

直读原子发射光谱综合小试样程序 分析可靠性研究

戴亚明 张宏鹤 鄢国强 郭香

(上海材料研究所检测中心, 上海 200437)

摘要: 以黑色金属为例, 对直读原子发射光谱小试样程序构成、用途、分析准确性和精密度作了剖析、对比和研究。肯定了通用优势, 发现了存在问题, 提出了改进措施。构思强调了炉后小试样程序设计的组概念、对未知钢种如何从通用程序进入分程序分析所具智能快捷特点作了表述。对制造商需重点设计炉后固态样原子发射光谱软件现状发表了建设性见解。

关键词: 直读原子发射光谱; 钢铁; 综合小试样程序; 固态样激发; 可靠性分析

ANALYTICAL RELIABILITY RESEARCH OF THE GLOBAL SMALL SAMPLE PROGRAM BY DIRECT READING ATOMIC EMISSION SPECTROSCOPY

DAI Ya-Ming, ZHANG Hong-he, YAN Guo-Qiang, GUO Xiang,

(Testing center for shanghai research institute of materials, Shanghai:200437 China)

Abstract: Take ferrous metal as an example, the constituent, usage and accuracy of the global small sample program were parsed, compared and researched by means of AES. The synthesis superiority was ratified, problems were detected and the improvements were proposed. The programming of "group-concept" for small final product sample program was emphasized, the analytical process of unknown series steel were expressed from the general procedures into the sub-program with a fast and smart. It was necessary that constructive proposal about how to design the AES-software are batter by instruments manufacturers.

Key words: AES; Iron and steel; Global small sample program; Solid samples emission; Reliability analyses

由于现代固体样激发直读原子发射光谱, 发展了以下先进技术^{[1, 2][6]}: 即电流控制光源 (Current Controlled Source) —— 电流可调式数字正单向放电脉冲可控火花源、时间分辨光谱 (Time Resolved Spectroscopy) —— 利用电脑采集通道不同时段放电达稳定时的光谱进行积分、以及工厂校正曲线 (Factory Calibration) —— 仪器在工厂制造时已将所需分类工作曲线用众多国际标准样品含量由低到高绘制并储存在电脑芯片中; 由此使得仪器精确度大大提升, 所以不但在炉前甚至在炉后的第三方公正实验室也不断得到实际应用。

炉后应用所遇最大问题是, 在炉前冶炼时, 所采制形状和大小一致的规范光谱样品是没有困难的^[3, 4]; 而在炉后, 则客户所送的成品试样其形状差别不一、大小迥异。经一段时间对钢铁类试样的整理统计, 规范形状的试样仅占所测试样的 1%~5%, 而能用仪

器标准分程序分析的试样块, 只占 15%~25%; 反之需用综合小试样程序分析报结果的, 竟达 60%~75%以上。因此对直读原子发射光谱小试样程序分析的可靠性进行研究和考察很有必要, 目的是谨慎使用以确保分析质量。也期望在炉后使用直读原子发射光谱客户大增下, 使制造商对附带的小试样程序存在的问题进行优化补充, 使之成为日臻完善的炉后试样分析的主要程序组, 以适应炉后分析结果精确度高的要求^{[5] [8] [9] [10, 11]}。

1. 试验部分

1.1 仪器与配制

美国热电ARL4460金属分析仪, 1m焦距, 帕邢-龙格光路设计, 光室温控 $38 \pm 1^\circ\text{C}$ 。曲面光栅, 刻数1667gr/mm, 以 (MDM) 窄带通过滤光器进行级别分选。光栅和狭缝架三点式动态安装。入射狭缝 $20\mu\text{m}$, 出射狭缝 $25\mu\text{m}$ 、 $37\mu\text{m}$ 、 $50\mu\text{m}$ 、 $75\mu\text{m}$; 选用灵敏度分三档、直径28mm信噪比各佳的大光电倍增管。采用高重复率数字光源: 1. 可调最大峰值电流250A, 2. 可调最高频率1000Hz。激发

