



El Tipi LIBS ile Karbon Eşdeğerleri Ölçümü

Giriş

Önceki Karbon uygulama notumuz , karbon içeriği analizi için SciAps Z-200 C + 'nın kullanımını tartışıyor. Bu not, **karbon eşdeğerlerini (CE)** belirlemek için Z ile karbon ölçümünün nasıl kolayca genişletilebileceğini açıklamaktadır.

Teknoloji ve Yöntem

Z-200 C +, alaşımlardaki karbon içeriğini analiz edebilen dünyanın tek el tipi analizörüdür. SciAps el tipi LIBS Z-200 C +, numunenin küçük bir kısmını (kivılcımı OES'den daha küçük) buharlaştırmak için lazerle indüklenen arıza spektroskopisi (LIBS) tekniğini kullanır. Elde edilen plazmadan gelen optik ışık, hangi elementlerin mevcut olduğunu belirlemek için bir yerleşik spektrometre ve kalibrasyon eğrileri yoluyla her bir elementin miktarını ölçülür. Z darbli 1064 nm lazer kullanmaktadır ve 5-6 mJ/darbe ve 50 Hz tekrarlama hızında çalışır. Yerleşik spektrometre, karbonun ölçüldüğü 193 nm aralığına ayrılmış özel bir yüksek çözünürlüklü (0.06 nm FWHM) spektrometre ile 190 nm - 620 nm'yi kapsamaktadır.

El tipi LIBS, kıvılcım OES cihazları gibi nicel kimyasal analiz için argon tasfiyesi kullanılmalıdır. Z'nin argon tasfiyesi, analizörün sapında bulunan değiştirilebilir bir kartuştan oluşur. Karbon çeliği analizi için, argon kabı yaklaşık 600 test sürmektedir ve değiştirilmesi 6.50 \$'dır. Kullanıcılar genellikle karbon ve CE için ortalama 2-3 testtir, bu nedenle her kabın yaklaşık 200 test yeri vermesini bekler. Küçük kutuların depolanması ve taşınması, kıvılcım OES için kullanılan büyük argon tanklarından çok daha kolaydır.

TZ, karbon eşdeğerleri Si, Mn, Cr, Mo, V, Cu ve Ni için gerekli elementler dahil olmak üzere aynı anda birden fazla elementi ölçer. Aynı zamanda Kanada sözleşmesi için Nb ve B'yi de ölçer (tartışma için ters sayfaya bakınız). Karbon ölçümü tipik olarak 2-3 testin ortalamasını kullandığı için, ölçülen Si ve geçiş metalleri

için hassasiyet ortalamadan dolayı çok iyidir (**bkz.Tablo 1**). Genel kalibrasyon eğrilerini kullanırken, CE sayısının doğruluğu büyük ölçüde alaşım elementlerinin doğruluğu ile belirlenir. Bununla birlikte, tip standardizasyonu kullanılırken, CE'nin hassasiyeti karbon sonucunun hassasiyeti ile yönetilir.

Karbon Eşdeğerleri

Z-200 C ve Z-200 C + çoklu karbon eşdeğeri hesaplamalarını desteklemektedir. Bunlar arasında Uluslararası Kaynak Enstitüsü (IIW) tarafından kabul edilen Dearden ve O'Neill formülü ve AWS formülü yer alır.

Karbon Eşdeğerleri Formülleri

Dearden ve O'Neill (IIW)

$$CE = \%C + [\% Mn/6] + [\% Cr + \% Mo + \% V]/5 + [\% Cu + \% Ni]/15$$

AWS

$$CE = \%C + [\% Mn + \% Si]/6 + [\% Cr + \% Mo + \% V]/5 + [\% Cu + \% Ni]/15$$

İki formül basitçe aşağıdakilerle ilişkilidir:

$$AWS = IIW + [\% Si/6]$$

Kanada boru hatları için belirlenen Kanada sözleşmesi CAN / CSA Z662'yi de destekliyoruz. Kanada hesaplamalarına ilişkin tartışma bu başvuru notunun ilerleyen kısımlarında verilmektedir

Uygulamada karbon çeliklerindeki silikon içeriği tipik olarak% 0.1 ila 0.3 arasındadır, Si'den CE'ye ilave katkı 0.017-0.05 mertebesinde olmaktadır.

