

使用 Thermo Scientific ARL iSpark 8860 火花直读光谱仪分析钢铁材料

瑞士 Ecublens 赛默飞世尔科技 Jean-Marc Böhlen 博士

关键词

ARL iSpark, 铁, 钢, 火花直读, OES, 金属分析仪, 氮, 氧, 酸溶/酸不溶部分, 夹杂物

宗旨

对高品质钢铁材料的微量和合金元素进行可靠快速的化学分析

引言

通过75年的应用经验和技術革新, 本公司设定了金属光谱化学分析领域的质量标准。近年来, 性能、稳定性、可靠性和使用寿命已成为我们火花直读光谱仪的关键属性。Thermo Scientific™ ARL iSpark™ 8860金属分析仪将该指导原则和我们的经验与技术创新相结合, 为客户带来他们所期待的基于价值的完整解决方案。



ARL iSpark 8860 光谱仪能够分析您当前和未来应用中的所有必要元素, 适用于所有品质的钢铁材料: 白口或灰口铸铁,

合金铸铁, 低合金钢和高合金钢。无论是来料控制、金属分选、过程质量控制、成品质量控制、认证还是调研, 它都是满足您分析需要的解决方案。ARL iSpark 8860 金属分析仪可提供每周 7 天, 每天 24 小时, 持续的高可靠性。本应用报告将对其具体性能进行详述。



ARL iSpark 8860 - 经验和技能

ARL iSpark 8860 是基于一米焦距光栅, 以著名的 Paschen-Runge 方式布置的真空型光谱仪。该仪器能提供最佳的分辨率和稳定性, 确保测定所有关键微量元素的卓越性能。它具有以下高度创新性的功能和技术。

- 先进的信号采集和处理功能, 改善了性能和精度。
- 更为灵活高效的 IntelliSource 数字火花发生器
- 优化的火花台设计, 在分析期间减少维护量, 并尽可能减少氩气消耗量
- ECO 模式和超级 ECO 模式, 在仪器待机期间大量节省氩气
- 增进仪器功能的光学设计最佳的仪器设计增加了仪器的功能。

Thermo
SCIENTIFIC

元素	Al	As	B	Bi	C	C*	Ca	Ce	Co	Cr	Cu	La	Mg	Mn	Mo	N	N*	Nb
典型检出限	1	0.9	0.2	1.8	4	0.6	0.2	3	1.1	1.6	0.3	0.8	0.1	1	1.7	4.5	3	0.8
保证检出限	1.3	1.3	0.4	2.3	5	1	0.3	4	1.3	2	0.4	1	0.2	1.2	2.5	5.5	3.5	1.1
百分率水平	精度																	
0.001	0.00006	0.00005	0.00003	0.00006	0.00006	0.00004	0.00006	0.00012	0.00003	0.00005	0.00003	0.00007	0.00004	0.00005	0.00005	0.00012	0.00007	0.00004
0.002	0.0001	0.00006	0.00004	0.0001	0.00008	0.00006	0.0001	0.00015	0.00004	0.00008	0.00004	0.0001	0.00005	0.00007	0.00007	0.00015	0.00009	0.00004
0.005	0.00018	0.00008	0.00006	0.00015	0.00015	0.0001	0.0002	0.00025	0.00006	0.0001	0.00007	0.0002	0.00015	0.0001	0.00012	0.0002	0.00014	0.0001
0.01	0.00028	0.0001	0.00008	0.0002	0.0002	0.00016	0.0003	0.0004	0.0001	0.00015	0.0001	0.00035	0.0004	0.00012	0.0002	0.00025	0.0002	0.00015
0.02	0.0004	0.00016	0.00012	0.00035	0.0004		0.0005	0.0005	0.00013	0.0002	0.0002	0.0005	0.0006	0.0002	0.0003	0.00035	0.00025	0.0003
0.05	0.0007	0.0003	0.0002	0.0006	0.0007			0.001	0.00022	0.0004	0.0004	0.001	0.0011	0.0003	0.0005	0.0007	0.0006	0.0004
0.1	0.001	0.00045	0.00026	0.0009	0.001			0.007	0.00035	0.0005	0.0005		0.002	0.0005	0.0008	0.0012	0.001	0.0008
0.2	0.002	0.0005			0.0014				0.0007	0.0008	0.001		0.003	0.0008	0.0012	0.002	0.0016	0.0013
0.3	0.0025				0.002				0.001	0.001	0.0015			0.001	0.0015	0.003	0.0022	0.0017
0.5	0.004				0.003				0.0016	0.0015	0.0025			0.002	0.002	0.004	0.0035	0.0025
1	0.008				0.004				0.0035	0.0025	0.005			0.003	0.004	0.006	0.005	0.004
2	0.013				0.008				0.008	0.004	0.01			0.006	0.006			0.01
3					0.012				0.012	0.005	0.015			0.008	0.009			0.012
4					0.014				0.015	0.007	0.018			0.01	0.01			0.015
5					0.016				0.016	0.008	0.022			0.012	0.012			
10									0.026	0.014				0.02	0.02			
20									0.04	0.022				0.025				
30										0.03								
40										0.04								