收稿日期 **作者简介:** 戴亚明(1956-), 男, 浙江人, 高级工程师, 研究方向为原子光谱。

台配有循环水冷装置。WINOE3.0-1 软件。

1.2 仪器分析条件

真空度维持： $\leq 4\text{Pa}$ ；氩气保护：分析时 3.5L/min，待机时 0.3L/min；液氩纯度 $\geq 99.999\%$ 。电极：钨对电极， $\Phi 6\text{mm}$ 、 $\Phi 12\text{mm}$ ，钨针顶角 90 度；放电间隙：3mm。

1.3 铁基中程序及校正曲线性质

表 1. 铁基中程序及校正曲线性质

铁基分类	低合金钢	锰钢	铬钢	铬镍钢	工具钢	合金铸铁	高合金铸铁	易切削钢	综合小试样程序
分程序	FELAST	FEMNST	FECRST	FECRNI	FETOHS	FECAIR	FEHACI	FEFREC	FESMFE
校正曲线标准样品个数	61	15	43	49	32	36	13	31	70
校正曲线能测元素个数	25	13	15	19	12	25	9	19	26

样品是属同一类别的；仅发现易切削钢程序和低合金钢程序中个别标准样品有相同的。除此之外，综合小试样程序 70 个标准样品经仔细筛选比较，则发现有 50 个分别选自铁基正规形状试样的 8 个分程序。通过对工作曲线的图像观察，发现综合小试样程序除有的元素含量范围跨度大、造成曲线浓度同谱线分段或选用次灵敏线外；其余元素校正曲线仅此一条，因此可以确认它们是由不同类别的标准样品点拟合而成的，属于通用性质的校正曲线。列举正规形状试样分程序磷元素来说，P1 它的波长是 178.28nm，使用 2 级光，实际识别位置在 356.56nm 处，通道序数是 11 号；但磷元素其校正曲线按铁基类别的分程序划分，可以见到 8 条（忽略同通道工作曲线浓度分段情况）；然而在综合小试样程序里，只见到一条。铁基标准化校正样计 11 块，正规形状试样 8 个分程序同时受到校正。具体来说低点都是纯铁，高点是参与划线的低合金钢 2 块、铬钢铬镍钢共 2 块（后一块还包含校正氮元素的）、锰钢 1 块、工具钢 2 块、合金铸铁 1 块、高合金铸铁 1 块、易切削钢 1 块。铁基综合小试样程序标准化校正样也正是上述相同的 11 块，没有大小之分；并且校正的先后顺序都相同，因它并没有分程序。可以想象，它的元素工作曲线被校正的点数要大大超过其它铁基分程序。不但校正了截距、斜率，而且还有可能改变工作曲线初始

通过对仪器软件观察分析，发现铁基标准形状试样分程序 8 个，开出通道数是 41 道，铁基综合小试样程序一个，开出通道数是 40 道（少 Co3 次灵敏线 258.03nm），其中“FE4N”273.07nm 是铁基共用内标线。见表 1。从表 1. 可见，正规形状试样分程序是按钢铁类别性质来分的，所作校正曲线的标准

化后的曲率。以上结论也是很明显的：如果有铁基同一类批量样品和某分程序相同（能采用激发光斑 $\Phi 12\text{mm}$ 的常规样品），标准化时可以只校正纯铁低点和该分程序高点就够了；其它标准化校正样可以跳过。而如用综合小试样程序标准化时（激发光斑 $\Phi 6\text{mm}$ ），则原则上要 11 块一起校正。

1.4 铁基正规形状试样分程序和综合小试样程序结果比对

同天对铁基正规形状试样八个分程序和综合小试样程序分别先后进行 11 块标准化校正样的标准化（每块 5 次激发平均）。用八类已知标准样品进行了两者结果比对。（见多表，均略）结论如下：由多表可见，小试样程序（FESMFE）多数钢种元素所测结果基本良好。但测硅结果在质量分数 0.3% 左右较为吻合正确外（低合金钢、高速钢），其余含量都偏高。此时见铬镍钢分程序（FECRNI）也偏高（当测含高锰铬镍钢时此程序正确）。小试样程序可尝试 0.3% 以上分浓度段进行加法系数的修正。

