PDA 测定耐蚀高温镍合金常规元素

PDA-016

摘要： 建立了测定镍合金样品多元素的 PDA 直读光谱分析方法。通过对比试验，确定了氩气冲洗时间及氩气流量、激发光源选择、激发能量等各项分析条件，试验结果表明：该方法的准确度、短期精密度都能够达到预期效果，完全能够满足镍合金样品的分析要求。

（备注：镍合金相关标准暂时未制订，仅参考 GB/T 14203-2016、GB/T 11170-2008、GB/T 6379、GB/T 20066 等国标）

关键词： 岛津公司 PDA（OES） 镍合金 短期精度

随着科技的不断发展，不锈钢应用范围越来越广泛，但在某些特殊领域（如海洋、环保、新能源、石油、化工、航空航天、军事等），普通 304 不锈钢就无法完全胜任，这样耐蚀高温镍合金就成为了合适的替代钢种。它不但有良好的高温抗氧化和抗腐蚀能力，而且有较高的高温强度、蠕变强度和持久性能以及良好的抗疲劳性能。它是现代航空发动机、航天器和火箭发动机以及舰艇和工业燃气轮机的关键热端部件材料（如涡轮叶片、导向器叶片、涡轮盘、燃烧室和机匣等），也是核反应堆、化工设备、煤转化技术等方面需要的重要高温结构材料。

本文使用岛津 PDA-8000 直读光谱仪，利用进口标样及国产标样，建立 Global_Ni 工作曲线，并验证了该方法的短期精度、重复性和再现性。

实验部分

1.1、分析仪器与主要设备

分析设备：PDA-8000 光电直读光谱仪；

机加设备：车床、铣床等；

1.2、分析条件及方法

1.2.1 标样使用：

镍合金进口、国产标样等套标；

1.2.2 分析条件设定：

内标元素：Ni227.7nm

光源条件：SEQ1 0.2J, 200Hz、SEQ2 0.1J, 200Hz、SEQ3 0.2J,200Hz

预燃时间：1500 脉冲

积分时间：1200 脉冲

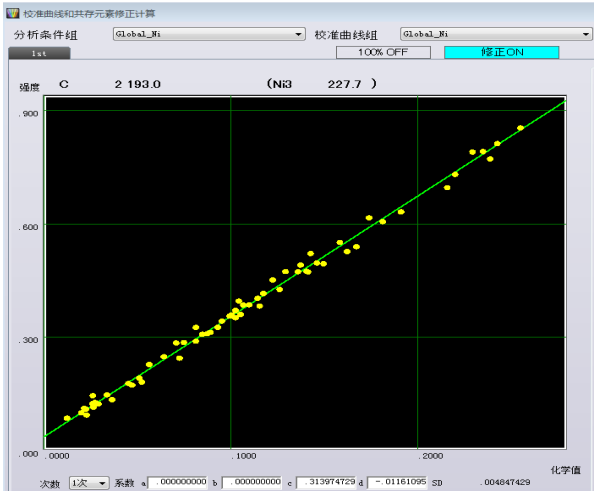
氩气纯度：99.999% 以上

氩气流量：分析 5L/Min, 待机 0.5L/MiN，休眠 0.1L/Min

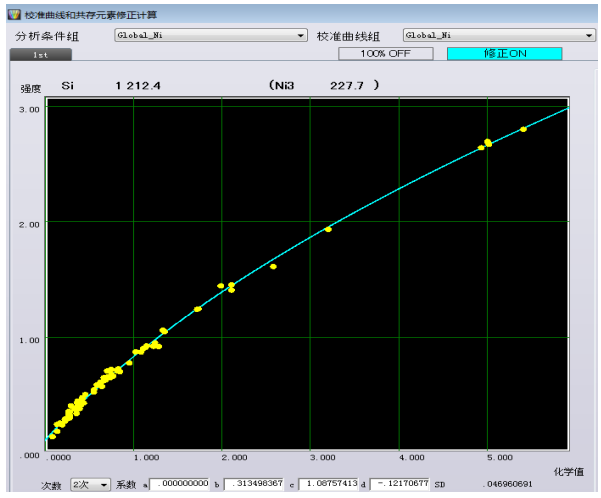
元素	分析线 nm	内标线 nm	元素	分析线 nm	内标线 nm
C	193.0	227.7	Mo	277.5	227.7
Si	212.4	227.7	Cu	296.1	227.7
Mn	293.3	227.7	Co	258.0	227.7
P	178.2X2	227.7	Al	237.2	227.7
S	180.7X2	227.7	Nb	319.5	227.7
Cr	298.9	227.7	W	220.4	227.7
Fe	273.0	227.7	Ti	337.2	227.7

