

镍基合金钴元素可见光谱数字化分析技术研究

Digital Visible Spectrum Analysis of Co in Ni-based Alloy

刘平¹, 杨军红²

(1 北京航空材料研究院, 北京 100095;

2 北京莱特锐科技发展有限公司, 北京 100081)

LIU Ping¹, YANG Junhong²

(1 Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing

100095, China; 2 Beijing Lightray-Tech Co., Ltd., Beijing 100081, China)

摘要: 研究了镍基合金中 Co 元素的可见光谱数字化分析技术, 对镍基合金中 Co 元素的 Co481.35nm 和 Co645.02nm 分析谱线组进行了数字化处理。探索了使用可见光谱数字化分析系统对镍基合金中 Co 元素可见光谱进行定量分析和牌号鉴别的方法。结果可用于镍基合金中 Co 元素的定性、定量分析和合金牌号鉴别。

关键词: 数字化分析; 钴; 镍基合金; 可见光谱

中图分类号: O657.32 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2008)11-0046-03

Abstract: The digital analysis method was developed for visible spectrum of cobalt in Ni-based alloy. The researches were carried on the character of Co481.35nm and Co645.02nm line groups in Ni-based alloy. The quantitative analysis and the identification of alloy mark was studied on cobalt in Ni-based alloy by digital analysis system. The results can meet the qualitative analysis and the quantitative analysis on cobalt in Ni-based alloy, which also can be used to exactly examine alloy mark.

Key words: digital analysis; cobalt; Ni-based alloy; visible spectrum

Co 是镍基合金中常见合金元素。Co 对镍基合金的可锻性及合金化程度等性能具有重要影响, 一般情况下含量较高。但 Co 元素资源稀少, 价格昂贵, 对合金成本影响较大, 准确控制 Co 元素含量对保证镍基合金整体性能和控制成本非常重要。材料可见光谱分析技术具有分析速度快、成本低、样品损伤小、可现场使用等优点, 可用于镍基合金 Co 元素含量的快速分析。

常规的可见光谱分析以人眼目视测光为基础, 分析结果的准确程度与操作者的视觉识别能力、看谱经验等有较大关系, 不利于质量管理及溯源等。本工作探索了镍基合金中 Co 元素的可见光谱的数字化转换和计算机处理技术, 对部分典型牌号合金进行了定量分析和牌号鉴别研究, 得到理想结果。

1 实验

1.1 仪器

WKT-04 型台式棱镜看谱镜、WKT-10A 型便携式棱镜看谱镜(天津谱析光学仪器厂生产); 光谱范围: 390~700nm; 光源使用电弧放电光源。

LTR2.0 可见光谱数字化处理系统(北京莱特锐科技发展有限公司生产)。

1.2 试样和实验条件

采用块状或棒状光谱试样, 表面经细砂纸打磨处理。分析间隙 0.5~2mm; 电弧电流 6A; 预燃时间 30s; 电极采用铜对电极。

1.3 可见光谱的数字化处理

使用 LTR2.0 可见光谱数字化处理系统将看谱镜输出的可见光谱线转变成数字化的电子谱图, 经计算机处理后在屏幕上显示^[1]。Co481.35nm 谱线组在计算机屏幕上的显示如图 1 所示。

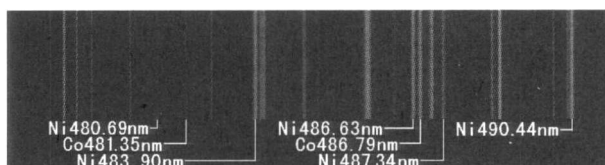


图1 Co481.35nm 谱线组谱图

Fig. 1 Spectrogram of Co481.35nm spectral line group

在使用数字分析系统时, 可以对观测区的图谱进行显示锁定, 然后关闭电弧光源进行分析观测, 避免电

弧的不稳定和元素的燃烧特性对测试图谱的影响。

本工作采用的实际样品数字谱图均为棱镜看谱镜谱图,棱镜看谱镜与光栅看谱镜色散率不同^[2],图1-4可在光栅看谱镜上参照使用。

1.4 视场定位及谱线辨别

视场定位及谱线辨别一直是可见光谱分析工作的技术难点,尤其对初学者来说是一个较高的技术门槛。由于Ni元素在可见光区域的谱线数明显少于Fe元素^[3],镍基合金中元素的视场定位及谱线辨别难度远超过铁基合金。

利用可见光谱分析数字化技术可有效的解决视场定位及谱线辨别的难题。图2为数字系统Co645.02nm谱线组视场定位和谱线辨别示意图。在屏幕下半部分的对比标定区给出了镍基合金中Co645.02nm谱线组的典型谱图,并对主要谱线进行了标定。在选定进行Co645.02nm谱线组分析后,根据系统指示调节看谱镜鼓轮到指定读数。点燃光源后,屏幕上半部分观测区中出现的Co645.02nm谱线组视场谱图与对比区的图谱完全对应,定位完毕后的视场如图2所示。利用对比区标定的谱线可对观测区的分析谱线和比较谱线进行辨别,观测Co645.02nm等Co元素谱线位置处有无谱线出现,判定样品中是否含有Co元素。如果有谱线出现,可使用数字化定量分析功能进行Co元素含量的精确测定。

