

钢铁的直读光谱分析

ARL 4460 金属分析仪

前言

赛默飞世尔科技公司生产的 ARL4460 金属分析仪在分析时间、灵敏度、精密度和准确度方面卓有成效的改进促使钢铁分析取得了重大进展。

热电科技公司在金属分析方面积累了丰富的经验。迄今，在全世界已安装的光谱仪超过 10000 台。在入场材料控制、冶金过程控制以及成品钢材分析上 ARL4460 成为用户的首选。一年 365 天、24 小时中的分分秒秒，ARL4460 都显示出



其卓越的、可靠的性能。

ARL4460 金属分析仪可在约 50 秒的时间里，同时分析多达 60 个元素，下面将逐一介绍仪器的特点：

铸铁

从冶金视角来看，铸铁可分为白口铁和灰口铁，后者含有游离碳——石墨。合金铸铁中加入的镍、铬、锰、铜等元素可以增加材料的硬度，增强抗腐蚀能力，提高材料工程性能。

钢

大体上可以分为两大类：

1. 低合金铁（铁 \geq 94%）
2. 高合金钢（含有一定数量的铬，镍，锰，钼，钽，钨等元素）

1 低合金钢

合金元素的总量一般不超过 5~7%，主元素有碳（ \leq 1.5%），硅（ \leq 3%），锰（ \leq 2%），铬（ \leq 3%），钼（ \leq 1.5%），铜（ \leq 1%），镍（ \leq 5%）以及钒（ \leq 1%）。有一种称为“易切削钢”的品种，含硫或铅在 0.2~0.3%，需要进行特别校准，并在特殊的光源激发条件下进行分析。

2. 高合金钢

高合金钢除含有铁，碳以外，还包含一个或多个以下元素：镍，铬，钼，锰，硅，钽，钨和钒。

高合金钢的用途十分广泛，主要有：

- 不锈钢
- 工具钢
- 高锰钢
- 高速钢

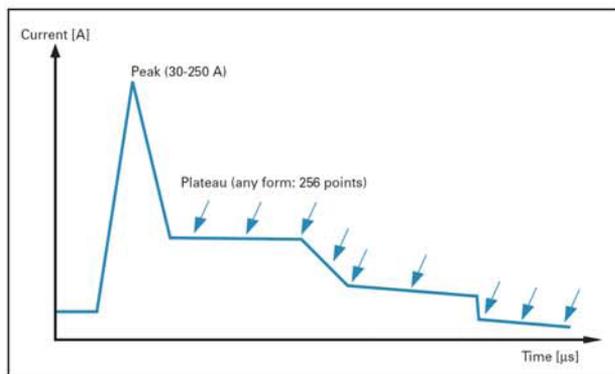
特殊高合金钢，例如耐热钢等。

电流控制光源（CCS）

专利技术——热电科技电流控制光源与其他任何当前使用的直读光谱仪火花光源相比都具有显著的优势，是各类市售光谱仪中唯一的伺服控制“数字光源”。

电流波形由计算机控制，可以选择相应的波形以适应不同类型金属的分析。光源可以高度灵活地实现电流峰值（最大 250 安培）、放电频率（最高 1000 赫兹）和电流波形的最佳组合，从而满足各种分析对象的需要。

光源设计紧凑，安装在紧挨着激发架的一个法拉第笼中，能有效地防止 RF 的泄露，改善综合稳定性（减少连接电缆的电流损失）。

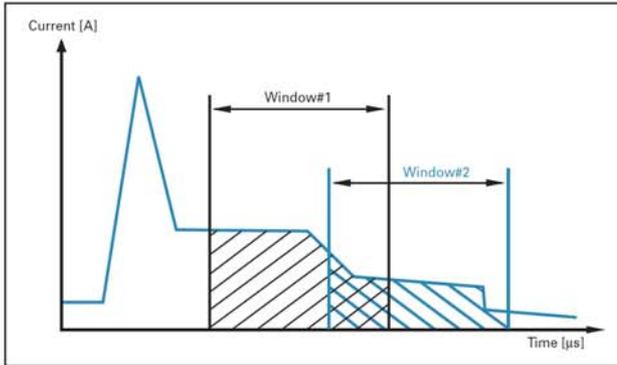


关键词

- ARL 4460
- 火花发射光谱法
- 金属分析仪
- 钢铁

时间分解光谱 (TRS)

采用 TRS 工作模式时,对每一个火花放电仪在明确定义的时间窗口 (TRS) 内采集信号,经过最优化的采集起始点和延时,可以获得最佳信背比 (例如:放电初期峰值电流高、背景也高,应避免这一时段),降低检测下限,改善分析精度。在有些情况下,可以减少原子/低激发电位谱线和离子/高激发电位谱线之间的干扰,从而提高分析准确度。