小试样程序测磷的结果，质量分数 0.00-0.01% 时明显偏高，而 0.02% 以上却有偏低趋势；在谱线复杂的高速钢中则令人意外的好。可以用乘法和经验系数法校正。

小试样程序测铜的结果，在普通低合金钢中，略有偏高，在 W18Cr4 中偏高尤甚，其余钢种拟还可以。这只能适用经验系数校正法。

所列铬镍钢表中，铬镍钢分程序和小试样程序在测钒、钛、钨、锡和铌元素时结果偏离较大；由于没有标定值不能草率结论。最好由经典化学法或其它仪器方法仲裁，如没有合适浓度的光谱标样不要轻易报结果。

在含高锰的铬镍钢中，小试样程序长期表现为镍偏低、铬偏高以及钛偏高趋势。铬镍钢分程序则表现为锰、钨偏高；钼偏低的现象。解决方案：1) 如试样大到足以用Φ12mm分析的，先用铬镍钢分程序正确测出硅、铬、镍、钛和钒等元素结果，再用小试样程序正

确测出锰、钼、钨等元素结果。2) 用成份近似的系列控样进行校正。这在新作的含高锰的铬镍钢小试样分程序试验中已得到印证，结果精确性符合要求。小试样程序在测定易切削钢时问题最严重：硫和铅组成元素发生不稳定的大波动、锰的结果不但波动而且大大偏高。经研究查证是和仪器条件设置有关。见表2.事实上，易切削钢实测条件比想象的要复杂得多。七类钢铁分程序用的是同一种测量条件步骤。唯独八种之一的易切削钢所用测量步骤还要分铅硫元素条件和除

表2. 易切削钢分程序与其它分程序实测步骤不同之比较

实测数字化步骤	易切削钢程序铅硫条件	易切削钢其余元素条件	其余七类钢铁分程序	综合小试样程序	钢铁线材程序
氩气吹扫时间(s)	2.00	0	3.00	3.00	17.0
表面预燃时间(s)	40.0	0	8.00	33.0	30.0
曝光积分时间(s)	3.50	3.50	3.50	12.0	10.0
预燃光源数字条件	0	2	0	18.0	18.0
估算频率	500Hz,	600Hz, *	500Hz,	500Hz	500Hz
估算电流	125A	45A	125A	31A	31A
积分光源数字条件	0	2	2	22	22.0
估算频率	500Hz,	600Hz,	600Hz,	600Hz	600Hz
估算电流	125A	45A	45A	11A	11A
氩气吹扫时间(s)	2.00	0	3.00	3.00	17.0

铅硫以外元素的条件——即一个分程序由两种测量步骤条件衔接合成。实际工作时，纯氩先清洗2秒，大电流高能量火花预燃40秒，铅、硫两元素积分3.50秒；由于铅、硫两通道有时间分辨光谱窗口，3.50秒后被控制关闭，氩气再吹扫2秒后结束。此时同一样品中其余被测元素测量程序启动：免氩气清洗(即0秒)、免预燃(0秒，即预燃光源数字条件表2打“*”处实际上未被执行)、低能火花积分3.50秒后，整个易切削钢分程序测量才结束。预燃包括初始激发和均相化两个阶段。在初始激发阶段试样表面的冶炼沉积物夹杂大多受热蒸发产生低温等离子体而形成扩散放电，各元素强度值极低。当各种夹杂物被驱除后，各元素光强即升至最大；激发点表面逐渐形成凝聚放电、而进入均相化阶段。均相化作用结束时试样即处于稳定的激发状态，不过初始激发期和均相化