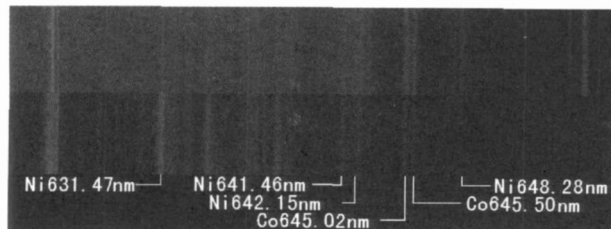


图2 Co645.02nm谱线组的视场定位及谱线辨别

Fig. 2 Visible field localization and spectral line discrimination of Co645.02nm spectral line group

2 结果与讨论

2.1 镍基合金中Co元素可见光谱特征

Co元素在可见光范围内视觉强度最高的谱线有Co645.02, Co481.35, Co458.16, Co453.10nm等多条谱线^[4]。由于Co元素在可见光谱区的谱线灵敏度较低,检出限较高。但镍基合金中Co元素的含量一般较高,以上几个谱线所在的谱线组能满足镍基合金中Co元素测定的要求。考虑到基体镍元素谱线的分布情况,本工作选用Co元素测定常用的Co481.35nm谱线组和Co645.02nm谱线组^[5]进行镍基合金Co元

素可见光谱数字化分析技术研究。

2.2 Co481.35nm谱线组

Co481.35nm谱线组由Co481.35nm和Co486.79nm等几条Co谱线组成,谱线组视场及主要分析用谱线如图1所示。在同一视场中还有钨、钒、铬和钛元素的常用分析谱线,可同时进行镍基合金中钨、钒、铬和钛元素的分析^[6-8]。

2.3 Co645.02nm谱线组

Co645.02nm谱线组位于人眼视觉不敏感的红色区,数字化的谱线组视场及主要分析用谱线如图2所示。Co645.02nm和Co645.50nm两条主要分析谱线特征较为明显。

2.4 数字化分析

数字系统对材料可见光谱图进行处理,可得到视场中所有谱线的相对强度数据,并直观地在谱图中以折线的形式显示出来。图1的Co481.35nm分析谱线组视场经处理后的定量分析谱图如图3所示。由于计算机给出了各谱线的相对强度,谱线间的强度比较以客观量化的方式表示且不受谱线间相对位置限制,有效避免了人为因素对结果造成的影响。

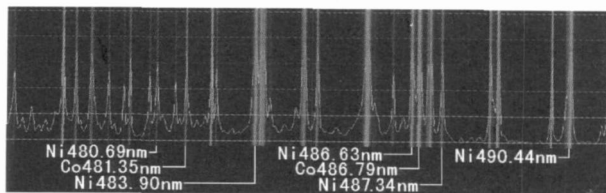


图3 Co481.35nm谱线组的数字化分析谱图

Fig. 3 Digital spectroscopic analysis of Co481.35nm spectral line group

2.5 定量分析

数字化分析给出了分析谱线和比较谱线之间较为精确的谱线强度比值,在此基础上可以进行定量分析。

图4为使用数字系统对4个牌号的镍基高温合金样品Co645.02nm谱线组谱图进行数字化处理后的定量分析情况。4种样品Co元素质量分数分别为:1[#]样品 $w(\text{Co}) = 13.09\%$, 2[#]样品 $w(\text{Co}) = 11.51\%$, 3[#]样品 $w(\text{Co}) = 9.99\%$, 4[#]样品 $w(\text{Co}) = 8.11\%$ 。

由于数字系统可对任意两条谱线的强度进行量化比较,选用一条基体镍元素谱线Ni641.46nm作为比较谱线与分析谱线Co645.50nm进行比较。数字化系统给出了4种牌号镍基高温合金样品的分析谱线Co645.50nm和比较谱线Ni641.46nm的强度比值:1[#]为1.37, 2[#]为1.24, 3[#]为1.12, 4[#]为0.78。进行定量分析时,也可以选用其他相对强度高、线性好的分析线和其他稳定性较好的比较谱线。

