

文章编号: 0254-5357(2005)04-0294-05

WLD-4C型光电直读光谱仪的开发与应用

岳所祥

(北京瑞利分析仪器公司, 北京 100015)

摘要:报道了北京现代瑞利仪器有限责任公司研制的具有完全自主知识产权的新一代光电直读光谱分析仪(WLD-4C型)。对仪器的机械系统、电器系统、激发光源及计算机软件等作了重大改进,其专有技术保证了仪器的优良性能,与同类仪器相比具有较高的性能价格比,可广泛应用于冶金、机械制造、质检等行业的多种合金的化学成分的分析。重点阐述了仪器结构、工作原理、主要参数、分析性能以及主要特点。

关键词:光电直读光谱仪; 结构; 主要参数; 分析性能; 特点

中图分类号: TH744.112

文献标识码: B

WLD-4C型光电直读光谱仪是京仪控股公司于2002年12月立项研制,2004年完成的重点项目,2004年上半年两台样机已经通过国家质检中心的检测,用户进行测试也得到一致好评,完全能满足用户的要求。2004年年底已经通过北京市科委鉴定。该仪器采用新的材料、新的构思进行了新的外型设计,对重点结构进行了具有创造性的设计,开发出了新的高频率可调的激发光源。共有三项新的设计及技术在申请国家专利。该仪器结构设计合理,更加小型化、集成化;分析速度快、重复性好、稳定性好;采用高集成化的采集和控制系统,自动化程度高;采用高重复性、高稳定性的激发光源,激发频率可在150~600 Hz变化,可根据用户所分析材质选用,以达到最佳的分析效果;使用维护简单方便,维护成本低,体现了当代直读光谱仪的科技水平,具备了在激烈的市场中竞争的能力。

1 WLD-4C型光谱仪的结构及主要参数

1.1 产品造型设计

由图1可以看出,本产品在外型设计上,造型美观,线条流畅,风格上简洁明快、层次分明,而且充分考虑了使用环境,颜色的配置上也比较和谐,将工控主板及液晶显示装置集成于仪器左上方的外面板上,

结构非常紧凑、严谨而合理,操作非常方便。仪器从整体上充分体现了它的时代感和高科技感。



图1 仪器的外形图

Fig. 1 Outline image of instrument

1.2 产品结构设计

WLD-4C型光电直读光谱仪由8个部分组成,如图2所示。在结构设计上,本着安装调试及维修方便以及抗干扰性能好的原则进行布局和设计,将测量控制单元和火花光源分布在仪器前方两侧,互不干扰,并设计成用滑轨推拉的抽屉结构,两个前门设计成可以方便地开关的结构,打开前门,拉出抽屉就可以方便地维修。而抽真空系统及冷却系统布局在仪器的后方,前后左右均用隔板隔

收稿日期: 2005-03-17; 修订日期: 2005-06-30

作者简介: 岳所祥(1967-),男,山西阳泉人,高级工程师,从事发射光谱的研制开发及应用工作。

开,抗干扰性能好,隔音效果好。左右两个侧板则设计成挂板结构,在测控单元及光源以及各部分之间接线方便快捷。数据处理系统则采用工控主板

和液晶显示器,整体布局在前上面板上,而且设计成挂板结构,可以方便拆卸进行维修。

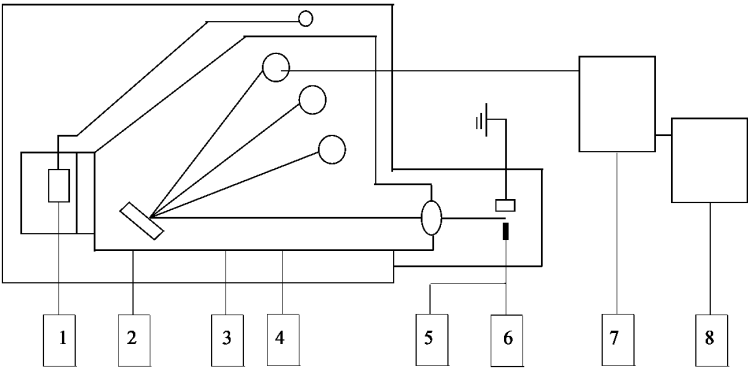


图 2 WLD-4C 型光电直读光谱仪的结构

Fig. 2 Structure of WLD-4C optical emission spectrometer

1 - 恒温系统; 2 - 分光系统; 3 - 抽真空系统; 4 - 激发光源; 5 - 供气系统; 6 - 冷却系统; 7 - 测控系统; 8 - 数据处理系统。