样品制备

磨样机或铣样机

样品分析时间

分析时间指的是从分析开始到结果显示的时间。

材料 常规激发 ARL 4460

钢 (易切削钢除外)	27s	22s
高合金与低合金铸铁 (灰口铁除外)	31s	22s
易切削钢	68s	57s
易切削钢	50-120s	50-95s

在临界条件下分析时间可以节省 5 至 11 秒。

校准概要

赛默飞世尔科技公司可对多类钢铁品种进行校准,包括:

- * 低合金钢
- * 易切削钢 (硫和铅 \leq 0.3%)
- * 铬钢 (铁素体不锈钢)
- * 铬-镍钢 (奥氏体不锈钢)
- * 锰钢 (锰 \leq 20%)
- * 高速钢 (钴 \leq 10%)
- * 铸铁 (包括 nodular 铁和 Ni-hard-镍 \leq 7%)
- * 高合金铸铁 (铬 \leq 32%及 Ni \leq 16%)
- * 耐热合金 (镍 \leq 35%)
- * 通用铁基 (除易切削钢外)

* 通用铁基“小样品”(除易切削以外)

* 低合金钢与易切削钢小样品

通用铁基校准涵盖了多个按准确度和分析元素划分的专用程序。因此,可以认为是分析各类样品最经济的解决方案。

当使用程序选择功能时,推荐使用通用铁基校准。小样品通用铁基校准也适合于一些性能受限的大块样品。

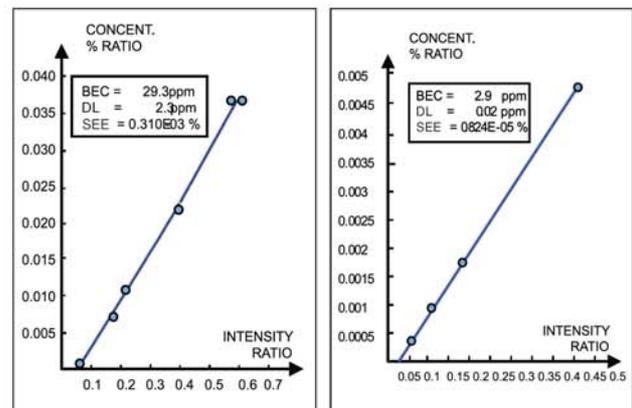
工厂校准 (CARL)

赛默飞世尔科技公司生产的直读光谱仪可以利用 CARL 在生产厂进行钢铁校准, CARL 是一种成熟的多变量回归工具,能对基体效应和谱线重叠干扰进行校正。CARL 可直接提供“交钥匙”系统,交付用户的系统是一个高度准确的分析系统,各种不同的校准钢种如前所述。赛默飞世尔科技公司使用有人证的标准物质(CRM)作为标准样品,随仪器提供的漂移校正样品 (SUS) 用来保持校准的准确性。

准确性

精度只是提供准确度分析的一个方面,校准标样的质量如何才是保证准确性最重要的因素,接下来才是与特定分析任务相关的校准曲线制作得如何。基体匹配和高能预火花激发能减轻或消除基体差异的影响,通过实施适当的校正能显著减少谱线重叠的干扰。

下图展示了应用 TRS 技术显著提高校准曲线相关性的效果:



Element: Cu without TRS

Element: Cu with TRS

ARL4460-铁基典型检出限 (3σ) 和精度 (1σ)