Global_Ni 分析组部分元素的工作曲线

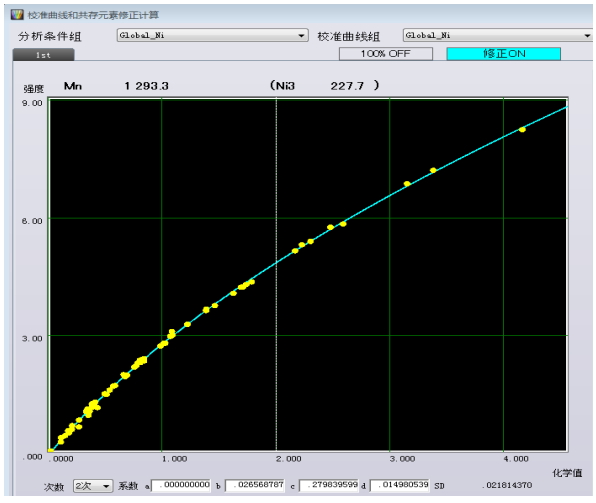
C 元素标准工作曲线



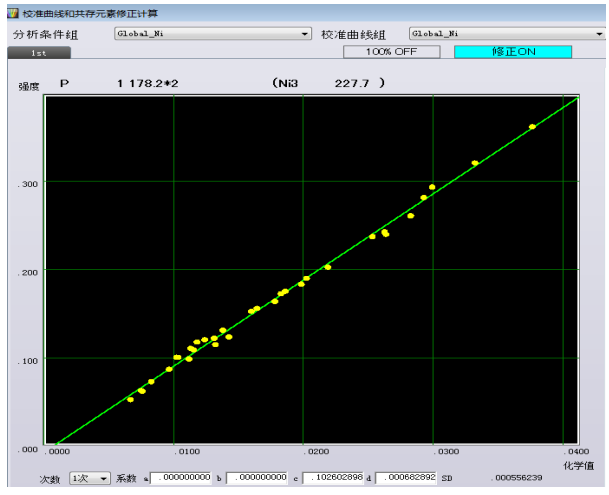
Si 元素标准工作曲线



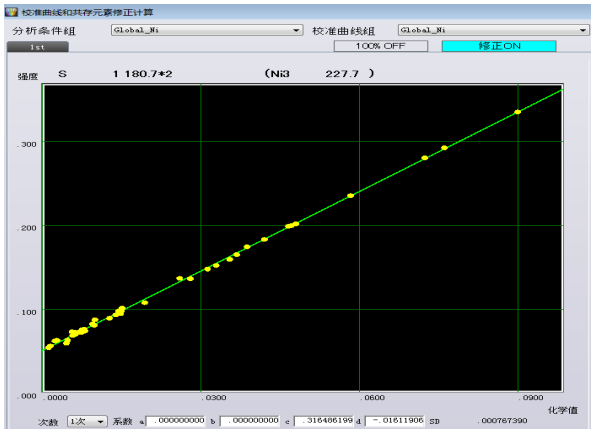
Mn 元素标准工作曲线



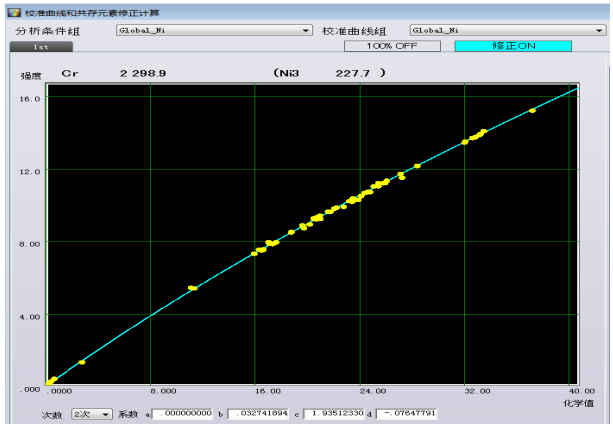
P 元素标准工作曲线



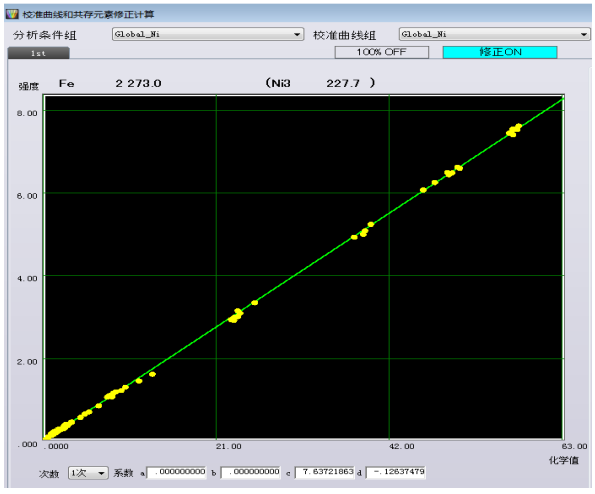
