

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ НА ВАКУУМНОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОМ СПЕКТРОМЕТРЕ «ГРАНД-ЭКСПЕРТ»

В.Г. Гаранин<sup>1</sup>, И.А. Зарубин<sup>1,2</sup>, В.А. Лабусов<sup>1,2</sup>, Д.О. Селюнин<sup>1,2</sup>, М.В. Саушкин<sup>1,2</sup>

*1 – ООО «ВМК-Оптоэлектроника»*

*2 – Институт автоматики и электрометрии СО РАН*

Оперативное определение состава металлов и сплавов в ходе их производства, а также входного и выходного контроля продукции является важным элементом системы контроля качества предприятия. Работа по анализу высоколегированных сталей была нами представлена в [1]. Анализы выполнялись на спектрометре «Гранд-Эксперт» [2] по ГОСТ 18895-97 на фотоэлектрический спектральный анализ с расширением для определения содержаний основных легирующих элементов никеля и хрома выше 10 %. Также было показано, что при условии однородности состава рабочих проб спектрометр «Гранд-Эксперт» может решить задачу одновременного определения примесных и легирующих элементов за несколько минут, из которых основное время уходит на подготовку поверхности исследуемых образцов.



Рис.1. Внешний вид спектрометра «Гранд-Эксперт»

МАЭС с 14 линейками фотодиодов, для второго диапазона используется отдельный полихроматор среднего разрешения (1,1 нм/мм) и анализатор МАЭС с 10-ю линейками фотодиодов. Внешний вид спектрометра показан на рис.1.

В настоящей работе мы представляем еще один, новый вариант спектрометра с расширенным спектральным диапазоном, который может быть использован для анализа сплавов на основе железа, а также меди, алюминия и других металлов, в том числе благородных. Основу спектрометра составляет вакуумированный полихроматор с рабочим диапазоном длин волн 170-360 нм и воздушный полихроматор с рабочим диапазоном 360-700 нм. Первый диапазон спектра высокого разрешения (0,4 нм/мм) регистрируется анализатором

Вакуумной системой и подачей аргона управляет микропроцессорный блок, который по командам компьютера и автономно управляет поддержанием вакуума, продувкой штатива во время ожидания и экспозиции, а также измерением давления в вакуумном корпусе и потока аргона через штатив.

Для дозированной подачи аргона применяется специальный регулятор массового расхода аргона, откалиброванный для работы в рабочих режимах искрового штатива от 0.2 до 3 л/мин. Линия подачи газа выполнена герметично, с минимальным количеством соединений.

Компьютерное управление позволяет задать поток аргона для каждого режима работы (продувки, обжига, экспозиции, ожидания измерения), а также варьировать время перехода из режима ожидания измерения в состояние «сон». Значения давления и потока аргона во время регистрации спектров сохраняются в каждом спектре. Их можно посмотреть в любое время в программе «Атом» (рис.2,3). Также фиксируются мгновенные значения тока разряда во время обжига и экспозиции.

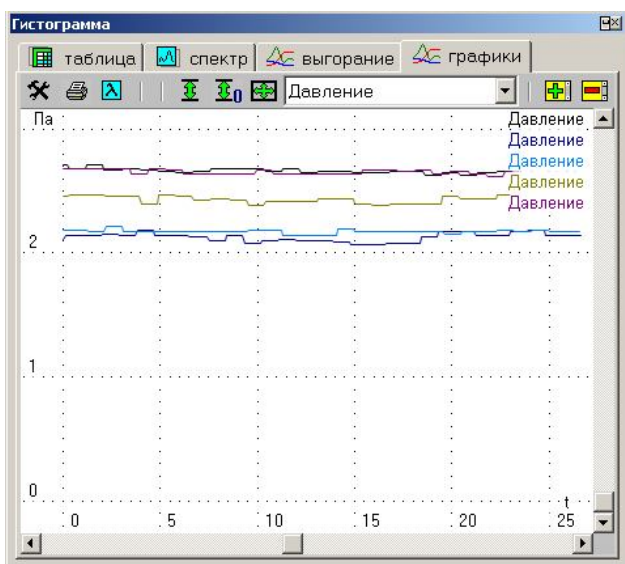


Рис.2. Запись показаний давления в вакуумном полихроматоре для нескольких спектров