元素	Ni	O	O*	P	Pb	S	Sb	Se	Si	Sn	Ta	Te	Ti	V	W	Zn	Zr
典型检出限	1.5	20	17	0.6	1	0.5	2.7	3	2	1	5	2	0.4	1.5	6	0.2	0.6
保证检出限	2	30	20	0.8	1.4	0.8	3.5	3.5	3	2	10	3	0.5	2	8	0.8	1
百分率水平	精度																
0.001	0.00008			0.00003	0.00005	0.00004	0.00005	0.00009	0.00005	0.00005	0.0002	0.00008	0.00003	0.00004	0.0003	0.00003	0.0001
0.002	0.0001			0.00006	0.00008	0.00008	0.00008	0.00012	0.00007	0.00006	0.0002	0.0001	0.00004	0.00005	0.0003	0.00003	0.0001
0.005	0.00015	0.0004	0.0003	0.0001	0.00015	0.00015	0.00012	0.0002	0.00008	0.0001	0.0003	0.00016	0.00005	0.00008	0.0003	0.00004	0.00015
0.01	0.0002	0.0006	0.0004	0.00015	0.0003	0.0003	0.0002	0.00025	0.0001	0.00015	0.0004	0.00025	0.00015	0.00013	0.0003	0.00007	0.0003
0.02	0.0003	0.001	0.0007	0.0002	0.0005	0.0005	0.0003	0.0004	0.00015	0.00022	0.0006	0.0004	0.00025	0.0002	0.0003	0.00012	0.0006
0.05	0.0004	0.002	0.0015	0.0005	0.001	0.001	0.0006	0.001	0.0003	0.00035	0.001	0.001	0.0005	0.0004	0.0004	0.0002	0.0015
0.1	0.0005			0.0009	0.002	0.002	0.0008	0.002	0.0008	0.0005	0.002		0.001	0.0007	0.0006	0.0003	0.0025
0.2	0.0007			0.0015	0.008	0.004	0.002	0.0035	0.0015	0.001	0.0025		0.002	0.0014	0.001		0.004
0.3	0.001			0.002	0.012	0.006	0.003		0.002	0.002	0.003		0.003	0.002	0.0015		0.006
0.5	0.0015			0.005					0.0025				0.005	0.003	0.0025		0.009
1	0.0025			0.008					0.005				0.01	0.005	0.005		
2	0.005								0.008				0.02	0.009	0.01		
3	0.008								0.012					0.012	0.015		
4	0.01								0.015					0.015	0.02		
5	0.015													0.017	0.023		
10	0.025													0.03	0.04		
20	0.045														0.07		
30	0.065														0.09		
40	0.08																

- 元素的均匀性取决于通过采样程序（铸造、锻造或轧制）取得的冶金结构和包括锻造、轧制或热处理造成的机械变形在内的冶金过程。在按照推荐 方法制备的样品中，元素以均匀状态分布时，这些数据有效。当测量精度高于保证精度时，有 95%以上的可能性是样品表面的元素发生了偏析或呈非均匀分布。