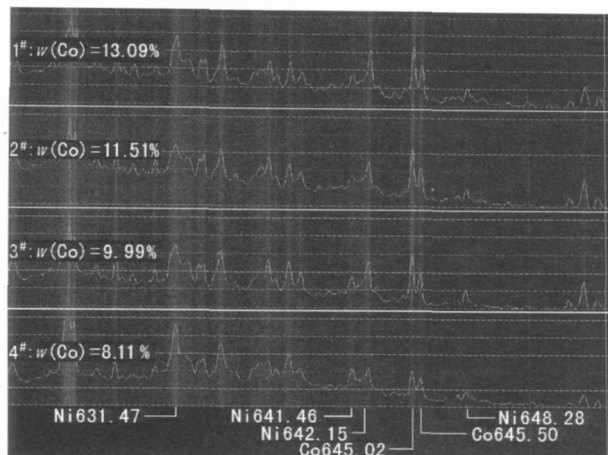


图 4 牌号鉴别

Fig. 4 Identification of alloy mark

数字系统可根据分析需要内置镍基合金 Co 元素成分含量测定工作曲线, 自动进行分析镍基合金 Co 元素的成分含量。

2.5 牌号鉴别

可见光谱分析的另一个主要工作内容是进行牌号鉴别, 这也是在生产现场使用可见光谱分析的主要目的。数字系统可根据客户需求内置要求牌号合金的谱图及元素成分技术指标, 进行牌号鉴别时可直接对系统内置的牌号进行鉴别。如果测定样品牌号不在内置范围内, 可使用系统的记录功能将观测区的视场即时记录成电子谱图, 后期再进行分析处理。

Co 元素是镍基高温合金中的重要元素, 进行牌号鉴别时可以利用数字化分析给出的定量数据进行快速可靠的分析。例如, 数字化系统给出了图 4 中 4 种牌号镍基高温合金样品的分析谱线 Co645.50nm 和比较谱线 Ni641.46nm 的强度比值: 1[#] 为 1.37, 2[#] 为 1.24, 3[#] 为 1.12, 4[#] 为 0.78。实际牌号鉴别时, 利用这组量化比值很容易将 4 种牌号的镍基合金鉴别开。

3 结语

可见光谱分析技术自引入我国已有 50 多年的历史了, 科研人员在技术上的探索研究一直未间断, 快速分析的特点使可见光谱分析技术在工业生产过程中发挥了重要作用。由于现有的仪器设备无法进行谱图记录, 胶卷相机的谱图质量不稳定且无法即时看到记录效果, 限制了可见光谱分析技术的应用范围和技术改进。

数字技术的发展为我们对可见光谱进行数字化采样和记录提供了基础, 在镍基合金 Co 元素分析的应

用中, 谱图即时记录成数字谱图并存储于计算机硬盘等介质中, 为可见光谱分析技术在质量控制领域的应用提供了基础。谱图的量化分析利用计算机自动进行, 摆脱了人眼视觉误差的影响, 为可见光谱分析技术的推广应用提供了更加广阔的空间。

参考文献

- [1] 刘平, 杨军红, 张福来. 材料可见光谱计算机辅助分析系统应用研究[J]. 现代科学仪器, 2007, (4): 46-48.
- [2] 刘平, 庞晓辉, 杨军红, 等. 棱镜看谱镜线色散率及应用研究[J]. 材料工程, 2006, (1): 27-31.
- [3] 刘平, 杨军红. 看谱镜在镍基合金成分分析中的应用[J]. 现代仪器, 2007, 13(1): 63-65.
- [4] 冶金工业部情报产品标准研究所编译. 光谱线波长表[M]. 北京: 中国工业出版社, 1971.
- [5] 刘平, 杨军红. 看谱镜在钴基合金分析中的应用研究[J]. 冶金分析, 2007, 27(1): 48-50.
- [6] 刘平. 高温合金中钨元素的看谱分析技术应用研究[J]. 中国钨业, 2007, 22(3): 38-41.
- [7] 刘平, 杨军红, 刘浩新. 铁基合金中钒元素看谱分析方法研究[J]. 现代铸铁, 2007, 27(4): 80-84.
- [8] 刘平, 杨军红. 铁基合金中钛元素可见光谱分析技术研究[J]. 钢铁钒钛, 2007, 29(1): 71-74.

收稿日期: 2007-12-20; 修订日期: 2008-07-10

作者简介: 刘平(1961-), 男, 研究员, 从事航空材料及性能研究工作, 联系地址: 北京市 81 号信箱 49 分箱(100095)。E-mail: lp9291@sina.com; ping2000.liu@biam.ac.cn

美研发出可卷曲太阳能电池

美国研究人员最近研发出了一种可卷曲的高效硅质太阳能电池, 其柔软程度足以缠绕在铅笔上, 而且还很透明, 可以用在建筑物或汽车的浅色玻璃上。

据路透社日前报道, 伊利诺伊大学的约翰·罗杰斯领导的研究小组采用一种特殊的方法从大的硅晶片上切下薄片, 这些薄片的厚度只相当于大硅晶片的百分之一至十分之一。

罗杰斯说: “我们能够将其制作得非常薄, 足以将其放在塑料上形成可卷曲的结构。还能够将其制成灰色的膜加装在建筑用玻璃上……这一研究成果为建筑物利用太阳能开辟了新的空间。”

罗杰斯说, 他采用传统的单晶硅为材料, 这种硅坚固耐用, 而且效率很高, 但采用现有技术则非常易碎。