S 元素标准工作曲线



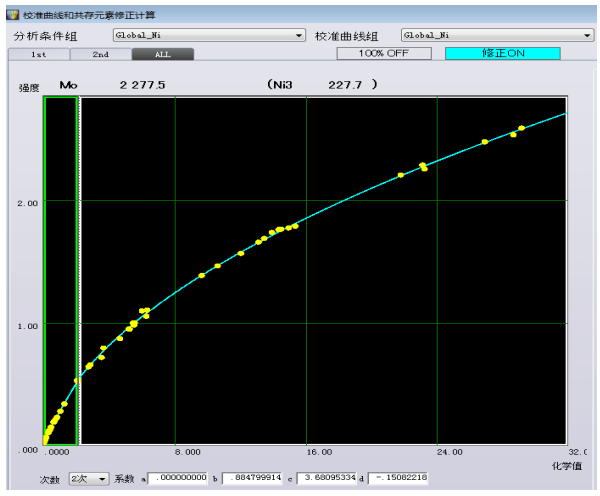
Cr 元素标准工作曲线



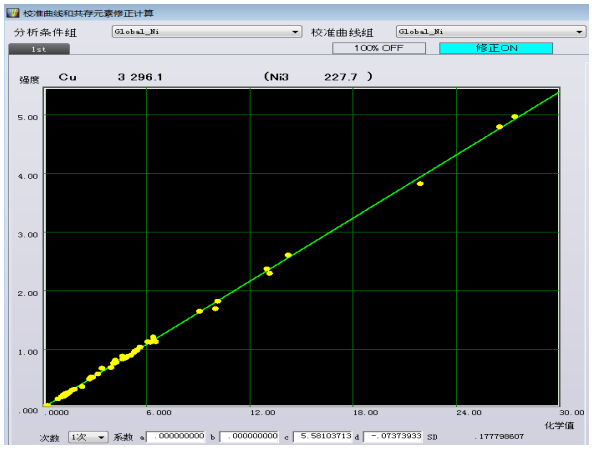
Fe 元素标准工作曲线



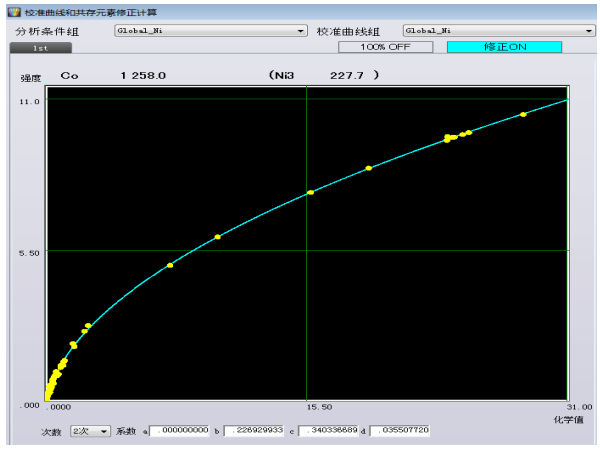
Mo 元素标准工作曲线



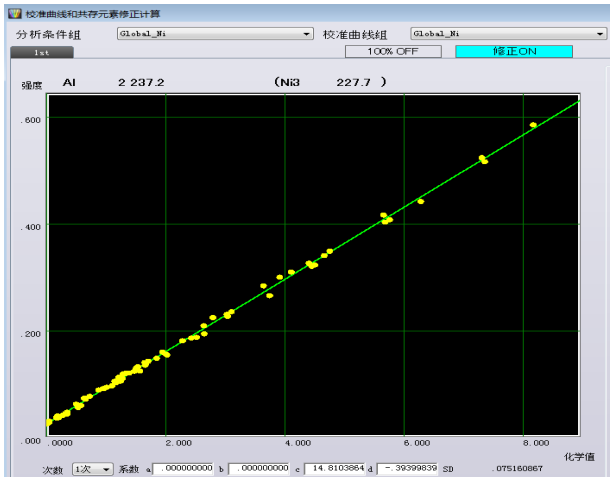
Cu 元素标准工作曲线



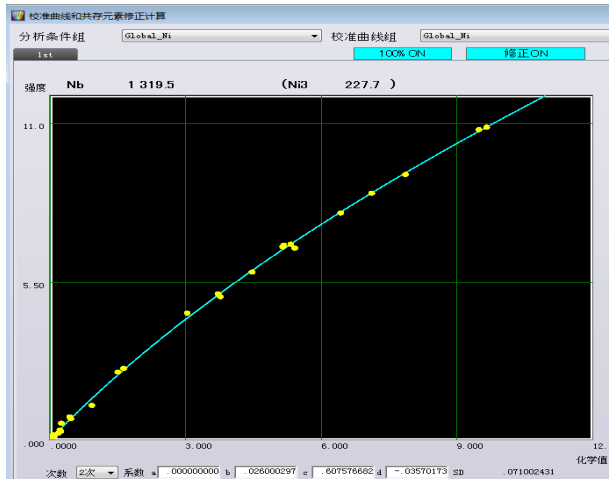