• 精度值（以百分比表示）为典型的仪器可重复性。保证精度值为 1.5 倍的典型精度值。

• 检出限（以 ppm 表示）和精度值以十次重复测量为基础

• 保证检出限以 95%的置信界限计算

• C*, N* 和 O*列显示了通过 CNO 选件而获得的更佳性能

• Ta*：钽的检出限适用于低合金钢。对于铬镍钢：典型检出限=12ppm，保证检出限=15ppm

• 这些数据对于所有按推荐配置的单基体 ARL iSpark 仪器有效。多基体仪器的性能可能由于分析谱线和光栅的不同而略有不同

IntelliSource 数字火花发生器

Thermo Scientific IntelliSource 是双电流控制的光源(CCS)，也是最具创意的用于火花直读光谱仪的激发光源。它比其它数字光源更为灵活,允许自定义放电形状，从而最为有效地控制各种金属基体中的样品表面重熔、材料烧蚀和光发射。基体经优化的预积分火花，大大减少了基体效应和冶金结构的影响（在积分之前重新熔化样品表面），以此改进分析的精确度。

其它创新的功能提升了 IntelliSource 的性能。例如，DISC（短路造成的放电中断）改善了微量分析的可重复性。

时间采集（TGA）

TGA 是 TRS（时间分辨光谱 技术）的高精度版本。采集工作在 TGA 窗口（与单个火花同步的极短时间窗口）期间进行。窗口的最优化启动和持续时间能够实现在非相关信号（如噪音、高本底辐射或光谱干扰）的不利影响达到最低时采集相关信号，从而实现较低的检出限和较好的精度值。在某些情况下，TGA 减少了对干扰校正的需求，从而提升准确性。

信号处理

在数字化控制的 TGA 窗口期间对每个单独的放电信号进行积分——最稳定的信号部分

- DISIRE 算法（扩散放电强度扣除）通过舍弃非正常的低强度信号来改善提高精确度

Spark-DAT 方法

SSA(单 火花采集)允许单独采集和储存在 TGA 窗口期间积分的单个信号。随后可用 Spark-DAT（Spark-DAT 采集和处理）算法处理这些信号，以此来确定元素的酸溶/酸不溶部分或者来表征微量夹杂物的多种 参数。

Spark-DAT 方法非常快速——它们与元素分析同时进行，因而能够被用于控制生产中的夹杂物。

样品制备

样品通常使用研磨机来制备(如用于铸铁的砂轮和用于钢材的砂纸)。也建议将铣床用于一些高精度要求的测试 或 夹杂物测定，从而防止研磨机的研磨材料留下任何残留的污染物。

样品分析时间

自分析开始起至显示结果的分析时间的平均值如下：

注：酸不溶物和夹杂物的分析并不影响分析时间

性能保证

公司的保证精度和检出限如第 2 页所示。

精度表达了一个分析中所有单次激发的接近程度。为达到平均结果的高可靠性， 仅需最低的精度值和最少的运行次数。

检出限是能够以一定的概率将信号与空白值相区分的最小浓度含量。它被定义为以浓度单位表示的本底标准偏差的三倍。在进行定量分析时，须考虑最低定量界限（最低定量界限≈三倍检出限）。当校准标准的可用性允许进行低至此点的校准时， 最低定量界限也是我们校准菜单中可能的最低值。

准确性和工厂校准

准确性是光谱仪最重要的品质因素，表示了结果和标准值之间的一致性。该数值取决于用于校准的标准物质的质量、某些仪器属性和参数（如光学分辨率、火花光源状态或 TGA 窗口）， 以及用于计算校准曲线的数学模型。我们的工厂对每台 ARL iSpark8860 分析仪进行单独校准。校准过程使用经完整测试和 认证的参考物质(CRM)和在工厂中得到验证的参考物质(RM)。利用 CARL（校准 ARL）建立校准曲线，CARL 是一种高度复杂的多变量回归(MVR)软件工具，能够修正基体效应和光谱干扰,并保证最高程度的准确性。相同级别的多变量回归软件 MVR 也包含在 OXSAS 分析软件中， 可用于现场工作曲线的校准。

校准摘要

下列校准适用于铸铁和钢铁：

- 低合金钢
- 标准夹杂物分析
- 高级夹杂物分析
- 易切钢≤ 0.3 %)
- 易切削钢（含硫和铜）

- 铬钢（铁素体不锈钢）
- 铬镍钢（奥氏体不锈钢）
- 锰钢 （Mn ≤ 20 %)
- 高速钢 (Co ≤ 10 %)
- 铸铁 —— 包括球墨铸铁和高镍铸铁(Ni < 7 %)
- 高合金铸铁 (Cr ≤ 32 % 且 Ni ≤ 16 %)
- 耐蚀高镍铁 Ni≤ 35 %)

