分析测试经验介绍 (124~ 127)

QSN750直读光谱仪异常现象的处理

杨 谦
(南车资阳机车有限公司, 四川 资阳 641300)

摘 要: 介绍了德国 OBLF公司生产的 QSN750型光电直读光谱仪的几种常见异常故障现象, 分析了这些异常现象的产生原因, 提出了多年来一些经验上的处理方法, 较好地解决了因直读光谱仪故障而出现的问题.

关键词: 直读光谱仪; 激发光源; 氩气; 分析数据
中图分类号: O657. 32 文献标识码: B 文章编号: 1006-3757(2009) 02-0124-04

直读光谱仪是快速分析金属材料常用仪器之一, 具有分析速度快、准确度高、精度好、适用范围广、样品用量少等特点, 广泛应用于冶金、机械、铸造等工业领域炉前、半成品、成品的金属材料成份检验. 对于我公司的铸造产业来讲, 随着生产规模、工艺结构的不断变化, 产量的大幅提高, 炉前直读光谱仪能否快速、准确报出分析结果, 对指导炉前冶炼操作、缩短冶炼周期、降低成本消耗意义重大. 多年来经验表明, 直读光谱仪要获得快速、准确的分析结果, 仪器的正确使用尤为重要. 为便于操作者正确处理仪器中所出现的分析异常现象, 减少仪器停机时间给生产带来的影响, 提高分析过程的稳定性、准确度, 本文介绍了几例 QSN750直读光谱仪异常分析故障的处理方法.

故障现象 1: 光源不激发

原因分析: ①在按下绿色 START键后气动压头无下压夹持样品动作, 光源无激发响应, 此现象为供给氩气压力不够或无供气造成; ②在按下绿色 START键后, 气动压头将样品夹持住后即抬起, 光源无激发响应, 此现象为气动压头在接触样品时, 样品非处理面 (背部) 导电性不好或不导电造成. 通常是由于样品的非处理面 (背部) 未经任何处理打磨, 附着有水、油、氧化皮等妨碍导电的介质引起; 3, 在按下绿色 START键后, 气动压头将样品夹持住后在氩气冲洗阶段样品向上跳起, 气动压头即抬起, 光源未激发响应, 此现象为氩气废气管严重堵塞, 没有出气引起.

解决办法: ①检查供给氩气压力情况: 减压阀调至 0. 3MPa, 主机维修门旁氩气流量计内浮子调至不高于黄线处; ②若样品非处理面 (背部) 较平整, 应最好粗磨至无氧化皮且露出金属本体便于导电即可; 若样品非处理面 (背部) 不规则坑凹较多, 也可使用一个薄的紫铜片垫在气动压头和样品之间充当导体; ③卸下氩气废气管, 仔细清洗管路至不堵塞顺畅为止.

故障现象 2: 光源有激发, 但声音断续且有刺耳杂音

原因分析: 这种现象由光源激发扩散放电产生 (样品在氩气中激发的 2种放电形式见表 1)

扩散放电一般来源于: ①激发火花室污染. 这可能是样品附着的金属渣及其它杂物落入火花室腔, 或在刷电极时电极刷金属丝断入电极边缘, 使电极边缘有放电现象或短路, 或者是电极顶端上附着较多金属凝结物顶角非 90°; ②样品激发面放置在激发孔上未完全密封火花室; ③制样不符合要求. 样品激发面不平整、有气孔、夹杂或油污, 样品背部未经粗磨氧化皮较厚或附着其它不导电介质等; ④还有可能是由于氩气不纯 (通常纯度小于 99. 995%) 含有较多的空气、水份等引起.

解决办法: ①卸下激发台, 用吸尘器洗干净落入的金属渣及其它杂物, 用电极刷剔干净电极尖端附着凝结物, 用砂纸休整顶角为 90°; ②磨制好的样品激发面应完全遮盖住 12 mm 激发孔且超出大约 2 mm距离以上最为理想; ③激发面表面制样后要平

收稿日期: 2009- 04- 13; 修订日期: 2009- 04- 17.
作者简介: 杨谦 (1976-), 男, 工程师, 主要从事分析化学和直读光谱分析工作.
© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

表 1　样品在氩气中激发的 2种放电形式

Table 1　Samples sparked by argon in two discharge forms

放电种类表现	凝聚放电	扩散放电
火花颜色	明亮、蓝色	黄褐色
放电声音	清脆	嘶嘶刺耳
斑痕	中心呈麻点, 外圈呈褐色	中心与外界没有分界, 呈白色
银电极状况	黑色, 耗损少	灰色, 有耗损
予燃曲线	规则	不规则
予燃时间	稳定, 短	不稳定, 长
积分时间	稳定, 短	不稳定, 长
分析结果	准确	不准确

整、无气孔、裂纹、夹杂或油污, 背部经粗磨无氧化皮且露出金属本体便于导电; ④更换为纯度大于 99. 995% 的高纯氩气或经净化设备处理后纯度大于 99. 995% 的氩气.

故障现象 3　标准化平移系数 a和偏转系数 m 偏离较大

原因分析: 直读光谱分析, 标准化非常重要. 由于外界环境条件总要发生变化, 工作曲线势必会时刻发生偏转和平移, 如图 1所示.