1.3 光路系统

WLD-4C 型光电直读光谱仪采用典型的 Paschen - Runge 式,如图 3 所示^[1]。其中凹面光栅:曲率半径 750 mm;刻划密度:2400 线/mm;闪耀波长(一级):300 nm;线色散:0.55 nm/mm;入射狭缝宽度:20 μm;出射狭缝宽度:50 μm 75 μm。

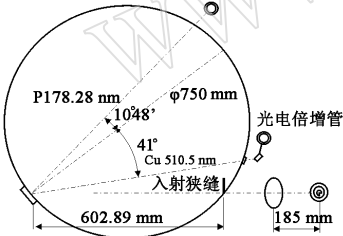


图 3 光路系统

Fig. 3 Optical system

1.4 可变频率光源的开发

如图 4 所示,新光源技术参数为:

- ① 输入电压: 220 VAC,50/60 Hz,3 A(最大)
- ② 脉冲输出: 预燃(Preburn) 曝光(Expose)
峰值电压: 300 V 300 V
峰值电流: 100 A 35 A
脉冲宽度: 100 μs 70 μs
- ③ 重复频率: 正常: 400 Hz 400 Hz
可选择: 200 Hz、300 Hz 200 Hz、300 Hz
- ④ 点火电路: 初级输入电压 400 V;脉冲形状:弱衰减阻尼;次级输出电压: +15 kV;辅助间隙:5 mm
- ⑤ 光源控制: 光源的启动、预燃和曝光以及左右样品架的切换等控制信号为 110 VAC

新开发光源的特点:频率可变,可根据用户分析的不同材质要求选择最合适的频率,控制光源的能量;光源峰压稳定,重复性好,稳定性好;结构简单,维修方便。

1.5 测量控制系统的开发

新的测量控制单元采用高集成化的模块化设计,自动化程度高,计算机自动控制调整高压,自动控制抽真空,稳定性好,能达到最佳的分析效果。

测量方式为分段积分;重现性指标 $RSD \leq 0.2\%$ 。

光电倍增管高压电源:电压为 -1000 V;稳定性为 8 h 优于 0.5%。

1.6 软件的开发

分析软件为流行的 Windows 系统下的中文操作软件,具有光谱分析的基本分析功能,如:建立校准曲线、控制样品分析等,同时还具有基体校正、干扰校正等高级算法,提高分析精度。分析结果可进入数据库,方便进一步处理;还具有网络接口,方便数据的传输;完全从用户角度考虑设计的软件,综合分析者的操作习惯,使用方便简洁。

2 WLD-4C 型光谱仪的工作原理

仪器的工作基于原子发射光谱分析的基本原理。由于火花源激发试样时,所接收到的光电流强度随时间波动很大,几乎是按激发光源脉冲电流变化而变化。通常不是直接测量光电流的瞬时值,而是采用积分的办法。在光电倍增管光电流输出的有效时间内,对光电流进行积分,记录光强的平均值。

