

ICS 77.040.30
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 24213—2009

GB/T 24213—2009

金属原位统计分布分析方法通则

General rules for original position statistic distribution analysis method

中华人民共和国
国家标准
金属原位统计分布分析方法通则
GB/T 24213—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2009年11月第一版 2009年11月第一次印刷

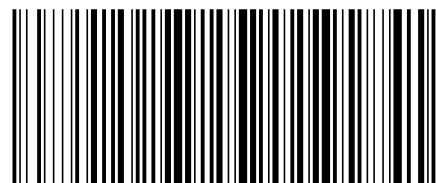
*

书号: 155066·1-38961 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 24213—2009

2009-07-08 发布

2010-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

度,且化学定值准确,无物理缺陷。所选择的标准样品应尽可能与被测样品的类型接近。标准样品的扫描面积一般为 20 mm×20 mm。

7.2 标准化样品

标准化样品用于校正仪器的漂移。标准化样品应非常均匀,并要有适当的含量。当使用两点标准化时,其含量分别取每个元素校准曲线上限和下限附近的含量。

7.3 控制样品

控制样品是与分析样品有相似的冶金加工过程和化学成分且成分分布均匀的样品。必要时,可用于对分析样品测定结果进行校正,以控制测定结果的准确性。

8 分析测量

8.1 环境要求

放置金属原位分析仪的实验室应防震、洁净,一般室内温度应保持在 25 ℃左右,在同一个标准化周期内室内温度变化不超过 3 ℃,相对湿度应在 40%~70%。

8.2 电极的更换和调整

电极应定期清理、更换,并用定距规调整其间隙的距离,使其保持正常工作状态。

8.3 光学系统的检查

聚光镜应定期清理,光路应定期校准。

8.4 仪器的稳定

为使仪器工作稳定,开始工作前应使激发光源有适当的通电时间,使光室和激发平台加热至恒温,分光计的真空度达 3 Pa 以下。

长时间停机后重新开机,一般应保证通电时间不少于 8 h。

分析工作前先激发一块样品,确保仪器稳定后开始分析。

8.5 标准样品及工作条件的选择

根据样品的种类、化学成分,选择标准样品、标准化样品。

根据样品的种类、化学成分,选择参比线、分析线、激发参数等工作条件。

8.6 校准曲线的绘制

在选定的工作条件下,扫描激发一系列标准样品。以每个待测元素的绝对强度或相对强度与标准样品中该元素的含量绘制校准曲线。

8.7 校准曲线的标准化

应定期采用标准化样品对校准曲线进行标准化,标准化的间隔时间取决于仪器的稳定性。必要时,可进一步使用与待测样品成分、冶炼工艺类似的控制样品。

8.8 测定结果的控制

对标准样品进行扫描测定,确定分析结果的准确性和可靠性。

8.9 样品分析

根据需要确定分析样品的取样区和扫描区。采用与绘制校准曲线相同的工作条件对样品进行激发并保存数据。

9 结果的表述

根据各元素的绝对强度或相对强度,从校准曲线上计算出扫描区域内各元素含量。通过成分统计分布分析,得到扫描分析范围内用于评价各元素分布的各种指标:特定位置含量、最大偏析度、含量二维等高图、含量三维视图、含量-频度分布图、含量线分布曲线、统计符合度及统计偏析度等。

前 言

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:钢铁研究总院、宝钢股份公司、唐山钢铁股份有限公司、马鞍山钢铁股份有限公司、首钢总公司、济南钢铁股份有限公司、天津大无缝钢管厂、天津天铁冶金集团有限公司、湖南华菱湘潭钢铁有限公司、武汉钢铁股份有限公司、湖南华菱涟源钢铁有限公司。