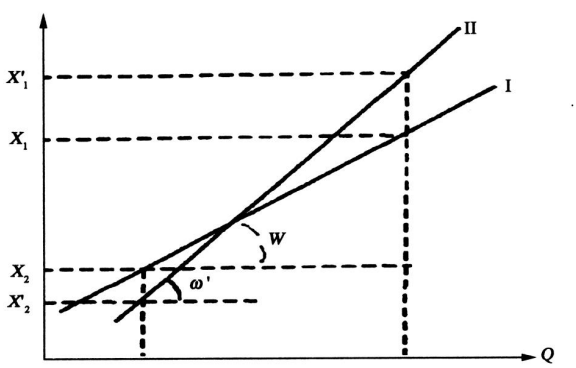

图 1　工作曲线偏转图

Fig. 1　Figure deflection curve

原始曲线 I的位置, 经过一段时间后, 曲线可能移到Ⅱ的位置上. 显然, 此时曲线Ⅱ分析的结果偏差较大. 要想得到准确分析结果, 就必须引入平移系数 a 偏转系数 m, 把曲线Ⅱ校正到 I的位置, 曲线标准化的意义就是求工作曲线的漂移系数 a和 m.

但标准化操作中, 往往会出现平移系数 a和偏转系数 m 偏离较大现象, 这是因为: ①若 a和 m 系数严重偏离, 系混淆标准化样品顺序、样品本身污染及氩气不纯造成; ②偏转系数 m 值上升 30% 及以上, 系内标基体强度值下降所致. 主要因为入射窗离放电间隙很近, 由于长期受激发放电喷溅和紫外线照射, 入射窗表面形成薄膜 (通常为黄色斑迹), 产生“污染”.

解决办法: ①严格按软件提示顺序在正确制样及供氩气条件下重新进行标准化操作; ②清洁入射窗: 关闭真空隔离阀, 松动后拉出入射窗, 用软纸巾和丙酮 (GR) 小心擦干净窗口上的黄色附着污斑, 晾干后复原即可.

故障现象 4　分析数据全部为零

原因分析: ①可能是擦洗入射窗后未将入射窗后的球阀扳为 180度, 将入射光路完全挡住; ②在擦洗入射窗后若马上分析样品, 仪器真空检测未达到正常值, 此时负高压电源自动断开.

解决办法: ①擦洗入射窗后将入射窗后的球阀扳为 180度, 使光路与光室形成通路; ②擦洗入射窗后等待一段时间, 待真空升到到正常值 (0. 80), 负高压电源自动加上, 再标准化后方能得到正确分析数据.

故障现象 5　分析数据不稳定

原因分析: ①在发现数据不稳定时, 首先要确认仪器的外围设施是否正常. 例如氩气的纯度、压力是否正常, 在更换氩气时管道是否漏气, 样品制备是否有裂纹、砂眼等影响分析结果的现象; ②根据激发斑点的形状及大小即可判断氩气纯度是否有问题; ③如激发斑点无问题, 使用一块标准样品激发几次可看重现性即可确认是否分析样品本身的均匀性不好, 存在偏析现象; ④还可能是由于废氩过滤器严重堵塞引起. 因为样品激发过程中, 废氩从燃烧室经导管流出, 流向废氩过滤器, 当激发残渣长期堆积而没有清理时, 会间接影响氩气流量变化, 从而影响分析的精度.

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

解决办法: 通常引起分析数据不稳定的主要原因是氩气的纯度. 仔细检查氩气压力、管路不漏气、样品制备无误且均匀性良好后, 更换为纯度大于 99. 995% 的高纯氩气或经净化设备处理后纯度大于 99. 995% 的氩气后, 一般情况下问题会得以解决. 但对于铸铁, 铸铝及高纯金属等材质往往还需使用 99. 999% 纯度的氩气, 分析结果才理想. 废氩过滤器堵塞也得定期清理, 小心取下废氩过滤器, 将其内活性物质倒入预先准备好的金属容器内, 复原即可.

故障现象 6 钢中铝元素分析数据异常

原因分析: 主要是制取样品时采用了新旧条件不同的三氧化二铝砂带打磨试样, 且特别是在全新未经废样打磨的砂带上磨制标准化样品, 影响了高低标铝分析数据, 使铝校正曲线发生了位移, 从而使试样分析出现偏差, 这种偏差有时会相差数倍.

解决办法: 标准化样品或控制样品与待分析样品需采用条件完全一致的三氧化二铝砂带打磨试样 (那怕仅仅是新旧的区别), 若采用新三氧化二铝砂带打磨, 需先用废样在整个磨盘区域内来回磨制数遍, 再磨制, 然后用洗耳球吹洗一下激发面. 另外, 在作标准化操作时, 对铝的光强值应格外关注, 发现偏差较大的点时 (通常软件会自动红色报警) 必须删除, 同样, 试样分析出现偏差较大时, 也要务必删除坏点.