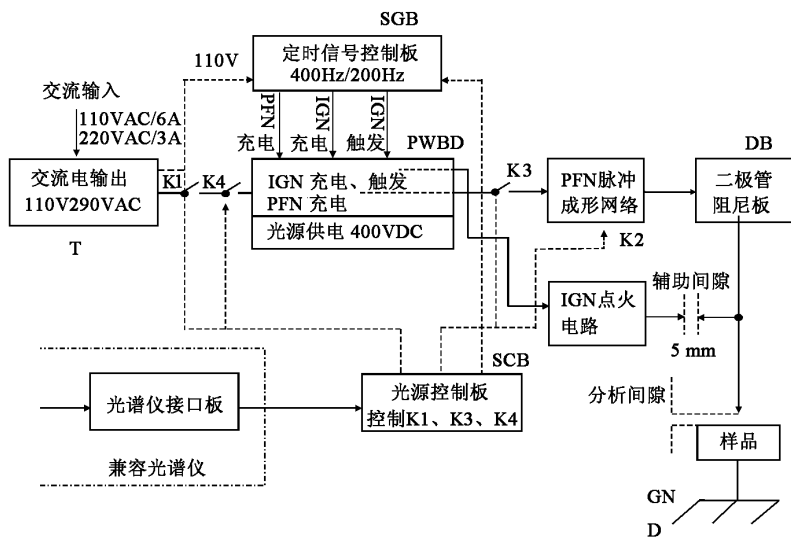


图4 新型激发光源原理框图

Fig. 4 Principle diagram of new-style exciting source

积分是依靠运算放大器和积分电容构成的积分器实现的。每一个光电倍增管都在积分板上对应图5所示的积分电路。

图5 电路可用以下公式描述：

$$U = \frac{1}{C} \int_0^t I dt$$

式中： U —积分电压(V)； C —常数； t —光电倍增管曝光时间(s)； I —光电流(A)。

显然，积分电压 U 不能无限增长，对于较大的光电流，可能很快达到光电倍增管的“饱和”值，使仪器动态范围受到限制。针对这一问题，系统采用了“分段积分技术”。

通常，模拟开关 $N1$ 、 $N2$ 均闭合，积分电容 C 通过电阻 $R1$ 放电，积分器输出电压 U 为 0 V。进入曝光阶段，积分开始，短路控制信号 $S1$ 使 $N1$ 断开，光电流 I 对积分电容 C 充电。进入巡回检测阶段，每秒对每一通道电压巡回检测 25 次，当通道积分电压 U 超过某一预定值（例如 2.5 V）时，系统读取并记录此时电压并使 $N1$ 短暂闭合，释放 C 上的电荷，重新积分。若未达到预定值，则不读取这一电压，也不放电，仍继续进行积分，如此反复，直到这一电压足够大才读取。当积分达到预定时间 T 时，进行最后一次循检，这一次不论积分电压多高，所有积分器的 U 值一律读取。最后把每个通道循环检测的结果相加，就是最后的积分值。由于把一次积分过程分解为若干段，故称这种方法为“分段积分”。

在曝光时间内，光源激发稳定时，积分电压与

光电流大小成正比，光电流又与谱线强度成正比，因此常把各通道的积分电压经 A/D 转换后的数字量称作该通道所对应元素的“光强”。各通道积分器的积分电压是通过测控单元的测量板上的 A/D 变换电路，变换为计算机所能接受的数字量。这些数字量经过单板机进行初步处理后通过串口通讯上位机，进行高级数据处理。

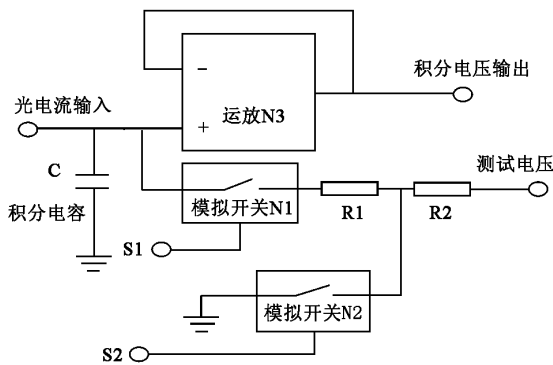


图5 积分电路原理

Fig. 5 Principle of integrating circuit

假设有一组已知几个元素含量的标准样品（简称“标样”），测得某元素在各标样的光强，把这一组光强作为横坐标，把对应的含量作为纵坐标，就可以在直角坐标系中描绘出一条含量—光强的函数曲线，这条曲线称为校准曲线。事实上，仪器是多通道

装置,一次就可以描绘出标样中所有元素的校准曲线。然后,若测出分析样品(称为“试样”)的光强,就可以用校准曲线求出所有元素的含量。上述过程由计算机数据处理系统自动完成。