Co 元素标准工作曲线



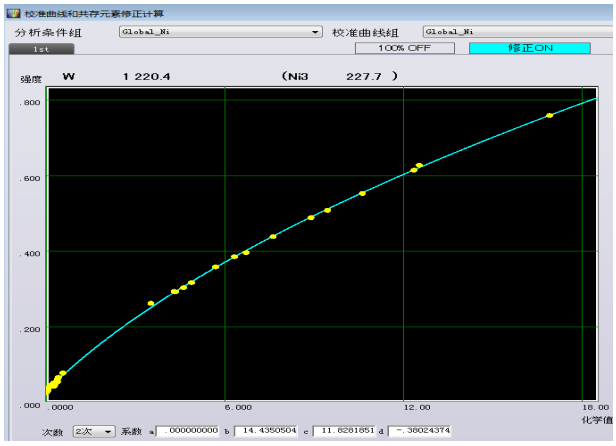
Al 元素标准工作曲线



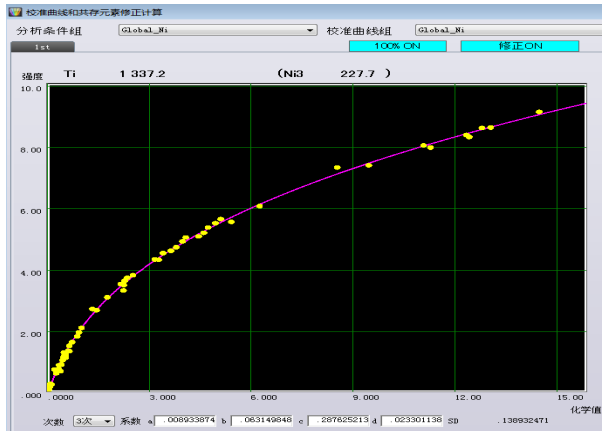
Nb 元素标准工作曲线



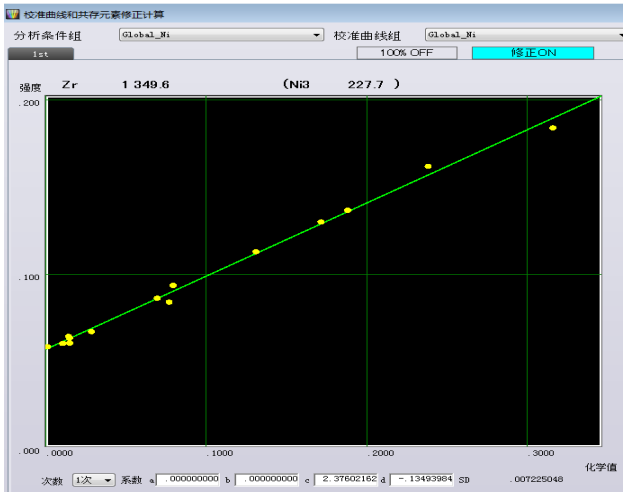
W 元素标准工作曲线



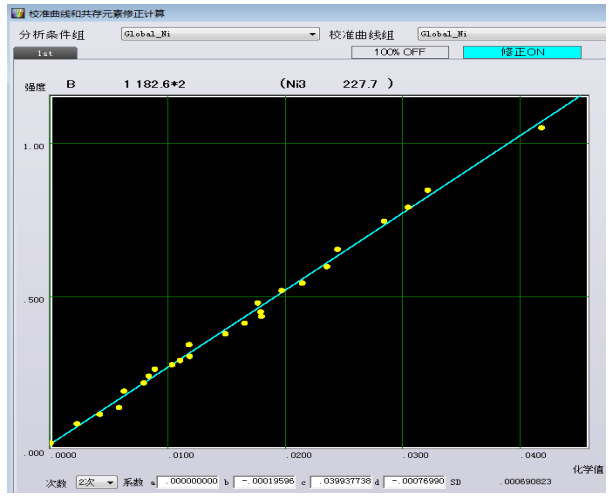
Ti 元素标准工作曲线



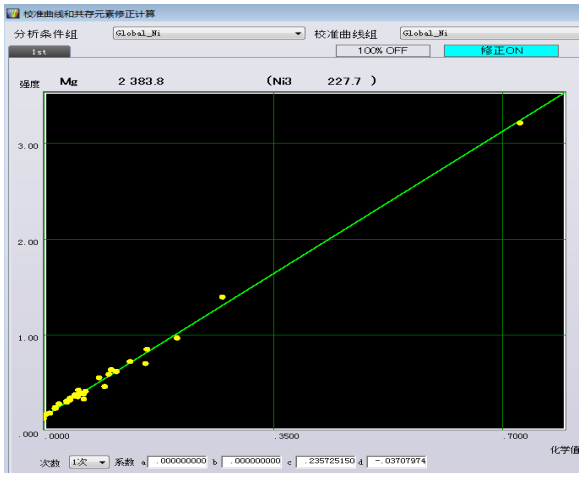
