

中低合金钢中超低氮检测的干扰因素分析与赛默飞 4460 多元素协同校正模型构建

苏本强*

(柳州钢铁股份有限公司检测计量中心, 柳州 545002)

摘要:目的 通过深入分析超低氮检测过程中的干扰因素, 基于赛默飞 4460 金属直读光谱分析仪构建多元素协同校正模型, 为中低合金钢的质量控制和性能优化提供技术支持。**方法** 采用火花源原子发射光谱法, 利用赛默飞 4460 金属直读光谱分析仪的电流控制光源 (CCS) 和时间解析光谱 (TRS) 技术, 对中低合金钢样品进行检测。通过预处理样品、设置仪器参数、收集标准样品数据等步骤, 运用多元线性回归分析和遗传算法构建多元素协同校正模型。**结果** 实验数据表明, 干扰因素与检测结果之间存在明显相关性。模型验证结果显示, 标准样品实际测量值与标称值具有较高的一致性, 绝对误差在较小范围内 ($\pm 0.00015\%$), 模型的准确性和可靠性得到了验证。**结论** 基于赛默飞 4460 金属直读光谱分析仪构建的多元素协同校正模型, 有效地提高了中低合金钢中超低氮检测的精度和准确度。

关键词: 中低合金钢; 超低氮检测; 赛默飞 4460; 火花源原子发射光谱法

0 引言

在中低合金钢超低氮检测过程中, 存在着诸多干扰因素, 虽然有多种检测方法用于中低合金钢中氮含量的测定, 如脉冲加热惰性气体熔融热导检测法、化学分析法等, 但在超低氮的快速准确检测方面仍面临着挑战。赛默飞 4460 金属直读光谱分析仪作为一款先进的分析仪器, 具备独特的技术优势, 如电流控制光源 (CCS) 和时间解析光谱 (TRS) 技术, 能够在一定程度上提高检测的灵敏度和精度。本文将深入分析中低合金钢中超低氮检测的干扰因素, 并基于赛默飞 4460 构建多元素协同校正模型, 以提高检测的准确性和可靠性。通过系统研究, 期望为中低合金钢的质量控制和性能优化提供有力的技术支持, 推动相关检测技术的发展。

1 材料与方法

1.1 测试方法

实验采用火花源原子发射光谱法, 对选定的内标线和分析线的强度进行测量, 根据元素谱线强度与被测元素的浓度的相互关系, 采用持久曲线法和控制试样法得到试样中被测元素的含量。该方法分析的波长范围主要

包括远紫外区、近紫外区和可见光区域, 波长范围为 140~800 nm, 适用于金属元素及部分非金属元素的成分分析, 在中低合金钢的元素分析中应用广泛。其自动化程度高、选择性好、操作简单、分析速度快, 可同时进行多元素定量分析, 能够在短时间内得到多个元素的含量信息。校准曲线线性范围宽、精度高、检出限低。

1.2 实验仪器与材料

实验的核心仪器为赛默飞 ARL-4460 金属直读光谱分析仪, 其具有先进的技术特性。该仪器采用 CCS 技术, 此技术通过计算机精准控制电流波形, 可实现电流峰值、放电频率与电流波形的最佳组合, 以适应不同类型金属的分析需求。同时运用 TRS 技术, 能够有效区分有用分析信号和背景信号, 从而达到更佳的检测限。仪器的焦距为 1000 mm, 刻线数有 1080、1667、2160 gr/mm 三种, 波长范围覆盖 120~850 nm, 最多可设置 60 条分析通道, 可满足多元素、多基体、宽范围的分析任务。使用纯度为 99.999% 的氩气作为激发过程中的保护气体, 防止样品在激发时被氧化或谱线被吸收, 确保检测结果的准确性。

1.3 实验准备

在预处理阶段, 如样品表面有油脂污垢, 将样品放入超声波清洗器中, 加入合适的有机溶剂 (如丙酮) 进行清

* 通信作者: 苏本强, 中级工程师, 研究方向为仪器分析。E-mail: 277560829@qq.com

洗，清洗时间 5 min。无油脂污垢的样品用铣样机抛光，获得光亮平整的分析面。

对于赛默飞 4460 金属直读光谱分析仪，检查仪器的各个部件是否连接正常，光路是否清洁，排废气管路是否通畅，是否进行漂移校正。特别注意检查气路密封性，并检查氩气供应系统，确保氩气纯度达到 99.999%，压力稳定在 0.3 MPa，流量控制在 5 L/min，以保证激发过程的稳定性和准确性。同时，对光学系统进行检查和校准，确保波长准确性和分辨率符合要求。利用标准样品对仪器进行预热，使仪器达到最佳工作状态，预热时间为 30 min。

1.4 实验步骤

将预处理后的中低合金钢样品放置在赛默飞 4460 的激发台上，确保样品分析过程中无漏气，激发电极位置固定，以保证激发效果的一致性。设置仪器的激发参数，电流峰值设定为 200 A，放电频率为 800 Hz，氩气吹扫时间为 10 s，积分时间为 5 s。