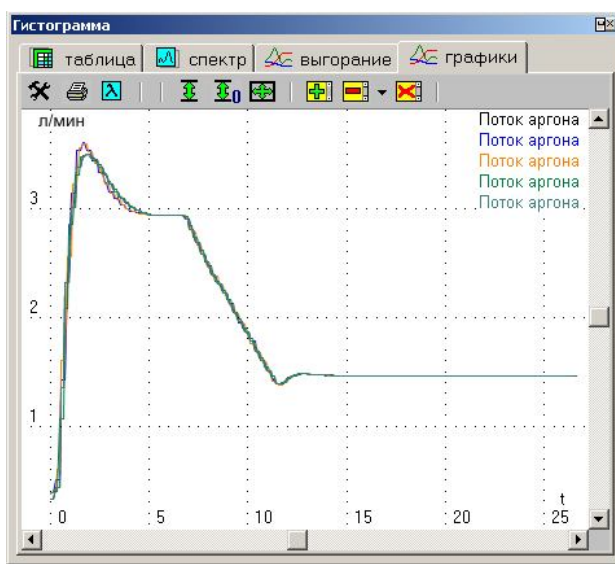


Рис.3. Запись показаний потока аргона во время обжига и регистрации для нескольких спектров

Возбуждение атомно-эмиссионных спектров металлических проб проводилось с помощью генератора «Шаровая Молния-250» в атмосфере высокочистого аргона в искровом штативе, установленном на входе вакуумного полихроматора. Ввод излучения в воздушный полихроматор выполнялся с помощью кварцевого световода.

В дополнение к ранее исследованному анализу состава легированных сталей мы провели выбор условий возбуждения и регистрации спектров для определения состава сплавов на основе меди – бронз с комплектами образцов сравнения 721-725 (БрК\*), 1261-1264 (БрАЖ\*) и 181-186 (БрБ\*). Выбранный режим работы генератора предусматривал «щадящее» обыскривание в течение 30 секунд при токе 100 А с частотой 50 Гц.

Увеличенное время обьскривания позволило нивелировать различия в составе трех комплектов и получить хорошие градуировочные зависимости для всех определяемых элементов. Регистрация спектров длилась 10 секунд. На рис.4 показан обзорный спектр образца сравнения 182 (бериллиевая бронза) на участке 170-700 нм. Аналитические линии используются по всему рабочему диапазону спектрометра.