期所需时间长短随试样材质种类、激发点表面积大小和激发方式的不同而异。常见钢种中硫含量为0.00X%、铅含量<0.0005%，但当这些元素浓度加大时，在钢中易产生不均匀偏析等缺陷，富集于晶界：离子探针可探测发现，在微观某点菌集的浓度量竟是周围的一千多倍，从而大大地降低了钢的性能(点抗疲劳性、韧性和冷脆性能)。而易切削钢机械强度要求较低，钢中硫、铅元素量是超量加入的，主要是提高易切削加工性能；所以它微观上不均匀的差异很大。正规易切削钢程序铅、硫分析条件其高能火花预燃40秒才能达到均相目的(试样烫手)、另外硫原子的谱线需要的激发能较大，所以积分采用“0”光源数字条件，而其余多数元素光谱在稍小电流的低能火花脉冲中放电要稳定得多，所以易切削钢其余元素测定采用了另外条件。当然铅、硫等元素分馏效应和

其它元素的分馏效应差距较大、达不到同时段较佳稳定光谱来进行积分,可能也是原因之一^[12]。而综合小试样程序预燃时间33秒也不太短,但毕竟激发电流小、能量低,含铅、硫易切削钢均相化目的未达到;结果当然不稳定。仔细分析,标准化试样第十一块为易切削钢校正样;实测时,正规分程序校正样(Φ12mm光斑)(1-10块转到第11块)预燃时间从8.00秒变化至40.0秒(可见变化之大)。而在小试样程序标准化中,预燃时间根本没有呈差异变化(见表2.);可见仪器实测试样时的偏析隐患就此埋下。另外锰的结果不但波动而且偏高问题:经试验数据证明和含硫易切削钢或含铅和硫易切削钢正相关;和试样温度无关。如连续激发(也是精炼、均相过程)能升高小试样温度,锰含量偏高即趋于正常。但重磨该小试样用其它办法将试样温度升高至烫手再激发,锰含量依然偏高7%-10%。举例:如某试样锰化学法结果1.00%,小试样程序结果1.10%,

重磨该试样第一次测,其结果仍1.11%,原点连续激发第二次测1.02%,再激发第三次测1.02%。可见通过在原点连续激发才能使试样达到均相目的。而在测定非易切削均匀钢种时,原点激发第一次和第二次的测定结果相比,相对误差在0%~±1.0%波动。

1.5 铁基母体样品小和大之结果差异性比较

由于小试样程序工作曲线全部是由标准形状大试样的标准样品来激发拟合的,并且分析结果过程的重现性是和钨针对试样的放电电流的密度大小及放电缝隙紧密相关。线材分析结果可靠性肯定要以类似形状的“特征控制样品”加以控制结果才更精确^[7]。那末介于两者间各种异型小试样结果到底有多大差异呢,就此疑问,用综合小试样程序,作了有代表性各种异型大试样和在其中分割出来的小试样的结果差异性比对(n=5)。见表3。由表3.见,在均匀性良好的样品母体中分割出小试样再和其母体进行结果的平均值差异性之比较;