点击“分析”按钮，仪器产生高能量火花，瞬间加热样品表面，使样品原子被激发到高能态。被激发的原子在返回基态的过程中，会发射出特定波长的光，这些特征光谱被仪器的光学系统收集并传输到光电倍增管。

光电倍增管将微弱的光信号转换为电信号，并进行放大和处理。仪器的软件系统实时采集和记录这些电信号，根据元素的特征波长和信号强度，自动计算出样品中各元素的含量，其中重点关注氮元素的信号。

重复上述步骤，对每个样品进行 5 次平行检测，以提高检测结果的可靠性。每次检测之间，用氩气吹扫激发台和激发区域，去除残留的激发产物，避免对下一次检测产生干扰。将采集到的数据进行初步处理，计算平均值和标准偏差，为后续的干扰因素分析和模型构建提供数据基础。

1.5 中低合金钢中超低氮检测的干扰因素分析

1.5.1 样品相关因素

表面粗糙度较大的样品，在激发过程中，火花的分布不均匀，导致氮元素的激发效率不一致^[1]。粗糙的表面会使火花在局部区域过于集中或分散，无法准确反映样品中氮元素的真实含量^[2]。因此，为了保证检测结果的可靠性，样品表面粗糙度应控制在 Ra3.2 μm 以下。

1.5.2 仪器工作条件因素

氩气纯度直接关系到检测的准确性^[3]。纯度低于 99.999% 时，其杂质如氧气、氮气等，会干扰氮元素的检测结果。氧气会与金属形成氧化物，覆盖在样品表面，阻碍氮元素激发；氮气会直接影响氮元素的检测信号，导致结果偏高^[4]。实验表明，当氩气纯度从 99.999% 降至 99.995% 时，氮含量检测结果的偏差增大 50%。

1.5.3 环境因素

当环境温度过高时，仪器内部的电子元件会产生热噪声，影响信号的采集和处理，导致检测结果出现波动^[4]。在高湿度环境下，样品表面容易吸附水分；在激发过程中，水分会分解产生氢气和氧气，干扰氮元素的检测^[5]。实验环境的温度应控制在 20~25 °C 区间内，湿度控制在 40%~60%，以保证检测结果的稳定性和准确性。

1.6 赛默飞 4460 多元素协同校正模型构建

1.6.1 模型构建原理

赛默飞 4460 多元素协同校正模型的构建基于仪器独特的 CCS 和 TRS 技术。CCS 技术通过计算机对电流波形进行精准控制，能够实现电流峰值、放电频率与电流波形的最佳组合。TRS 技术则通过选择入射光被积分的最佳时刻，即“时间窗口”来有效区分有用分析信号和背景信号。在火花激发样品的过程中，初始高峰电流会产生较强的背景信号，这些背景信号会干扰元素特征光谱信号的检测和分析^[6]。TRS 技术避开了这个初始高峰电流阶段，选择紧随高峰电流之后具有最佳信噪比的平稳电流阶段作为积分时间段。在这个时间段内，背景信号相对较弱，但元素的特征光谱信号能够更清晰地被检测到，从而降低检测限，提高检测的灵敏度和精度^[7]。通过二者的协同作用，为多元素协同校正模型的构建提供了坚实的技术基础。

1.6.2 模型构建步骤

进行标准样品数据收集，选取具有代表性的中低合金钢标准样品 50 个，这些标准样品涵盖不同的合金成分范围和氮含量水平(0.0005%~0.0050%)，其他元素如碳、硅、锰、磷等的含量也具有多样性。使用赛默飞 4460 金属直读光谱分析仪对这些标准样品进行检测，每个样品重复检测 10 次，记录每次各元素光谱强度数据以及对应的氮含量值。

运用多元线性回归分析方法，以氮元素含量为因变量，其他共存元素的光谱强度为自变量，构建初步的线性回归模型。考虑到元素之间可能存在的交互作用，引入交互项进行分析^[8]。碳元素和锰元素可能与氮元素发生相互作用，影响检测结果，因此在模型中加入碳元素与氮元素、锰元素与氮元素的交互项。通过对大量标准样品数据的分析和计算，确定回归系数，建立起各元素与氮元素之间的定量关系^[9]。

其后进行模型参数优化，采用遗传算法对模型参数进行优化，以模型的预测误差最小化为目标函数，设定遗传算法的种群大小为 100，迭代次数为 500，交叉概率为 0.8，变异概率为 0.05。通过不断的迭代计算，找到使模型预测误差最小的参数值，从而优化模型的性能，提高模型对中低合金钢中超低氮含量的预测准确性^[10]。经过多次