• 铁基通用校准 （包括除易切削钢外的所有铁基材料）
我们的校准 完整交付，是完全参数化的应用程序。标准化样品（SUS）与仪器一起交付，以确保校准精度。欲了解更具体的校准信息，
请联系您最近的赛默飞世尔科技办事处。

被分析的材料/分析类型		时间[秒]
钢（无氮、氧）		16
钢（无氮、氧）		21
铸铁和高合金铸铁		24
易切削钢		53

结论

ARL iSpark 8860 不仅提供了最先进的技术，而且使整个系统可以满足金属分析行业的高端需求：

- 无与伦比的硬件稳定性和可靠性
- 在检出限、精确度、准确性、稳定性和记忆效应方面性能卓越，所有这些在最短的分析时间内实现。
- 最先进的软件技术
- 满足您未来分析需求的潜能
- 易于不熟练工人或研究人员操作
- 最广泛的金属分析
- 微量夹杂物的快速分析
- 兼容于自动分析系统 ARL SMS-2500 和 ARL SMS-3500
- 先进的技术/服务支持

所有这些功能让您优化生产力，并实现最短的回报时间：

- 降低您的投资成本
 - 卓越的仪器使用寿命以及（软件和硬件）不断升级的可能性
 - 满足您未来需求的仪器能力
- 降低您的生产成本
 - 提供更快速、更准确、重现性好的分析
 - 高稳定性和对漂移修正的较少需求提高了仪器的可用性
- 降低您的操作和维护成本：
 - 漂移修正样品消耗量低且维护简单
 - 分析和待机期间大幅节省氩气消耗量
- 降低您的综合操作成本：
 - 材料的最佳利用
 - 相对于其他方法的极低运行成本

欲了解更多有关 ARL iSpark 系列的信息，请登录

www.thermoscientific.com/ispark



可根据校准曲线和测量的可重复性显示每个样品的测量不确定性。提供一份具体的产品说明书。

选项

下列选项可用于分析钢材和铸铁。可按需提供大多数选项的单独应用报告。

•酸不溶物

酸不溶物 Spark-DAT 法被用于确定低合金钢中铝、硼、钛、钙或任何其他元素形成的酸不溶夹杂物或可溶性组分的浓度。它不需要操作人员具备专门的技能，并且有效地取代了高成本的湿法化学分析。

•标准夹杂物分析

此 Spark-DAT 法可以针对微量夹杂物的数量和尺寸的定性测定。

•高级夹杂物分析

与标准夹杂物分析法相比，高级夹杂物 Spark-DAT 分析法提供了附加功能，例如：

- 定量夹杂物尺寸测定
- 测定镇静钢中含量低至几 ppm 的氧

CNO

CNO 选项允许用于在超低水平下碳、氮和氧的测定，因此，因此传统的分析方法如燃烧分析法的使用能够被减少至最低限度，或完全不用。。

稳定性

进行常规分析时，仪器的稳定性是至关重要的。高稳定性降低了维护和漂移修正操作的频率。

2-5 天的中期稳定性测试显示了极好的结果，典型的标准偏差普遍低于保证精度值的 2 倍。

记忆效应

记忆效应被定义为高合金样品（例如不锈钢）测量后，为减少表面浓度所必需的激发次数。ARL iSpark 8860 在激发 5 次后即可达到彻底清洗的目的，可以分析极低浓度的合金元素。

www.thermoscientific.com

©2013 赛默飞世尔科技版权所有。ISO 是国际标准化组织的商标。所有其他商标均为赛默飞世尔科技及其分公司所有。规格、条款和定价或按情况改变。不是所有国家都能购买到所有产品。详情请垂询您当地的销售代表。



Thermo Fisher Scientific
Ecuabens S.A.R.L.
瑞士
通过 ISO 9001 认证

Thermo
SCIENTIFIC
Part of Thermo Fisher Scientific

上海（中国总部）
上海浦东新金桥27号6号楼

广州
广州东风中路410-412号
时代地产中心2405-2406,3001-3004

沈阳
沈阳市沈河区惠工街10号
卓越大厦3109室

北京
北京市东城区安定门东大街
28号雍和大厦西楼7层

成都
成都市武侯区临江西路1号
锦江国际大厦 1406

香港
香港新界沙田，沙田乡事会路138号
新城市中央广场第一座九楼911-915室

免费服务热线：800 810 5118 400 650 5118