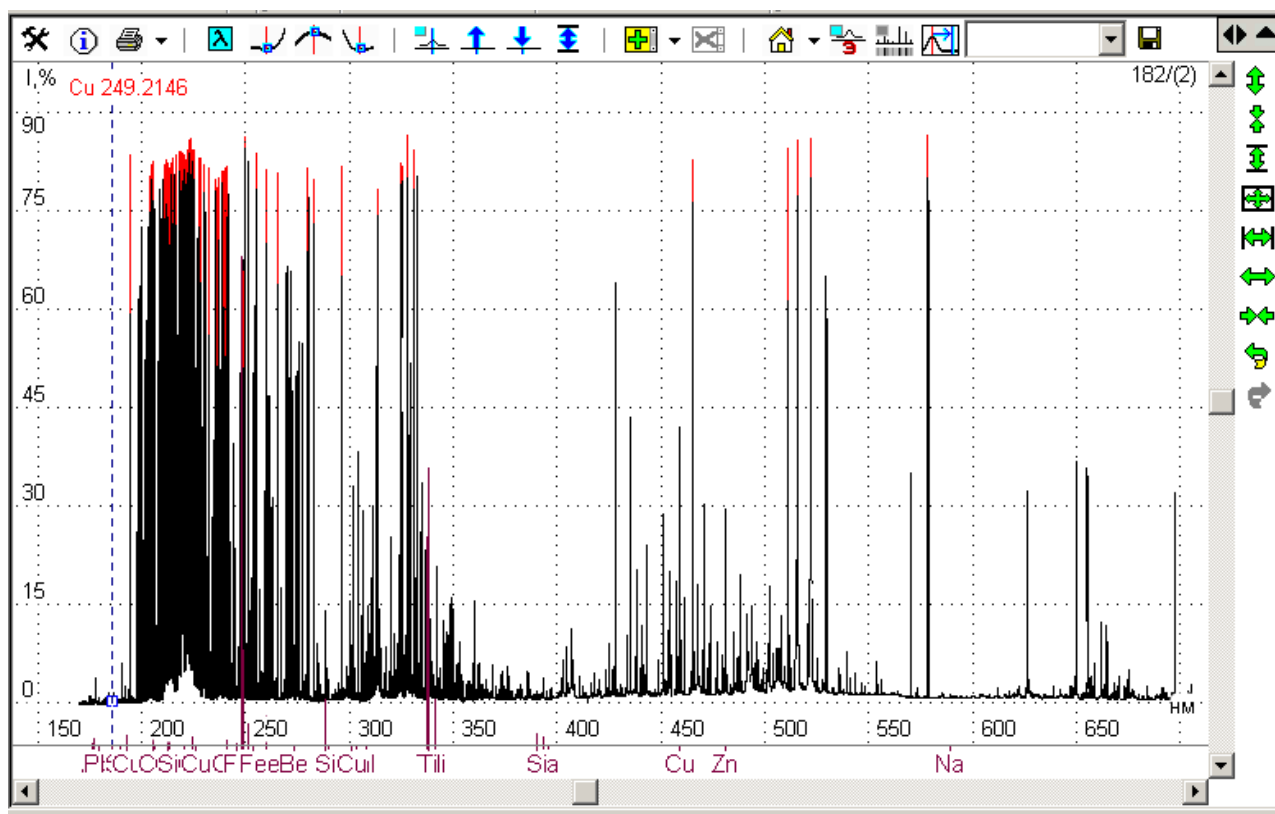


Рис.4. Обзорный спектр образца сравнения 182 (бериллиевая бронза)

Диапазоны концентраций в комплектах ГСО указаны в таблице 1. В качестве примера на рис.5-8 приведены градуировочные графики для алюминия, цинка, кремния и олова на весь рабочий диапазон. Большая разница в концентрациях легирующих элементов потребовала тщательного выбора линий сравнения и аналитических линий. В итоге получились градуировочные графики, которые охватывают определение состава широкого ассортимента безоловянных бронз.

Таблица 1.

Элемент	ГСО мин	ГСО макс	Элемент	ГСО мин	ГСО макс
Алюминий	0,037	11,4	Кремний	0,038	3,63
Бериллий	0,95	2,77	Олово	0,026	0,4
Железо	0,23	4,02	Титан	0,035	0,33
Никель	0,07	1,17	Цинк	0,037	1,68
Свинец	0,0054	0,045			