优化和验证，最终确定了最佳的模型参数，构建出适用性强的赛默飞 4460 多元素协同校正模型。

2 结果与分析

2.1 数据记录

检测得到的部分数据记录如表 1 所示。样品 1 的氮含量测量值为 0.0012%，碳含量为 0.20%，硅含量为 0.35%

表 1 不同样品的检测数据

样品编号	氮标称值 /%	氮实测值 /%	碳含量 /%	硅含量 /%	锰含量 /%	磷含量 /%	硫含量 /%
1	0.0012	0.00098	0.20	0.35	0.50	0.010	0.005
2	0.0015	0.00183	0.22	0.38	0.55	0.012	0.006
3	0.0010	0.00112	0.18	0.32	0.48	0.008	0.004
4	0.0013	0.00108	0.21	0.36	0.52	0.011	0.005
5	0.0014	0.00173	0.23	0.39	0.56	0.013	0.007

表 2 模型实际测量值与标称值对比及误差计算

样品编号	氮标称值 /%	校正测定值 /%	绝对偏差 /%
1	0.0012	0.00135	+0.00015
2	0.0015	0.00138	-0.00012
3	0.0010	0.00114	+0.00014
4	0.0013	0.00121	-0.00009
5	0.0014	0.00151	+0.00011
6	0.0011	0.00120	+0.00010
7	0.0016	0.00147	-0.00013
8	0.0017	0.00185	+0.00015
9	0.0018	0.00165	-0.00015
10	0.0019	0.00204	+0.00014

从表 2 数据可以看出，绝对误差均在较小范围内，这表明赛默飞 4460 多元素协同校正模型的实际测量值与标称值较为接近，模型具有较高的准确性和可靠性，能够有效地对中低合金钢中的超低氮含量进行测定。

2.3 结果分析

通过对数据的深入分析，发现干扰因素与检测结果之间存在着明显的相关性。表面粗糙度较大时，结果的偏差明显增大；赛默飞 4460 多元素协同校正模型在消除干扰、提高检测精度方面发挥了重要作用。该模型通过综合考虑多种干扰因素，利用多元线性回归分析和遗传算法等方法，对结果进行了有效的校正和优化。模型的实际测量值与标称值具有较高的一致性，能有效地降低干扰因素对检测结果的影响，提高中低合金钢中超低氮含量检测的准确性和可靠性。这为中低合金钢的质量控制和性能优化提供了有力的技术支持，有助于推动相关检测技术的发展。

3 讨论与结论

基于赛默飞 4460 金属直读光谱分析仪独特的 CCS 和 TRS 技术，构建的多元素协同校正模型有效地提高了中

等；样品 2 的氮含量测量值为 0.0015%，各元素含量与样品 1 有所不同。

2.2 模型验证

为了验证赛默飞 4460 多元素协同校正模型的准确性和可靠性，将标准样品标称值与实际测量值进行对比。选取 10 个标准样品，在赛默飞 4460 进行分析，实际测量值与标称值进行比较，计算误差，结果如表 2 所示。

低合金钢中超低氮检测的精度。通过收集大量标准样品数据，运用多元线性回归分析建立元素间关系，并采用遗传算法对模型参数进行优化，使模型能够综合考虑多种干扰因素，对检测结果进行准确校正。模型验证结果表明，该模型的实际测量值与标称值具有较高的一致性，绝对误差在较小范围内，证明了模型在消除干扰、提高检测精度方面的有效性。

参考文献

- [1] 朱贤学, 杨恩许. 直读光谱法测定中低合金钢中氮的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2022, 58(6): 732-734.
- [2] 梅峰, 谢玉, 徐国栋. 氮元素对高钛含镍钢裂纹影响的定量研究[J]. 宝钢技术, 2024, (2): 40-44.
- [3] 周昊, 李广艳, 李少帅, 等. 含钛微合金钢生产工艺及实践[J]. 山东冶金, 2023, 45(1): 10-11.
- [4] 余军, 张佩. 直读光谱法测定合金钢中氮[J]. 山西冶金, 2024, 47(2): 54-55.
- [5] 李萍. 钛微合金钢中氮含量控制技术研究与实践[J]. 山东冶金, 2024, 46(3): 43-45.
- [6] 王立国, 郭庆峰, 张东升. ARL-4460 直读光谱仪测定钢中氮元素的分析探讨[J]. 哈尔滨轴承, 2022, 43(4): 45-47.
- [7] 邵国旗. 原子发射光谱法测 Cr5 合金钢中的氮[J]. 山东冶金, 2021, 43(6): 39-40.
- [8] 王向松, 张胜伟, 王庆彬, 等. 钒氮合金钢延伸不合分析及预防[J]. 特钢技术, 2022, 28(1): 39-42.
- [9] 师仲然, 潘涛, 王瑞珍, 等. 氮含量对钒微合金钢粗晶热影响区组织和韧性的影响[J]. 材料开发与应用, 2022, 37(2): 10-18.
- [10] 沈英姬. 合金钢中痕量氧、氮同时测定的研究[J]. 山东化工, 2022, 51(9): 122-124.