验。

2. 光谱仪的控制要点

首先，样品的前处理是非常重要的，不仅要保证样品的大小和形状符合检验工作的需要，而且要保证样品的表面干净、平滑，没有明显的缺陷。在实验中，要保证激发孔的密封，使其与电火花支架有充分的接触，而且严格控制样品的温度，避免发生大量的气体泄漏。其次，待检验前处理完毕，再激发样品，为了保证检验结果的稳定，需要连续三次激发，直至检验结果稳定为止。为了保证实验结果的准确性，在实验中必须先进行标样的激发。做完这一工作后，要对电极进行清洁，由于放电结束后，将会产生大量的蒸气，这些蒸气会对检验仪器的工作环境造成极大的污染，同时也会对其内部空间造成一定的影响，因此，一次工作结束后，还要对电极进行清洁。

在使用光谱仪检验和分析金属元素之前，必须对仪器进行一些必要的设置。如果采用ARC-MET930铜合金，

在检验之前，要做以下的调节：（1）在光谱仪操作台上按住设置键，然后在设置菜单中选择金属色；（2）进入用户设置界面，在这一步中，选择操作状态，设置操作实施环境指标；（3）当仪器设置完毕，仪器上就会显示出相应的检验结果。

3. 金属材料的光谱分析

(1) 原子光谱分析

原子光谱分析是一种比较常用的检验手段，它可以分为原子吸收光谱和原子发射光谱。原子吸收光谱分析技术的基本原理是利用原子在气体态时，其外层电子与可见光、紫外光产生的共振辐射，从而实现对被检验元素的定量检验。该法具有灵敏度高，抗干扰能力强，选择性好等优点，同时具有较宽的分析范围和较高的准确度。但其不足之处在于无法实现多种元素的同步检验，且对于难溶性元素的检验灵敏度较低，难以满足复杂样品的检验要求。

原子发射光谱分析技术的基本原理是利用各种元素的离子、原子受电能或热能的激发而产生特定的电磁辐射。该方法具有样品用量少、快速等优点，但仅能对金属进行化学组成分析，无法适应大部分非金属材料。

(2) X射线荧光光谱分析技术

X射线荧光光谱分析技术主要应用于合金牌号的鉴定和金属成分的快速检验。X射线荧光光谱分析技术的基本原理是，在未被激发时，处于低能态，经特定波段的光激发后，会产生高能态，并在能量高的状态下发出荧光，由于其具有独特的光学性质，因此，利用X射线荧光光谱的光谱特性，可以对金属中含有的元素进行探测。通过对标样的谱线进行检验，以标样的谱线强度为参考，可以对试样中的元素含量进行分析，并将其定性为半定量分析，并在金属组成成分的检验中给出大致的含量。

近年来，利用X射线荧光光谱法对铁基合金中的主要杂质成分进行了研究。便携式X射线荧光光谱仪以其快速、简便、准确的特点，体积小，重量轻，可以进行非破坏性的检验，可以极大地减少分析费用。该仪器仅需要按下扳机，即可在数秒至数十秒内对样品中的微量成分进行快速检验，在现场质量控制、材料分级、合金鉴别等方面具有重要的应用价值。

(3) 火花直读光谱技术

火花直读光谱技术利用火花或电弧产生的高温，将样品中的各组成成分从固体中气化，然后将各组成成分产生的各种特性波长经过光栅分束，形成具有特定波段的谱，其特征谱通过缝隙进入相应的光电倍增管，将光学信号转化为电信号，通过分析仪器中的测量和运算

系统,对电信号进行转化,并对各元素含量进行分析。这种检验技术具有较高的精度,可以实现对多种元素的同步检验,也就是一次激发即可实现对多种元素的定量分析。该法具有快速检验、检验限低、准确、多元素同时检验、样品消耗量小、操作简便等优点,但存在以下不足:首先,光谱仪所能检验的元素种类和浓度较低,不具有普适性。其次,对样品的净化及样品的加工都有很高的要求。最后,对试样的外形及大小有严格的规定,不能进行直径过小圆柱体的分析。