表3. 各异型母体分割的小试样和母体测定结果平均值差异性比较

元素、 波长 (nm) 及谱线级数	均匀性好的大试样被分割一块小试样再与母体进行元素质量分数平均值比对 (%) (n=5)									
	试样1		试样2		试样3		试样4		试样5	
	均值1	均值2	均值1	均值2	均值1	均值2	均值1	均值2	均值1	均值2
	22 X 29	22 X 29	23 X 23	22 X 23	Φ 30 X h18	Φ 30	24 X 34	114 X 253	20 X 20	20 X 20
	Xh 10	Xh 185	Xh 23	Xh 121	mm	Xh198	Xh 1	Xh 1	Xh 6	Xh 230
	mm	mm	mm 中空管	mm 中空管		mm	mm 板材	mm 板材	mm 实方	mm 实方
C 190.09*2	0.372	0.375	0.0437	0.0435	1.505	1.533	0.102	0.106	0.900	0.942
Si 212.41*2	0.386	0.380	0.281	0.280	0.378	0.375	0.494	0.491	2.054	2.064
S 180.73*2	0.00675	0.00671	0.00196	0.00213	0.00197	0.00187	0.00464	0.00454	0.0165	0.0174
P 178.28*2	0.0171	0.0172	0.0528	0.0529	0.0214	0.0209	0.0256	0.0256	0.0291	0.0296
Mn 293.30*1	0.552	0.552	1.342	1.348	0.230	0.229	1.689	1.699	0.189	0.187
Ni 231.602	0.0361	0.0354	8.110	8.138	0.145	0.143	6.469	6.492	0.118	0.118
Cr 267.71*1	0.903	0.902	18.693	18.735	11.491	11.608	17.085	17.122	4.205	4.190
Mo 281.61*1	0.188	0.198	0.0991	0.0993	0.717	0.729	0.129	0.129	1.988	2.006
V 311.07*1	0.00451	0.00380	0.0483	0.0482	0.606	0.621	0.0759	0.0756	1.170	1.195
Cu 224.26*1	0.0443	0.0426	0.518	0.523	0.149	0.147	0.325	0.326	0.162	0.162
Ti 337.27*1	0.00324	0.00280	0.00520	0.00505	0.00480	0.00498	0.00520	0.00512	0.0204	0.0216
As 189.04*2	0.00811	0.00821	0.00734	0.00751	0.00657	0.00691	0.00636	0.00639	0.0153	0.0155
Sn 189.98*2	0.00322	0.00339	0.0164	0.0167	0.00883	0.00841	0.0122	0.0121	0.0156	0.0157
Al 394.40*1	0.0211	0.0186	0.00506	0.00331	0.0168	0.0156	0.0102	0.0107	0.0099	0.0100
Nb 319.49*1	0.00172	0.00167	0.0206	0.0206	0.0136	0.0133	0.0200	0.0212	0.0181	0.0185
Co 228.61*2	0.0258	0.0254	0.105	0.105	0.0172	0.0172	0.104	0.104	0.0858	0.0859
W 220.44*2	<0.0005	<0.0005	0.0133	0.0144	0.0077	0.0074	0.0107	0.00995	4.044	4.088

经数理统计，绝大多数未见显著性差异。只有在三个试样母体中发现铝的结果有母体偏低、小试样偏高的现象。但这还要做更多均匀性良好材料结果才能定论。另外，在综合小试样程序中定值不确定的元素，不管干扰增量与否，观察一下两次数据重现性是否良好总是可供参考的。

经过差异性比对进一步确认：1) 辅助电极钨针频率较高的正单向脉冲通过氩气电离形成等离子体向试样冲击放电；样品被蒸发切削；由此正电荷由钨针转移至样品，电子流则由样品流向钨针。由于是正单向放电，所以辅助电极钨针几乎不受损，因此新样品的面和钨针间隙亦几乎可以保持不变。2) 以前老的光谱摄谱仪，上下电极大小一致，且样品电极在下；样品面积稍有变化，放电电流就发生改变、结果也随之波动。现在样品电极位置在上、并且面积相当大——留一小孔后再叠加真正意义上的激发样品；所以无论样品大小如何变化(小于小孔的样品除外)放电电流已被激发平台面积所控制——即放电电流能保持恒定、所以结果也较稳定。3) 整个激发台由水循环冷却、温度恒定；结果长时读测不发生大的飘移。这是新型直读原子发射光谱异型小样品结果重现性及准确可靠性的重要理论依据和实践保证。

1.6 铁基正规形状试样分程序和综合小试样程序结果精密度比对

激发次数(n=5)，除易切削钢外，多数元素结果的RSD%都是综合小试样程序优于正规形状试样分程序。这似乎是反常情况，但仔细分析，也合乎客观实际。因为预燃时间，前者是后者4.1倍、积分时间，前者是后者的3.4倍(见表2)。而易切削钢则倒过来，是易切削钢分程序RSD%优于综合小试样程序；当然该分程序预燃时间也大于小试样程序是其理由之一。但是小试样程序大多数情况RSD%较优，则以牺牲分析时间为代价；可是炉后毕竟以质量为首肯条件。在分析误差允许情况下，固体激发综合小试样程序的分析速度还比其它湿法原子光谱方法要来的快得多，所以优势仍在。