Veri ve Tartışma

Birkaç karbonlu çelik için LIBS tarafından ölçülen tekrarlanan kimyalar ve CE değerleri Tablo 1'de gösterilmiştir. Yayınlanmış literatürden alınan CE değerlerine karşı kaynaklanabilirlik değerleri Tablo 2'de gösterilmektedir. Tekrarlanabilirlik çalışması için ortak bir boru hattı alaşımı (API 5L X-45) artı birkaç yaygın karbon çelik seçilmiştir **Tablo 1** kullanıcının OES kıvılcımına benzer



Videos <https://goo.gl/xKR1vn>



bir malzemeyi uygun şekilde hazırlaması şartıyla Z-200 C ve C + modellerini temsil eder. Gösterilen sonuçlar, yaklaşık 12 saniyelik bir toplam test süresi için tipik olarak 3 testin ortalamaları ve 3 saniyelik bir ön yanmadır. CE değerleri AWS formülasyonu kullanılarak analizör tarafından hesaplanır.

Ayrıca tip standardizasyonu (yani bir X-45 materyaline tek nokta kalibrasyonu) kullanırken CE ve kimyaları X-45 için gösteririz. Genel olarak, genel kalibrasyon eğrileri kullanılırken, genellikle konsantrasyon seviyeleri% 0.05'in altında olduğunda ortaya çıkabilecek bazı küçük yanlışlıklar vardır. **Tablo 1**'deki tip standardizasyonu X-45 tam kalibrasyon (% 0 - .5) için Ni ve V sonuçlarının karşılaştırılması iyi bir örnektir. Tipik olarak, tam kalibrasyon eğrilerinin kullanılmasının CE değerini her iki yönde ± 0,03 oranında saptayabildiğini görürüz. Ve bu sapma neredeyse her zaman CE değerini içeren elementlerin birçoğunda çok düşük konsantrasyonlarda küçük sapmalardan kaynaklanır. Bu nedenle ölçülen CE, kaynaklanabilirlik için bir eşik değerine (örneğin, **Tablo 2**'deki 0.4'e yakın) 0.03 birim dahilindeyse, tip standardizasyonu doğru seçim olabilir.

Kanada Kaynak Standartı

Aşağıdaki formüle gösterilen Kanada CE hesaplaması ek bir gereklilik ekler. CE değeri, bor konsantrasyonunun 5 katı katkı içerir. Çelikteki bor seviyeleri tipik olarak Z ve çoğu mobil kıvılcım OES ünitesinin algılama sınırının (LOD) altında 5 ppm'den (% 0.0005) daha azdır. Aslında Z-200 C ve C + için bor için LOD'yi yaklaşık 80 ppm (% 0.008) olarak tahmin ediyoruz.

$$CE (CAN) = \%C + F * [\%Mn / 6 + \%Si / 24 + \%Cu / 15 + \%Ni / 20 + (\%Cr + \%Mo + \%V + \%Nb) / 5 + 5 * \%B]$$

FKanada CE hesaplaması için Z, aşağıdaki yaklaşımı kullanır. Sağlanan bor tespit edilmediğinde, CE hesaplaması için maksimum% 0,008 B kullanılır, çünkü bu tahmini LOD'umuzdur. Bu değer 5 ile ve daha sonra karbon konsantrasyonuna bağlı olan ağırlık faktörü F ile çarpılır, böylece CE biraz yüksek ama en azından konservatif yönde eğilir.

Tablo 3 Kanada'da boru hattı çelikleri için binlerce OES testinden geçtik ve henüz 10 ppm'den büyük bir bor sonucu bulamadık. Bu nedenle, 10 ppm ve 80 ppm kullanan Kanada CE değerleri için sonuçlar iyi bir karşılaştırma sağlar. Tablo 3'te gösterildiği gibi, CE üzerindeki etki minimum düzeydedir. Bor için 80 ppm kullanılması, bir dizi karbonlu çelik için CE değerini tipik olarak yaklaşık 0.03 oranında şişirir - bunun kaynaklanabilirlik kolaylığını fazla tahmin etmenin muhafazakar yönünde olduğunu vurgulayın. Bu nedenle tavsiyemiz, CE, Tablo 2'de gösterilenler gibi bir kaynaklanabilirlik eşik seviyesinin 0.03 içinde değilse, CE değerimiz üzerinde kaynaklanabilirlik kararları almanızdır.