ELEMENT	Al	As	B	Bi	C	Ca	Ce	Co	Cr	Cu	La	Mg	Mn	Mo	N	Nb*
TYPICAL DL [ppm]	0.4	0.7	0.2	1	2	0.2	2	0.6	1.3	0.2	0.1	0.3	0.7	1.4	2.7	0.7
GUARANTEED DL [ppm]	<1	<1.5	<0.4	<2	<5	<0.3	<4	<1	<2	<0.4	<0.3	<0.5	<1.2	<2	<4.5	<1.5
Level [%]	SD															
0.01	0.0003	0.0005	0.0001	0.0005	0.0007	0.0004	0.0015	0.0003	0.0005	0.0002	0.0002	0.0002	0.0005	0.0006	0.0008	0.0002
0.02	0.0004	0.0006	0.0002	0.001	0.0008	0.0007	0.0015	0.0003	0.0005	0.0002	0.0001	0.0005	0.0007	0.0007	0.0009	0.0002
0.05	0.0006	0.0008	0.0003	0.001	0.0015	0.0017	0.0015	0.0004	0.0008	0.0004	0.0003	0.0015	0.001	0.001	0.0016	0.0004
0.1	0.001	0.001	0.0005	0.0015	0.002	0.003	0.003	0.0005	0.001	0.0006	0.0006	0.0025	0.0012	0.0015	0.0025	0.001
0.2	0.002	0.0016	0.001	0.003	0.003	0.005	0.005	0.001	0.0015	0.001	0.0012	0.004	0.0015	0.002	0.003	0.002
0.5	0.0045	0.003			0.0055		0.012	0.002	0.0025	0.0025		0.011	0.003	0.004	0.0055	0.003
1	0.009	0.0045			0.0075			0.0035	0.004	0.005		0.02	0.005	0.006	0.01	0.005
2	0.02		0.003		0.01			0.007	0.007	0.01		0.04	0.008	0.01	0.02	0.01
3	0.025		0.007		0.015			0.01	0.009	0.015			0.01	0.015	0.03	0.015
5	0.04		0.013		0.02			0.016	0.015	0.025			0.02	0.02	0.06	0.025
10	0.08				0.04			0.035	0.025	0.05			0.03	0.04		0.05
20					0.08			0.065	0.04	0.1			0.06	0.06		0.1
30					0.13			0.1	0.05	0.15			0.08	0.08		0.12
40					0.16			0.13	0.065	0.2			0.1	0.1		0.16
10								0.16	0.08	0.25			0.13	0.12		
20								0.3	0.15				0.25	0.2		
30									0.2							
40									0.3							
40									0.4							

ELEMENT	Ni	O	P	Pb	S	Sb	Se	Si	Sn	Ta*	Te	Ti	V	W	Zn	Zr
TYPICAL DL [ppm]	1	20	0.3	0.5	0.7	2	1.5	3	1.5	5	1.5	0.3	0.7	5	0.6	0.6
GUARANTEED DL [ppm]	<1.7	<30	<0.8	<1	<1	<3.5	<3	<5	<3	<10	<3.5	<0.6	<1.5	<10	<1.2	<1
Level [%]	SD	SD	SD	SD												
0.01	0.0008		0.0003	0.0003	0.0003	0.0008	0.0007	0.0006	0.0005	0.002	0.0006	0.0003	0.0004	0.003	0.0003	0.001
0.02	0.0008		0.0003	0.0004	0.0006	0.001	0.001	0.0006	0.0006	0.002	0.0008	0.0003	0.0004	0.003	0.0003	0.001
0.05	0.0008	0.0005	0.0006	0.0008	0.0014	0.0012	0.002	0.0008	0.0008	0.0025	0.0015	0.0005	0.0006	0.003	0.0004	0.0015
0.1	0.001	0.0006	0.001	0.002	0.0025	0.0015	0.0025	0.001	0.001	0.003	0.0025	0.001	0.001	0.003	0.0007	0.003
0.2	0.001	0.001	0.002	0.005	0.005	0.002	0.003	0.0015	0.0015	0.004		0.002	0.0015	0.003	0.0012	0.006
0.5	0.002	0.002	0.005	0.015	0.01	0.004	0.005	0.003	0.003	0.008		0.005	0.004	0.004	0.0022	0.015
1	0.003		0.009	0.03	0.025	0.007	0.007	0.005	0.005	0.022		0.01	0.007	0.006	0.004	0.025
2	0.005		0.015	0.08	0.06			0.01	0.01			0.02	0.014	0.01		0.04
3	0.007		0.02	0.12	0.1			0.014				0.03	0.02	0.015		0.06
5	0.015		0.035					0.022				0.05	0.03	0.025		0.09
10	0.025		0.06					0.04				0.1	0.05	0.05		
20	0.05							0.08				0.2	0.09	0.1		
30	0.08							0.12					0.12	0.14		
40	0.1							0.15					0.15	0.17		
10	0.15												0.2	0.2		
20	0.25												0.1	0.35		
30	0.45													0.8		
40	0.75													1.5		
40	1															

备注：数据是用推荐的样品制备方法制备的均匀样品所得的结果。
 给出的精度值都是典型值、保证值高于等于典型值的 1.5 倍。
 对于多基体仪器，某些分析性能可能会因所选用的分析谱线和光栅的不同而有所变化。
 保证检出限是在 95%置信概率下计算得出的。
 选购 CNO 选项可以改善 C、N、O 的分析性能（参见专题应用报告）。
 * 当 [Ti] > 0.2% 时，Nb 的检出限典型值是 2.4ppm，保证值是 3.7ppm。
 * 如果分析对象不是低合金钢，Ta 的检出限典型值是 12ppm，保证值是 18ppm。