1.7 判断试样有效放电过程较准确的观察法

扩散放电比较容易识别。但在都近似凝聚放电过程中也存在结果的差异性。有经验的同志观察到磷和硅的结果变化的相关性：即磷的结果偏低(或平行不好)时、而硅的结果偏高；这是同时发生的，屡试，屡证。因为在异型小试样中，制样难度加大，制样表面的不平整性、放置的差异性，都会造成结果的改变。这样令小试样结果难以察觉是否可靠或可控。闻是正常放电，但结果却不受所控。因为使用标准样品，它的平整性以及大小规范性，使校测的结果都很符合标定值。但有时标样微漏气时结果也出现“磷低硅高”现象。这时采用以上观察方法可以避免这种结果误差。我们曾做到超薄带状的不锈钢片，在多次观察中发现磷和硅结果的差异性(其余元素结果变化较小)，最后判定依据是取磷高硅低的结果。见表4。

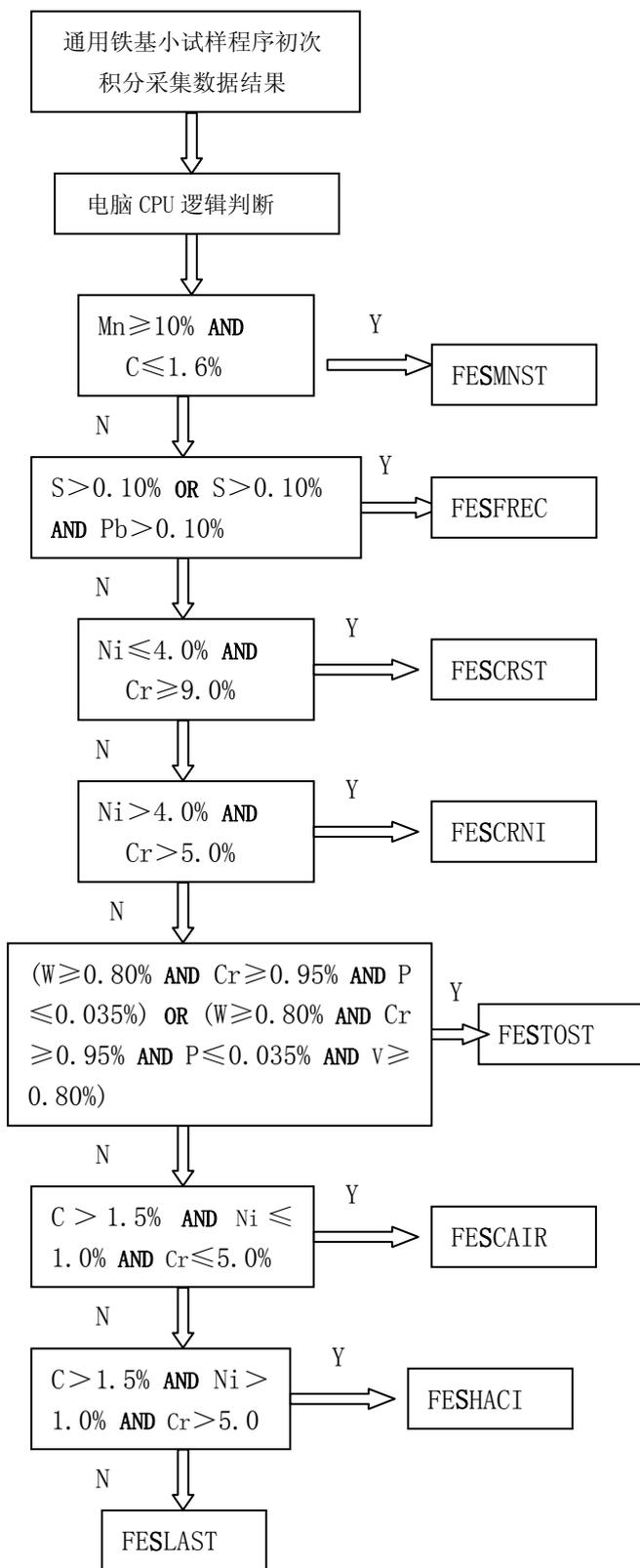
表4. 放电过程准确的观察结果比对

元素、波长(nm) 及谱线级数	结果相对观察值(%)	
	放电均值1	放电均值2
C 190.09*2	0.100	0.099
Si 212.41*2	0.693	0.642
S 180.73*2	0.030	0.031
P 178.28*2	0.035	0.041
Mn 293.30*1	1.536	1.575
Ni 231.602	7.675	7.822
Cr 267.71*1	17.75	17.90
Mo 281.61*1	0.209	0.203
V 311.07*1	0.080	0.074
Cu 224.26*1	0.963	0.978
Ti 337.27*1	0.0068	0.0058
As 189.04*2	0.009	0.008
Sn 189.98*2	0.027	0.025
Al 394.40*1	0.020	0.017
Nb 319.49*1	0.032	0.030
Co 228.61*2	0.135	0.135
W 220.44*2	0.031	0.029

2. 结论与展望

2.1 对铁基小试样程序的初步实验结论

从方法试验可以看出，小试样程序，在相同基体、相近含量的标样控制下，能够报出铁基类多数元素的结果；准确度可以



1. 新的综合铁基小试样程序组逻辑示意框图