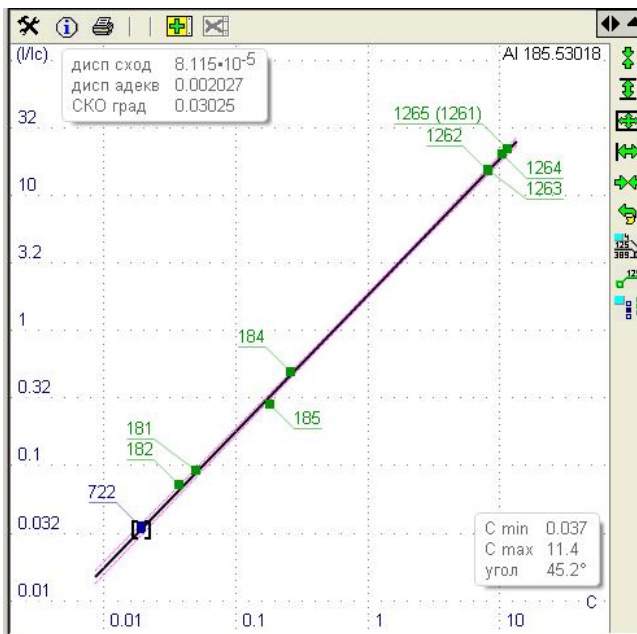


Рис.5. Градуировочный график для алюминия в бронзе, длина волны 185,5302 нм

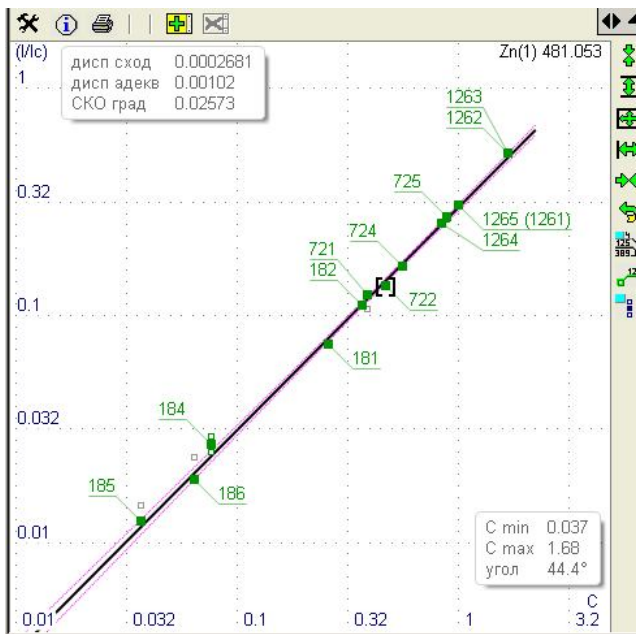


Рис.6. Градуировочный график для цинка в бронзе, длина волны 481,053 нм

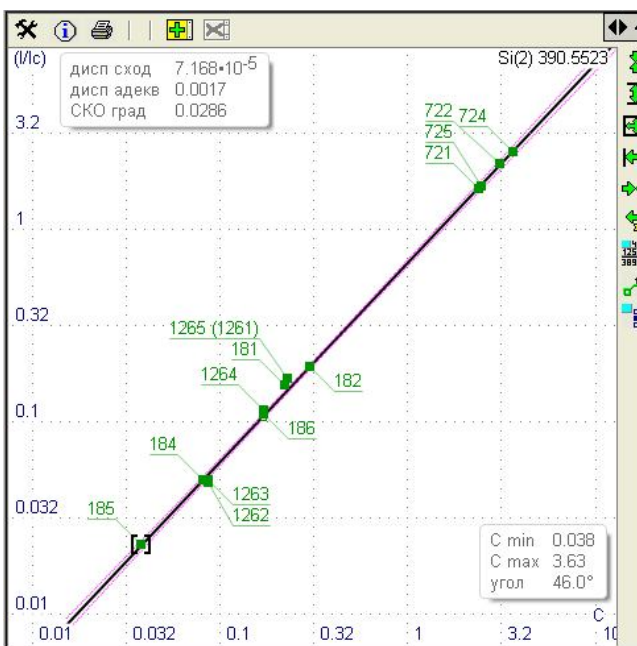


Рис.7. Градуировочный график для кремния в бронзе, длина волны 390,5523 нм



Рис.8. Градуировочный график для олова в бронзе, длина волны 189,928 нм

Работа выполнена при финансовой поддержке программы Президиума РАН № 2010-8.

### Литература

1. Гаранин В.Г., Зарубин И.А. Определение состава высоколегированных сталей на вакуумном атомно-эмиссионном спектрометре «Гранд-Эксперт» // Материалы X Межд. симп. «Применение анализаторов МАЭС в промышленности», Новосибирск, 2009. С. 13-16.
2. Лабусов В.А., Зарубин И.А., Гаранин В.Г., Саушкин М.С. Многоканальные спектрометры «Гранд». Современное состояние. Вакуумный вариант спектрометра // Материалы X Международного симпозиума «Применение анализаторов МАЭС в промышленности», Новосибирск, 2009. С. 7-12.