3 WLD-4C 型光谱仪的分析性能

3.1 WLD-4C 光电直读光谱仪条件优化

由于仪器的参数较多,各元素测定的最佳条件并不完全相同,考虑到多元素的同时测定,一般选用适合多数元素的折衷的工作条件进行测定。

WLD-4C 型光电直读光谱仪优化条件为:辅助

气流量 6 L/min;光源频率 200、300、400 Hz,可变;光源功率 1 kVA;氩气充洗时间 5 s;预燃时间 4~15 s,根据材质设定;曝光时间 5~10 s,根据材质设定。

3.2 工作波长范围

170~550 nm,根据用户需要,设置分析元素通道。

3.3 仪器的重复性及长期稳定性

由表 1 和表 2 可知,仪器有良好的重复性和长期稳定性。由用户长期试验可知,仪器对锌合金、镁合金、铝合金、锡合金等有色金属的分析更具有良好的分析性能。

表 1 仪器的重复性考核
Table 1 Repeatability test of the instrument

项目	$w_B/10^{-2}$												
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Al	W	Ti	
分 次 测 定	1	0.241	0.966	1.976	0.0396	0.0173	9.28	13.09	0.685	0.281	0.037	0.713	0.504
	2	0.243	0.965	1.968	0.0402	0.0176	9.23	13.17	0.682	0.276	0.036	0.710	0.502
	3	0.240	0.971	1.941	0.0410	0.0182	9.31	13.18	0.681	0.283	0.037	0.715	0.500
	4	0.239	0.975	1.912	0.0449	0.0165	9.18	13.21	0.685	0.280	0.038	0.712	0.507
	5	0.234	0.962	1.956	0.0421	0.0173	9.21	13.19	0.685	0.281	0.038	0.714	0.496
	6	0.240	0.962	1.931	0.0442	0.0178	9.30	13.02	0.686	0.288	0.036	0.710	0.503
	7	0.237	0.968	1.971	0.0438	0.0187	9.33	13.11	0.683	0.284	0.037	0.712	0.501
	8	0.243	0.968	1.965	0.0431	0.0177	9.22	13.21	0.685	0.288	0.036	0.710	0.503
	9	0.244	0.963	1.941	0.0428	0.0183	9.36	13.29	0.687	0.285	0.038	0.716	0.505
	10	0.241	0.965	1.988	0.0435	0.0174	9.16	13.08	0.683	0.283	0.033	0.718	0.510
	11	0.244	0.960	1.997	0.0400	0.0177	9.18	13.19	0.685	0.284	0.039	0.714	0.506
$\bar{x}$	0.240	0.966	1.959	0.0423	0.0177	9.25	13.16	0.684	0.283	0.037	0.713	0.503	
RSD/%	1.28	0.46	1.30	4.34	3.33	0.74	0.58	0.26	1.23	4.35	0.37	0.74	

表 2 仪器长期稳定性考核
Table 2 Long-term stability test of the instrument

时间	$w_B/10^{-2}$											
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Al	W	Ti
3/2	0.241	0.963	1.955	0.0424	0.0186	9.36	13.12	0.700	0.281	0.039	0.704	0.52
3/3	0.243	0.961	1.979	0.0413	0.0174	9.26	13.22	0.684	0.283	0.037	0.705	0.506
3/4	0.240	0.957	1.983	0.0408	0.0170	9.30	13.24	0.697	0.266	0.036	0.688	0.505
3/5	0.238	0.956	1.986	0.0392	0.0172	9.35	13.28	0.701	0.267	0.037	0.712	0.512
3/6	0.237	0.953	1.964	0.0393	0.0168	9.33	13.17	0.682	0.265	0.036	0.691	0.495
3/7	0.241	0.954	1.958	0.0397	0.0168	9.28	13.25	0.684	0.263	0.031	0.693	0.504
3/8	0.238	0.948	1.916	0.0382	0.0137	9.15	13.37	0.681	0.258	0.033	0.685	0.511
3/9	0.247	0.936	1.937	0.0391	0.0162	9.37	13.28	0.688	0.283	0.036	0.687	0.503
3/10	0.229	0.942	1.926	0.0411	0.0143	9.28	13.49	0.679	0.277	0.037	0.693	0.502
3/11	0.241	0.947	1.912	0.0432	0.0173	9.35	13.34	0.682	0.284	0.041	0.702	0.495
3/12	0.236	0.952	1.943	0.0397	0.0165	9.41	13.36	0.687	0.278	0.038	0.694	0.502