Zr 元素标准工作曲线



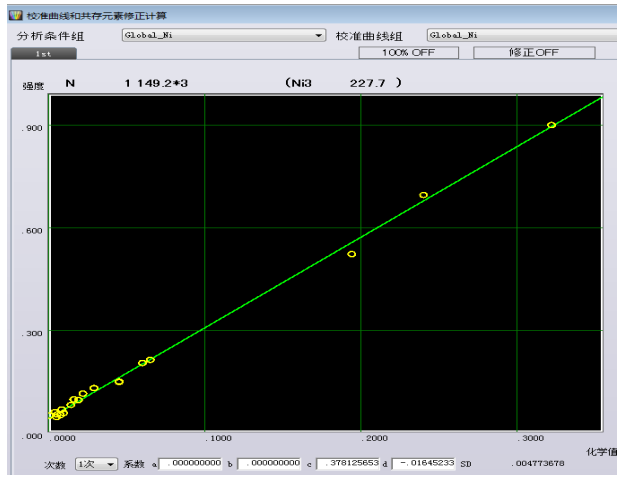
B 元素标准工作曲线



Mg 元素标准工作曲线



N 元素标准工作曲线



试验结果 镍合金样品的分析精度

该法对不同牌号规格的块状镍合金样品，分别连续激发 10 次，得到相应镍合金样品中主要元素的短期分析精度 SD 值，分析结果能够满足 GB/T14203-2016 和 GB/T4336-2016 国标标准要求！

3.1、块状镍合金标准样品短期精度数据如下表：

Group.[Global_Ni]　　Sample No. [镍合金 68F]