备注：FEMNST 即锰钢分程序，FESMNST 即小试样锰钢分程序。其余依次类推。可参考表 2。

精密度良好。

由于预燃和积分时间延长，加之不断要插入相关基体的标准样品，分析速度变得较慢。小试样程序由于要考虑铁基复合类样品各种元素的组份构成；浓度分段时造成有效的标准点的稀少、有时两点间浓度跨度较大，又加之固态样激发的原子发射光谱检量线，多数情况下呈二次、三次方程曲线状，在拐点附近如没有增多的标准点，或者标准点由于基体差异性显而疏散；这就造成不同浓度段时有的元素结果时而偏高或时而偏低现象，准确度会无规律可循，在校正结果时也会带来难度。今天的小试样程序严格意义上只能称之为“通用的(General)”，不能称之为“综合的(Global)”。综合似乎应有组的概念。真正的铁基综合小试样程序应把八个分程序都列进去。这在第三方实验室大量采用固态样直读原子发射光谱仪鉴别金属材料的今天，仪器制造商应把制造使用仪器的重点放到炉后分析中来。新的综合小试样程序软件开发应成为当务之急。

2.2 新的综合铁基小试样程序组初步构想

根据炉后分析特点，除钨对电极，孔径 $\Phi 12\text{mm}$ 分折程序全部保留外；钨对电极，小试样孔径 $\Phi 6\text{mm}$ 将会成为分析主流。所以在钨对电极，孔径 $\Phi 6\text{mm}$ 条件下，将八个分程序各自标准样品根据最佳条件激发、输入程序的硬件中(易切削钢程序要重新实践、正确设计)。原通用型小试样程序可保留，它和八个小试样新的分程序既是并列关系——可以单独使用；又可以藉此为入口自动识别钢种后进入分程序进行全自动分析、在保证质量前提下尽可能提高工作效率。这在电脑显示屏的虚拟按钮上可以识别：如已知试样钢种，可以从挑选任务(即基体变化如铜、铝或钢铁)、挑选程序入手(可以设计出，随基体变化而变化的相应快捷键。如铁基情况下：F1~F9 可属于钨对电极、孔径 $\Phi 6\text{mm}$ 小试样八个分折程序和通用程序的捷径；Shift F1~Shift F9 则可属于钨对电极、孔径 $\Phi 12\text{mm}$ 八个分折程序和通用程序的捷径)。如测未知试样钢种，则按下电脑显示屏中孔径 $\Phi 6\text{mm}$ 自动分析