性能保证

本公司保证在使用均匀样品和推荐制样方法的情况下达到表中所示精度。当有新的精度发布时，上表将被刷新，请与当地赛默飞世尔科技公司办事处或登录本公司的网站

www.thermo.com/elemental，以获取最新信息。

分析精度按下式计算得出：

$$SD(1\sigma) = \pm \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n-1} (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

其中：Xi 各次测量值

X 算术平均值

N 测量次数

检出限 (DL) 定义为：

背景浓度标准偏差的三倍。分析下限 (LLQ) 与合金种类有关，见校准手册的定义。

选购项

1. PIM2

PIM2 分析法用来测量低合金钢中酸溶/酸不溶铝和硼，不需要操作者具备特殊的技能并能取代昂贵的湿法分析。

2. 小样品分析

本选购项利用特殊的激发条件，能够定量分析线材或直径小于 3mm 的小样品。通常小样品用时费力成本高的方法分析（例如 ICP，化学方法等）。

3. CNO 选购项

CNO 选购项用于超低碳氮氧的分析，并改善这些元素在低含量的分析状况，因而不需要替代的方法，例如燃烧法。本方法的应用之一就是微合金钢的分析。

4. 在线 Spark-DAT（火花数据采集与处理）

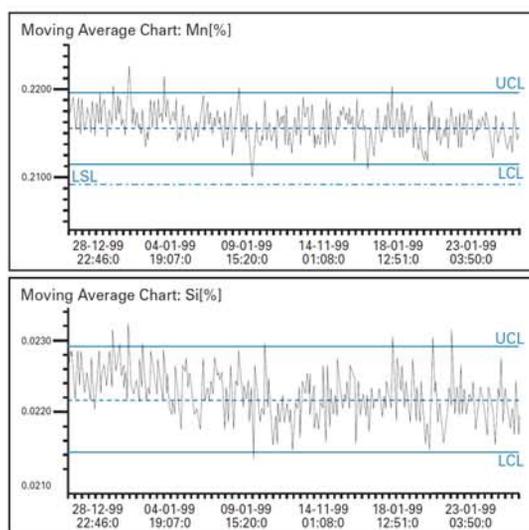
Spark-DAT 的目的是用来采集各个单火花数据而非单火花数据的累加值，并通过快速的在线算法对这些信号进行处理。Spark-DAT 测量低合金钢中酸溶/酸不溶铝和硼的性能更加优良。另外，Spark-DAT 是当今获得夹杂物总量、尺寸和成分相互关系最速快的一种技术，它可用于生产中对夹杂物的控制，几乎可以和成分同时出报告。Spark-DAT 法可以取代周期长、费用高的钢的洁净度指数的方法，以及其他一些取决于金属中夹杂物状态的特性的方法（如抗疲劳特性、低含量全氧）。

本公司可提供单独的专题应用报告。

稳定性

在日常分析中稳定性是极其重要的。超过 24 小时的中期稳定性试验表明典型的测量值标准偏差小于精度值的两倍，非常令人满意。

下图是两个元素 15 天以上的长期稳定性试验结果，没有一个测量值超出控制界限。而且其间没有进行过一次标准化。



结论

ARL 4460 不仅提供现代分析技术，而且成为能够满足金属分析市场需求的完整分析系统。

- * 无可匹敌的硬件系统保证了稳定和可靠。
- * 在很短的分析时间内可获得优异的检出限、精度、准确度、稳定性，以及达到消除记忆效应的效果。
- * 最先进的软件技术。
- * 具有满足未来市场的潜力。
- * 操作简便，即使是技能不高的工人或研究人员也能操作。
- * 最广泛的分析范围。
- * 能够与 ARLSMS-2000 和 ARL SMS-3000 系列等自动样品处理系统连接。
- * 先进的技术/服务支持。

上述优势将助您优化生产力，达到最短的回报时间：

- * 优异的、广为人知的仪器寿命，以及持续升级（软件和硬件）的可能性使客户可以减少投资的费用。
- * 仪器可满足今后生产需求，因此也能减少投资费用。
- * 因为分析更快速、更准确而降低了生产成本。
- * 仪器稳定性高，不需要频繁进行漂移校正，从而也降低了生产成本。
- * 漂移校正样品消耗少，以及维护简单，可降低运行和维护费用。
- * 得益于材料使用优化以及比其他方法法低得多的运行成本，大大降低了客户的总体管理费用。

有着 70 多年技术创新的经验和历史，本公司已成为全世界直读光谱分析的领跑者，我们将与客户携手为提高分析效率、提高生产率而努力。

ISO REGISTERED
9001
CERTIFIED

Thermo Fisher Scientific,
San Jose, CA USA is ISO Certified.