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Fe	Mo	Cu	Co	Al	Nb	W	Ti	Ni
1	0.10	0.37	0.50	0.0064	0.0008	21.95	1.50	1.34	0.031	0.24	0.26	0.083	14.49	0.010	58.97
2	0.10	0.38	0.50	0.0065	0.0008	21.98	1.51	1.36	0.031	0.24	0.26	0.086	14.47	0.010	58.90
3	0.10	0.38	0.50	0.0067	0.0008	21.96	1.50	1.35	0.031	0.23	0.26	0.083	14.51	0.010	58.93
4	0.11	0.38	0.50	0.0066	0.0008	21.85	1.50	1.36	0.030	0.24	0.26	0.085	14.53	0.010	58.96
5	0.10	0.38	0.50	0.0067	0.0008	21.91	1.49	1.34	0.029	0.24	0.26	0.084	14.48	0.010	59.01
6	0.10	0.38	0.50	0.0067	0.0009	21.89	1.51	1.33	0.030	0.24	0.26	0.082	14.47	0.010	59.03
7	0.10	0.37	0.49	0.0065	0.0008	21.64	1.50	1.34	0.030	0.27	0.26	0.081	14.51	0.010	59.25
8	0.10	0.37	0.50	0.0065	0.0008	21.78	1.49	1.35	0.030	0.23	0.26	0.083	14.49	0.010	59.51
9	0.10	0.37	0.50	0.0066	0.0008	21.86	1.50	1.36	0.030	0.25	0.26	0.085	14.51	0.010	59.37
10	0.10	0.37	0.50	0.0066	0.0008	21.92	1.50	1.35	0.030	0.25	0.26	0.085	14.51	0.010	59.86
AV	0.10	0.38	0.50	0.0066	0.2604	21.87	1.50	1.35	0.030	0.24	0.26	0.084	14.50	0.010	59.18
R	0.0095	0.0144	0.0085	0.0003	0.0047	0.341	0.023	0.034	0.001	0.034	0.005	0.005	0.059	0.001	0.346
SD	0.0031	0.0050	0.0026	0.0001	0.0017	0.1002	0.0068	0.0105	0.0004	0.0104	0.0017	0.0016	0.0191	0.0002	0.3164
CV	3.065	1.328	0.524	1.393	0.634	0.458	0.454	0.775	1.471	4.260	0.634	1.903	0.132	1.779	0.535
S=0.52r	0.006	0.008	0.007	0.001	0.001	0.150	0.018	0.016	0.001	0.011	0.005	0.002	0.224	0.000	0.353
判定(○／×)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

3.2、块状镍合金标准样品短期精度数据如下表：

Group.[Global_Ni]　　Sample No. [镍合金 28X 06625A]

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Fe	Mo	Cu	Co	Al	Nb	W	Ti	Ni
1	0.020	0.268	0.0901	0.0020	0.0035	21.86	0.91	9.18	0.029	0.030	0.188	3.40	0.039	0.23	63.68
2	0.020	0.268	0.0897	0.0020	0.0035	21.86	0.92	9.23	0.029	0.030	0.188	3.44	0.040	0.23	63.58
3	0.022	0.271	0.0900	0.0020	0.0037	21.73	0.93	9.34	0.028	0.031	0.190	3.45	0.046	0.24	63.56
4	0.020	0.269	0.0900	0.0020	0.0035	21.86	0.91	9.19	0.029	0.030	0.189	3.41	0.040	0.23	63.65
5	0.021	0.270	0.0898	0.0020	0.0035	21.86	0.92	9.23	0.029	0.030	0.189	3.44	0.042	0.23	63.57
6	0.022	0.270	0.0900	0.0020	0.0037	21.78	0.93	9.33	0.028	0.031	0.190	3.45	0.045	0.23	63.52
7	0.020	0.268	0.0900	0.0020	0.0035	21.85	0.91	9.19	0.029	0.030	0.188	3.42	0.040	0.23	63.64
8	0.021	0.268	0.0898	0.0020	0.0035	21.86	0.92	9.22	0.029	0.030	0.189	3.45	0.043	0.23	63.58
9	0.022	0.270	0.0900	0.0020	0.0036	21.79	0.93	9.33	0.029	0.031	0.190	3.45	0.042	0.24	63.52
10	0.021	0.270	0.0899	0.0020	0.0037	21.83	0.92	9.31	0.029	0.031	0.190	3.44	0.040	0.23	63.66
AV	0.021	0.269	0.0899	0.0020	0.0036	21.83	0.92	9.25	0.029	0.030	0.189	3.44	0.042	0.23	63.60
R	0.0025	0.0030	0.0003	0.00004	0.0002	0.135	0.012	0.159	0.0005	0.0011	0.0024	0.051	0.007	0.005	0.120
SD	0.0010	0.0011	0.0001	0.0000	0.0001	0.0461	0.0055	0.0650	0.0002	0.0005	0.0009	0.0179	0.0023	0.0020	0.0590