Özet

SciAps Z, düşük alaşımlı ve karbonlu çeliklerdeki karbon içeriğinin yanı sıra karbon eşdeğerini de ölçebildiğini göstermiştir. Z-200 C ve C + dünyanın karbon içeriğini ölçebilen tek el tipi analizörleridir. Genellikle 2-3 testin yanı sıra bir ön yanma ortalaması olan karbon analiz yöntemi, diğer ortalama elementlerine aynı ortalamaı uygulamaya ve anlamlı bir CE değeri üretmek için gereken hassasiyeti verir. Kaynaklanabilirlik, yayınlanan kriterlere göre LIBS ölçümü ile belirlenebilir. Kaynak edilebilirliğin hem IIW (Dearden ve O'Neill) hem de CE'nin AWS formülasyonları için kabul edilebilir bir şekilde çalıştığı gösterilmiştir ve Kanada sözleşmesini bor dahil olarak kullanmak için bir yöntem sağlanmıştır

Tablo 3 AWS ve Kanada Sözleşmeleri için CE değerlerinin karşılaştırılması

Alaşım	CE - AWS	CE-CAN (B=80 ppm)	CE-CAN (B=10 ppm)	Δ
X-45	0.36	0.33	0.30	0.03
1018	0.36	0.41	0.38	0.04
1030	0.54	0.60	0.56	0.04
X-45 Tip Kalibrasyonu	0.37	0.40	0.36	0.04
A36 Tip Kalibrasyonu	0.33	0.37	0.33	0.04

Tablo 1

Numune	C.E.	C (%)	Cr (%)	Cu (%)	Ni (%)	Si (%)	V (%)	Mn (%)	Mo (%)	Nb (%)
X45										
Ortalama	0.359	0.107	0.014	<0.02	0.054	0.205	0.047	1.480	<0.01	0.024
Stdev	0.009	0.008	0.002		0.008	0.015	0.001	0.046		0.005
RSD	2.6%	7.2%	14.7%		14.7%	7.2%	3.1%	3.1%		18.5%
1018										
Avg	0.364	0.180	0.121	0.226	0.129	0.255	0.010	0.840		< 0.015
Stdev	0.012	0.012	0.001	0.005	0.003	0.011	0.001	0.009		
RSD	3.2%	6.9%	1.0%	2.2%	2.5%	4.2%	8.3%	1.1%		
1030										
Avg	0.540	0.333	0.203	0.207	0.140	0.241	0.049	0.834		< 0.015
Stdev	0.023	0.024	0.004	0.004	0.008	0.021	0.002	0.041		
RSD	4.3%	7.2%	1.8%	1.8%	5.8%	8.5%	3.7%	4.9%		
A36 Tip Kalibrasyonu										
Avg	0.370	0.165	0.142	0.290	0.147	0.234	0.017	0.819	0.038	< 0.015
Stdev	0.010	0.010	0.002	0.007	0.008	0.015	0.002	0.016	0.002	
RSD	2.8%	6.1%	1.2%	2.6%	5.6%	6.4%	9.7%	2.0%	4.9%	
X45 Tip Kalibrasyonu										
Avg	0.329	0.091	0.013	0.007	0.020	0.214	0.038	1.411	< 0.01	< 0.015
Stdev	0.015	0.007	0.001	0.001	0.003	0.014	0.001	0.060		
RSD	4.5%	7.7%	6.7%	8.0%	17.3%	6.4%	2.9%	4.3%		

Tablo-2 Karbon eşdeğer sayılarına göre yayınlanmış kaynak sınıflandırması.

Karbon Eşdeğerleri #	Kaynaklanabilirlik
0 - 0.35	Mükemmel
0.36 - 0.40	Mükemmel
0.41 - 0.45	İyi
0.46 - 0.50	Adil
> 0.50	Zayıf



Videos <https://goo.gl/xKR1vn>

SciAps

5 Constitution Way, Woburn, MA 01801

+1339.927.9455

www.sciaps.com - sales@sciaps.com

Bölgesel Distribütörünüz

EPSILON NDT

Epsilon-NDT A.Ş.

19 Mayıs Mah, Dr. Şevket Bey Sk,
No:3A/B 34360 Şişli/İSTANBUL

+90 212 219 03 73