按钮或孔径 $\Phi 12\text{mm}$ 自动分析按钮,分析就从通用程序氩气吹扫、预燃、第一次曝光积分识别钢种后自动进入分程序并锁定进行分析。分程序第一次分析,这是在通用程序同激发光斑上进行的,因为是在原位,所以免氩气吹扫、预燃(因为这在通用程序中已经历),只有曝光积分单步骤。(备注:低能火花积分蒸发的基体量很少、特别是小试样程序;在同光斑上进行第二次激发积分,对分析结果几乎无影响。类似情况可见表2.中易切削钢两次分别积分的合成测定条件)。而分程序第二次分析即按正常情况进行,换激发部位(如试样小,可同部位磨新)、关激发台门、氩气吹扫、预燃、曝光积分后出平行结果。这里列出通用程序的未知样品第一次曝光积分识别钢种如何进入分程序工作的大致逻辑示意框图。由图1.可见,铁基小试样程序组的概念进一步凸现,而且对未知钢种从通用程序直接进入分程序分析具有智能快捷特点。电脑逻辑判断应该在毫秒级就可完成的。

展望新一代中阶梯光栅分光、检测器为CID或道沟阵列CCD式的多基体的固体样激发全谱原子发射直读光谱仪:既解决了内标线合对问题、也突破了光电倍增管通道数概念、更解决了微量元素扣背景的难题。各大仪器公司便携式的固体检测器式的直读原子发射光谱仪已推向市场热卖,随着成本的降低,制造经验的积累;更高级的(准确性、稳定性、可靠性都有突破^[13, 14, 15])的固体样激发全谱直读原子发射光谱仪的普及只是时间问题。到时从一块未知的金属试样

定性直接跳入该基体的分程序进行精确定量分析的期盼可能也就是十几秒到几十秒。溶液态ICP发射光谱更新换代已证实笔者预言^[16]。

3. 参考文献

- [1] Thermo ARL. WinOE Operater Manual; WinOE Configuration Manual, 2003
- [2] 孙兰海. 光电直读光谱仪的开发、应用及发展[J]. 中国期刊电子版出版社, 1994-2006, <http://www.cnki.net>
- [3] 丁洪伟, 乔顺秋, 金宏伟. PDA- 5500 II 直读光谱仪在钢铁分析上的应用[J]. 一重技术, 2006, 1: 29
- [4] 郑建华. ARL4460 金属分析仪测定低合金钢中微量五害元素[J]. 光谱实验室, 2004, 21(3): 495
- [5] 李秋濯, 刁洪军. 光电直读光谱法测定高合金钢中的常见元素[J]. 汽车工艺与材料, 1994-2006, <http://www.cnki.net>
- [6] 陈志锦, 毛一平. ARL4460型直读光谱仪的应用[J]. 铜加工, 2005, (3): 62
- [7] 宋祖峰, 程坚平. 不锈钢线材的火花源原子发射光谱分析[J]. 安徽冶金, 2005, 1: 30
- [8] 程坚平, 宋祖峰, 程晓舫, 张鹏, . 火花源原子发射光谱法分析钢中超低碳、氮、磷和硫的试验研究[J]. 安徽冶金, 2005, (3): 11
- [9] 宋爱武. 应用德国斯派克公司 SPECTROLAB M8 直读光谱仪分析球墨铸铁[J]. 中国汽车制造, 2005, (3): 32
- [10] 吴齐伟. 光电直读光谱仪分析的误差探讨[J]. 江苏冶金, 2006, (4): 52
- [11] 项小平, . 光电直读光谱仪对钢铁成分分析值误差的管理[J]. 企业家天地(半月刊下), 2005, (4): 20
- [12] 徐祖耀, 黄本立, 鄢国强 主编. 中国材料工程大典[M], 北京: 化学工业出版社, 2006, 181
- [13] 高卓成, 李茂奎, 曹玉红, . 钢铁分析技术进步与展望[J]. 莱钢科技, 2005, (1): 12
- [14] 北京美诚科贸. 新一代CCD光谱仪的性能和特点[J]. 理化检验. 化学分册, 2000, (3): 142
- [15] 范世福. 光谱技术和光谱仪器的近期发展[J]. 现代科学仪器, 2006, (5): 1
- [16] 戴亚明. 以固体检测器为代表的溶液全谱直读发射光谱仪[J]. 现代科学仪器, 1998, (6): 5