CV	4.782	0.408	0.135	0.659	2.243	0.211	0.602	0.702	0.579	1.710	0.455	0.521	5.468	0.847	0.093
重复性 r	0.0030	0.0136	0.0031	0.0020	0.0020	0.2882	0.0243	0.2024	0.0025	0.0035	0.0078	0.0740	0.0050	0.0143	0.5111
再现性 R	0.0103	0.0392	0.0107	0.0028	0.0020	0.3996	0.0684	0.2444	0.0220	0.0052	0.0236	0.1468	0.0145	0.0198	0.7252
S=0.52r	0.0015	0.0071	0.0016	0.0010	0.0010	0.1499	0.0127	0.1053	0.0013	0.0018	0.0040	0.0385	0.0026	0.0074	0.2658
判定 (○／×)	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○

3.1、块状镍合金标准样品短期精度数据如下表：

Group.[Global_Ni]　　Sample No. [镍合金 68F]

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Fe	Mo	Cu	Co	Al	Nb	W	Ti	Ni
1	0.013	ND	0.230	0.0029	ND	0.0095	0.098	0.026	0.010	0.044	0.0061	ND	ND	0.029	99.51
2	0.013	ND	0.228	0.0029	ND	0.0095	0.098	0.026	0.010	0.043	0.0059	ND	ND	0.029	99.52
3	0.013	ND	0.229	0.0030	ND	0.0094	0.098	0.026	0.010	0.043	0.0061	ND	ND	0.029	99.52
4	0.013	ND	0.229	0.0031	ND	0.0098	0.097	0.027	0.010	0.043	0.0060	ND	ND	0.029	99.52
5	0.012	ND	0.229	0.0030	ND	0.0098	0.097	0.027	0.010	0.044	0.0060	ND	ND	0.029	99.52
6	0.013	ND	0.227	0.0031	ND	0.0096	0.097	0.027	0.010	0.043	0.0059	ND	ND	0.030	99.52
7	0.012	ND	0.230	0.0031	ND	0.0093	0.097	0.027	0.010	0.043	0.0063	ND	ND	0.030	99.51
8	0.011	ND	0.216	0.0030	ND	0.0095	0.098	0.027	0.010	0.043	0.0064	ND	ND	0.030	99.53
9	0.012	ND	0.217	0.0030	ND	0.0097	0.099	0.027	0.010	0.043	0.0064	ND	ND	0.030	99.53
10	0.013	ND	0.228	0.0031	ND	0.0110	0.098	0.028	0.010	0.044	0.0061	ND	ND	0.030	99.51
AV	0.013	0	0.226	0.0030	ND	0.0097	0.098	0.027	0.010	0.044	0.0061	ND	ND	0.029	99.52
R	0.0022	0	0.0147	0.00024	0	0.0017	0.0021	0.0021	0.0001	0.0008	0.0006	0	0	0.0006	0.019
SD	0.0007	0	0.0054	0.0001	0	0.0005	0.0006	0.0007	0.0000	0.0002	0.0002	0	0	0.0002	0.0060
CV	5.496	0	2.405	2.432	0	4.988	0.595	2.507	0.204	0.514	3.019	0	0	0.597	0.006

注：根据 GB/T 11170-2008 和 GB/T 14203-2016 标准要求，SD《 S=0.052r.

试验结论

4.1、在进行不同牌号类别的耐蚀高温镍合金样品中主要元素及杂质元素的光谱分析时，试样的制备非常关键，样品一定要用车床或铣床对样品表面氧化皮、镀层及油污等进行加工处理，待分析表面符合光谱分析要求后待分析。

4.2、分析使用的高纯氩气纯度、分析流量将影响耐蚀高温镍合金样品中杂质元素的分析精度，光谱分析时必须要确保 99.999% 以上的高纯氩气，可有效提高改善微量元素的分析精度。

4.3、该方法可快速准确测定耐蚀高温镍合金样品中多元素的化学成分分析，完全能够满足 GB/T14203-2016 和 GB/T11170-2008 国标分析要求，并具有良好的分析精度，是一种理想的耐蚀高温镍合金样品的分析方法。