故障现象 7 激发点异常黑或为白色及灼烧

原因分析: ①激发点异常黑, 若数据正常, 可能是氩气纯度相当好, 造成激发点比较黑; 若数据异常, 而激发点异常黑, 则可能是氩气排气管路堵塞排气不通畅造成. 当氩气流量过大时, 油封中的飞溅和火花室激发排出的粉尘混合物形成块状物, 容易堵塞排气管; ②光源正常情况下, 激发点为白色及灼烧, 这种现象多为氩气纯度不够或氩气管路堵塞导致. 氩气纯度低于 99. 995%, 表明含有较多的空气、水份, 激发点会发白, 中心无明显麻点状, 外圈无黑色. 氩气管路堵塞流量不大时, 激发点为灼烧, 完全堵塞时, 气动夹具无法落下接触样品.

解决办法: ①检查清理氩气排气管, 特别是各接头、电磁阀部位, 易堵. 清干净集尘桶, 废氩气过滤器; ②更换为纯度大于 99. 995% 的高纯氩气或经净化设备处理后纯度大于 99. 995% 的氩气.

故障现象 8 主菜单系统参数值异常

原因分析: ①真空度正常, 负高压依然为零伏, 未加上. 可能原因是电源控制箱内接地高压线头接触不良; 也可能是电源控制箱内 24 V 继电器损坏; ②真空度不够或抽速慢. 正常情况下, 真空泵处于开的时间应保持在 5% 以下, 若超过 5% 甚至在 10% 以上. 应是真空光室或真空系统某处有泄露发生, 此时真空泵经常处于抽动状态, 同时真空泵抽力不足或泵油的恶化也会导致真空不好. 另外, 在冬季气温较低情况下, 主机经隔夜停电后再开机, 真空抽得慢, 可能是由于温度变化大, 真空感应器失效引起, 此时真空其实可能已经抽够, 但感应不到而使电脑系统参数屏现总固定一真空值; ③光室恒温控制 32 ℃失效, 温度继续上升, 系电源控制箱内加热控制继电器失效所致.

解决办法: ①打开主机维修门, 观察高压灯未亮起, 用工具将光源控制箱内接地高压线拔出, 试验与旁边接地机壳短接 (特别注意短接操作必须在光室空气或真空状态下操作, 否则光电倍曾管易产生辉光放电而烧毁), 观察高压灯亮起, 说明高压线头接触不好, 取下后用金相砂纸打磨接头金属, 插入复原后即可. ②仔细检查光室周边、真空管路、入射窗等处的密封性, 若用乙醇注射在怀疑漏气处, 观察真空速率下降待乙醇挥发后真空速率又上升, 证明有微小漏气孔存在, 用物理方法 (一般用胶黏或糊) 封闭泄漏处即可; 若是真空泵油位下降且变色恶化, 应考虑更换泵油; 若检查到真空感应器元件失效, 也须考虑更新; 3、更换新的加热控制继电器, 恒温正常即可.

故障现象 9 描迹 Profiling值偏离大

原因分析: 描迹就是调节入射狭缝, 由步进电机驱动, 以微小调节因环境变化而带来的光谱线照射位置的偏离. 正常情况下, 标准化后, 描迹 Profiling 值不会超过系统设定初始值 5个单位偏离. 若偏离很大, 甚至数次标准化后无法恢复靠近初始值, 说明温度、湿度、振动等环境条件发生很大波动及微小灰尘阻碍步进电机连动丝杆运作, 急需调整.

解决办法: 仔细检查步进电机运转情况 (一般不易损坏), 若完好, 再经数小时稳定环境条件, 重新标准化操作, 看 Profiling值是否恢复, 如果还是不行, 就做复位操作. 步骤是进入软件主菜单, 输密码进入高级菜单, 选 Utilites, 进入后点 Profiling reset, 按下“F2”键保存即可.

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

Treatment of Abnormal Phenomena of QSN750 Direct Reading Spectrometer

Yang Qian
(CSR Ziyang Locomotive Co, Ltd. Ziyang 641300, China)

Abstract Several common abnormal failure phenomena of QSN750 Photoelectric Direct Reading Spectrometer(OBLF Co. Germany) have been described. The causes of anomalies were analyzed. Based on the experience for over many years, treatments for the failure problems of the Direct Reading spectrometer have been proposed and obtained fairly good results.

Key words direct reading spectrometer; spark lightsource; argon; analysis data
Classifying number O657. 32

请速订阅 2009年《分析测试技术与仪器》

如果您想
了解当代分析测试领域的新进展与新动向
交流分析测试研究的新理论与新成果
开发分析测试研究工作的新技术与新方法
扩展分析测试仪器的新用途与新功能
研制分析测试的新仪器与新组件

.....

请您订阅向国内外公开发行的《分析测试技术与仪器》杂志, 刊号 $\frac{\text{ISSN 1006-3757}}{\text{CN 62-1123/O6}}$ 邮发代号: 54-90, 定价 8元/册, 全年定价 32元. 投稿请与《分析测试技术与仪器》编辑部联系, 联系电话: (0931) 4968280, E-mail: fxcs@lzb.ac.cn, 联系人: 张晓鸿, 地址: 甘肃省兰州市天水中路 18号, 中国科学院兰州化学物理研究所.

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net