4 WLD-4C 型光谱仪的主要特点

- ① 仪器结构设计合理,更加小型化、集成化;
- ② 分析速度快、重复性好、稳定性好;③ 采用高集

成化的采集和控制系统,自动化程度高;④ 可用于多种基体的材料分析;⑤ 采用高重复性、高稳定性的激发光源,激发频率可在 200~400 Hz 变化,用

户根据所分析材质选用,以达到最佳的分析效果;
⑥ 采用局部恒温,既保证了仪器的正常运行,又降低了对环境的要求;⑦ 采用 Windows 系统下的中文操作软件,方便简捷;建有数据库,可通过网络远程传输数据,方便快捷;可以自动建立质量管理图表,方便质量管理与监控;⑧ 使用维护简单方便,维护成本低。

5 WLD-4C 型光谱仪的应用及展望

目前国内使用的多道光电直读光谱仪大部分是进口产品,价格比较昂贵。所以迫切需要我们为用户提供高质量、高稳定性的价格便宜的产品,以适应市场的需求。WLD-4C 型多道光电直读光谱仪的研制开发,成功地进一步拓展了仪器老产品的使用范围,不仅在性能上优于原型产品,对于软金属如铝合金、镁合金、锌合金、锡合金等合金更具有良好的分析精度。新产品已基本达到世界先进水平,就以分析不锈钢为例,WLD-4C 型光谱仪^[2]和美国贝尔德公司 DV-6^[3]的精度比较如表 3 所示。

近年来,随着经济的不断发展,再加上国外铸造业、制造业大量向国内转移,我国的光电直读光谱仪需求量正在逐年增加。用户愈来愈要求快速、准确地分析其合金成分,以提高产品质量及经济效益,

所以 WLD-4C 型光谱仪一定会有更加广阔的应用空间 and 市场份额。

表 3 两种型号仪器精密度的对比
Table 3 Comparison of analytical precision between two types of instruments

元素	含量范围/%	RSD/%	
		WLD-4C	贝尔德 DV-6
C	0.01 ~ 0.10	1.58	≤1.6
Si	0.5 ~ 1.0	0.45	≤0.9
Mn	0.1 ~ 0.50	0.95	≤0.9
P	0.005 ~ 0.01	4.3	≤5.0
S	0.005 ~ 0.01	5.8	≤6.0
Cr	10.0 ~ 20.0	0.52	≤0.6
Ni	10.0 ~ 20.0	0.57	≤0.6
Mo	0.5 ~ 1.0	1.21	≤1.2
Cu	0.1 ~ 0.50	0.86	≤0.8
Ti	0.1 ~ 1.0	1.26	≤1.2

6 参考文献

[1] 范世福,陈捷光. 光学式分析仪器[M]. 北京:机械工业出版社,1998.
[2] 北京瑞利分析仪器公司. 光电直读光谱仪讲义[Z]. 2004.
[3] 张和根. BAIRD 光谱仪使用维护手册[Z]. 2002.

Development and Application of WLD-4C
Optical Direct-reading Spectrometer

YUE Suo-xiang
(Beijing Rayleigh Analytical Instrument Corp. Ltd. , Beijing 100015, China)

Abstract: WLD-4C optical direct-reading spectrometer is a new generation of spectrometer developed by Beijing Rayleigh Analytical Instrument Corp. Ltd. with fully self-intellectual property. More improvements are made on mechanical system, electrical system, exciting source and computer software etc. . Its special technology ensures perfect performances and provides higher ratio of performance to cost compared with same type of instruments. The instrument can be widely used in chemical component analysis in metallurgy, mechine manufacturing, quality inspection etc. . In the article, instrument structure, working principle, main working parameters, analytical performances and main features of the instrument are emphasized.

Key words: optical direct-reading spectrometer; structure; main parameters; analysis performance; features