X射线荧光光谱仪与便携式的火花直读谱仪都能在不经小型试样的情况下,对大尺度的样品进行原位检验。

金属材料光谱分析主要程序为:找出控制面板上的操作按钮,按一下操作按钮进入检查界面,然后选择选定的样品。对于金属材料的定量分析,一般都是利用计算机技术来分析检测曲线,然后把分析结果连接到计算机上,对结果进行汇总、分析,并以报表的形式显示出来,这样就可以获得对金属材料的分析结果,根据分析的结果来判断金属材料是否符合使用要求。在实际的检测和分析中,根据光谱仪器型号的铜合金检测曲线,输入数据后按Enter键即可完成数据的校验。选择测量曲线,单击设置,进入下一个项目,然后按“选择名称”,选择铜合金。输入铜合金后,返回测量菜单,对铜合金进行测量。测量时,只要将指针置于测量台上,即可实现测量结果的打印。检验员可自行决定是否要输出平均值。打印完检测数据后,要先检查一下氩气开关,然后用小刷子将燃烧室和电极顶部清理干净,关闭电源,待温度下降到室温后,盖上盖子。金属材料的定性和定量分析是金属材料检测的一个重要步骤,在实际检测和分析过程中必须严格按照相关的操作规程进行,才能获得准确的检测结果。

四、检验注意事项

1. 低气流的使用

用氩对金属材料光谱分析的检验和分析,为了保证燃烧室内部的完全燃烧,需要采用较低压力的气体,以保证测量结果的精度和稳定性。所以,在利用氩对金属材料进行光谱探测时,必须采用低压气体流量,保证低压气体能够在测量过程中充分发挥其测量精度。另外,在低压运行的情况下,要对过滤器进行定期的清洁,以确保仪表的正常工作。

2. 标样检验

在进行光谱分析和光谱检验时,必须首先检验标样,并绘制出精确的定标曲线。在对试样进行检验和分析时,应针对待检验样本的种类和特性,选择合适的装

置,才能有效保证光谱分析结果的准确。校正曲线的偏差将会引起仪器分析工作的不稳定,进而对光谱分析产生不利的影 响,甚至会引起分析结果的偏差。在进行光谱分析之前,先用3~4块废样进行加热检验。在该设备运行15分钟以后,该设备的工作状况已经基本稳定,并且处于最佳工作状态之后,才可以对下一步的金属材料进行正式的检验。

3. 对材料打磨工作给予足够的重视

打磨工作就是把金属的表面抛光。在抛光前,要将金属材质的表面清理干净,然后再进行粗研磨。在使用过程中,要尽量保证被检验物的表面达到仪器检验的要求。用砂轮机打磨时,一定要注意所有的砂纸都要和沾盘对齐,在不同的基材之间要换砂纸,以免对基材造成污染。在打磨加工过程中,若不能达到标准,则极易造成检验结果的偏差。

4. 重视密闭性与压力参数的控制

利用光谱仪对金属材料进行检验时,必须保证其密封性,否则将严重影响检验的效果。所以,在实际检验时,应尽量保持密闭的环境,尽量避免空气进入燃烧室,降低检验精度。此外,在检验过程中,气压的大小和氩气的含量密切相关,这对检验结果有很大的影响。所以,在进行光谱检验的同时,还要注意检验过程中的气压,将工作压力尽可能地维持在某一特定的工作范围之内,这样才能有效地提高光谱分析的准确性。

五、结论

为确保金属材料合理使用,消除质量与安全隐患对石化行业及其他行业具有重要意义。光谱分析技术因其能够对材料质量进行快速、准确的判定,已成为材料检测中不可或缺的检测手段,对保障金属制品的质量与安全具有重要意义。

参考文献

- [1] 关于召开2018年全国金属材料光谱分析技术交流会通知(第一轮)[J].理化检验(化学分册),2018,54(9):1082-1082.
- [2] 关于召开2018年全国金属材料光谱分析技术交流会通知(第一轮)[J].理化检验(化学分册),2018,54(8):982-982.
- [3] 李伟杰.直读光谱法测量镁合金中锰含量的测量不确定度评定[J].化学研究,2014,25(3):238-241.
- [4] 陈晓慧,范秋涛,石庆国.X射线荧光光谱分析法及其应用[J].环境技术,2015,33(1):25-27.
- [5] 郑佳,张瑶.影响直读光谱仪检测结果准确性因素的研究[J].机械工程与自动化,2016(6):151-152.