本标准主要起草人:王海舟、张秀鑫、陈吉文、贾云海、杨新生、高宏斌、袁良经、李美玲、王辉、周伟。

3.16

最大偏析度 maximum segregation degree

在样品分析面内,某元素的最大偏析度有两种计算方式:点最大偏析度 $M(x,y)$ 与微区最大偏析度 $M(s)$ 。

点最大偏析度 $M(x,y)$ 以用统计分析方法解析出的某特定元素最高位置含量 c_m 与总体平均位置含量 \bar{c} 的比值来表示,见式(1):

$$M(x,y) = c_m / \bar{c} \quad \dots\dots\dots (1)$$

微区最大偏析度 $M(s)$ 以用统计分析方法解析出的某特定元素最高位置含量为中心的 1 mm^2 面积内的平均位置含量 c_s 与总体平均位置含量 \bar{c} 的比值来表示,见式(2):

$$M(s) = c_s / \bar{c} \quad \dots\dots\dots (2)$$

3.17

统计偏析度 statistic segregation degree (S)

在样品扫描范围内,以数理统计方法对某特定元素的含量分布进行解析,求得该元素 95% 置信度下,以含量中位值为中心的含置信区间为 $[c_1, c_2]$ 的统计偏析度 S ,见式(3):

$$S = \frac{c_2 - c_1}{2c_0} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c_0 —— 含量中位值;

c_1, c_2 —— 含量置信区间的上、下限。

统计偏析度数值越大,偏析越严重;无偏析时,统计偏析度为 0。

3.18

统计符合度 statistic fitting degree

在分析区域内,某元素所有位置含量与所规定的含量(或含量范围)一致性的百分比。

3.19

夹杂物状态分析 inclusion state analysis

当待测金属样品中存在夹杂物时,会产生异常单次火花放电,其信号强度的高低以及其频度能够表征夹杂物的粒度及含量。通过不同元素异常信号的合成,可进行不同种类夹杂物的定量分析。

3.20

表观致密度 apparent density (D_j)

在扫描区域内,单次放电位置处各元素含量 c_i 之和。

$$D_j = \sum c_i$$

3.21

平均表观致密度 average apparent density (D)

在扫描区域内, N 个位置的表观致密度平均值。

$$D = \sum D_j / N$$

4 原理

块状样品经铣床或磨样机制备出平整且具有一定清晰纹路的表面。采用金属放电电极对相对运动的样品实施连续的火花激发放电,将所激发的火花光谱色散成特定波长的线状光谱。高速、实时记录单次火花放电的位置和光谱信号,将单次火花信号转化为电信号,输入信号存储器。对选用的参比线和分析线的发射谱线强度进行测量,用计算机对上述单次火花放电的线状光谱进行统计分布分析。根据标准样品制作的校准曲线,求出分析样品测量区域内各待测元素的化学成分分布。经过含量统计分布分析,得到用于评价各元素含量分布和偏析的各种指标:特定位置含量、最大偏析度、含量二维等高图、含量三维视图、含量频度分布图、含量线分布图、统计符合度及统计偏析度等。

金属原位统计分布分析方法通则

1 范围

本标准规定了金属原位统计分布分析方法的术语、基本原理以及对仪器设备、样品、分析步骤等的一般要求。

本标准适用于制(修)订金属原位统计分布分析方法的国家标准。其他相关标准亦可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款,凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准。然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 14666—2003 分析化学术语

3 术语和定义

GB/T 14666—2003 确立的以及下列术语和定义适用于本标准。

3.1

原位统计分布分析 original position statistic distribution analysis

在确定的分析面内对样品进行扫描连续激发,同步采集与分析位置相对应的火花或其他激发信号,并采用数理统计方法进行解析,实现对金属材料分析面内元素的成分及状态的分布分析。

3.2

单次火花放电分析 single discharge analysis (SDA)

一个脉冲包含多个单次放电,通过对单次放电信号的提取,得到微米尺度内元素含量信息。

3.3

脉冲频率 pulse frequency

一秒钟内的脉冲放电次数。

3.4

线扫描速度 line scanning speed

夹持样品沿 X 轴方向的运动速度。

3.5

行距 row space

夹持样品沿 Y 轴方向的平移距离。

3.6

单次火花放电斑点 single discharge spot

单次火花放电后形成的激发斑点。

3.7

激发区域 spark area

经连续扫描激发后,样品表面形成的激发区。

3.8

特定位置含量 specific position content

在样品表面分析区域内,与每一单次火花放电位置所对应的某特定元素的含量。