

УДК 543.423

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

© В. Г. Гаранин¹, И. А. Зарубин^{1,2}, В. А. Лабусов^{1,2},
Д. О. Селюнин^{1,2}, М. С. Саушкин^{1,2}

Статья поступила 24 октября 2011 г.

Приведены результаты анализа сплавов на основе железа, меди и алюминия на вакуумном спектрометре «Гранд-Эксперт». Описаны особенности спектрометра, режимов анализа и параметров градуировочных графиков. Показано, что при условии однородности состава рабочих проб спектрометр может одновременно определять примесные и легирующие элементы за несколько минут.

Ключевые слова: атомно-эмиссионный спектральный анализ; высоколегированная сталь; бронза; алюминиевые сплавы; анализатор МАЭС; спектрометр «Гранд-Эксперт».

Оперативное определение состава металлов и сплавов в ходе их производства, а также входной и выходной контроль продукции являются важными элементами системы контроля качества предприятия. Часто решение о соответствии сплава производственным требованиям должно быть принято в течение 3 – 5 мин, поскольку задержки ведут к дорогостоящим простоям рабочих линий.

Самыми распространенными объектами анализа в заводских лабораториях являются сплавы на основе железа (стали и чугуны), алюминия и меди (бронзы и латуни) [1 – 4]. Количество лабораторий, проводящих определение состава сплавов на основе никеля, титана, свинца, драгметаллов и т.д., несколько меньше, но метрологические требования к ним такие же, в том числе и по времени выполнения анализа.

В данной работе представлены результаты применения на спектрометре «Гранд-Эксперт» [5, 6] существующих методик прямого спектрального анализа высоколегированных сталей [7], первичного алюминия [8], алюминиевых сплавов [9] и безоловянных бронз [10].

Регистрация спектров в спектрометрах «Гранд-Эксперт» осуществляется многоканальными анализаторами эмиссионных спектров МАЭС, выполненными на основе многокристальных сборок линеек фотодиодов. В работе данный спектрометр использовали в двух исполнениях: с одним полихроматором для анализа сталей и с двумя полихроматорами для анализа цветных металлов.

Спектрометр первого исполнения имеет вакуумированный полихроматор высокого разрешения (0,4 нм/мм) с рабочими диапазонами длин волн 170 –

360 и 390 – 445 нм [5]. Диапазон 170 – 360 нм регистрирует открытая (без входного окна) многокристальная сборка из 14 линеек фотодиодов, а диапазон 390 – 445 нм — сборка из пяти линеек со стеклянным окном, поглощающим излучение с длинами волн меньше 350 нм для исключения наложений линий второго порядка дифракции из диапазона 170 – 220 нм. На рис. 1 хорошо видна разница двух спектров, зарегистрированных с использованием стеклянного окна и без него. Спектральные линии из второго порядка обладают заметной интенсивностью и налагаются на линии первого порядка дифракции.

Спектрометр второго исполнения обладает расширенным спектральным диапазоном и может быть использован для анализа как сплавов на основе железа, так и меди, алюминия и других металлов, в том числе благородных [6]. Основу спектрометра составляют вакуумированный полихроматор высокого разрешения (0,4 нм/мм) с рабочим диапазоном длин волн

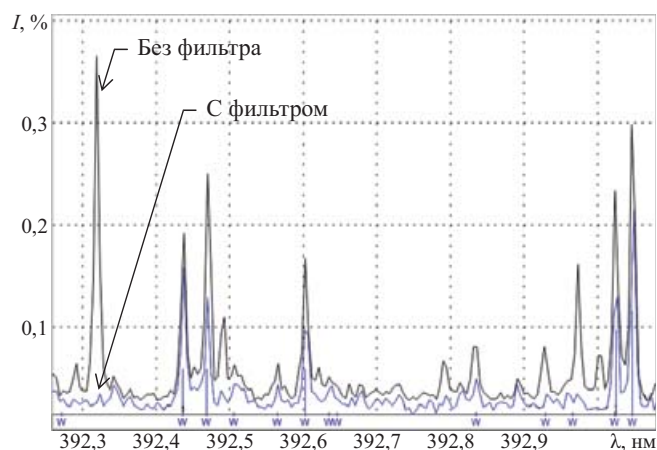


Рис. 1. Фрагмент спектра со стеклянным фильтром и без него

¹ ООО «ВМК-Оптоэлектроника», г. Новосибирск, Россия;
e-mail: labusov@vmk.iae.nsk.su

² Институт автоматики и электрометрии СО РАН, г. Новосибирск, Россия.

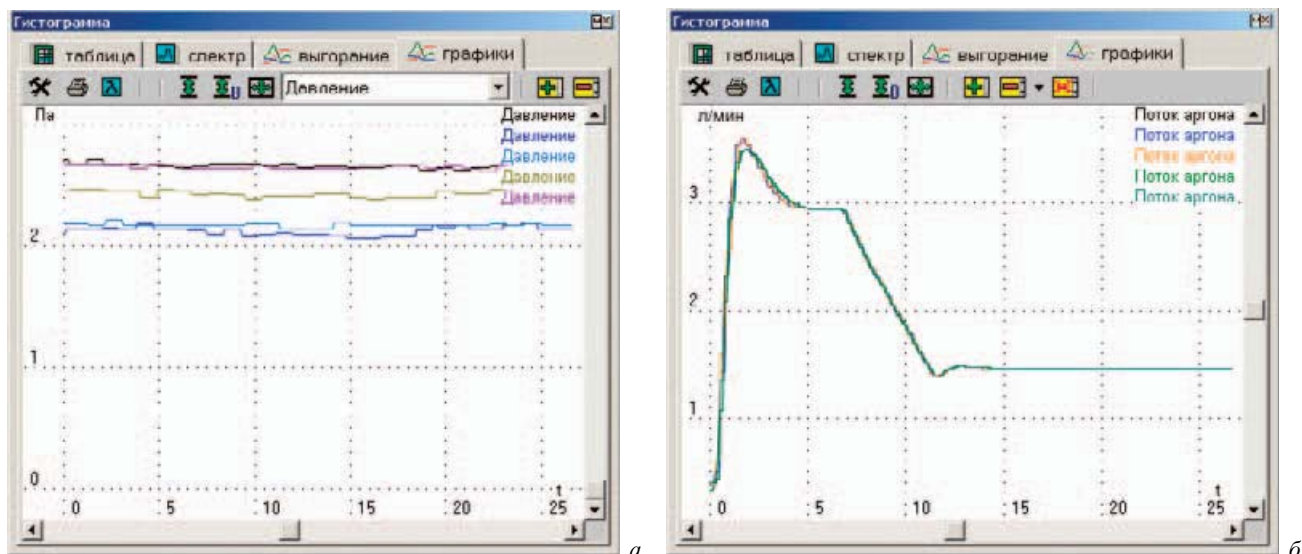


Рис. 2. Зависимости давления в вакуумном полихроматоре (а) и скорости потока аргона (б) от времени в процессе обжига и регистрации спектров для нескольких проб



Рис. 3. Пятна обыскривания на поверхности проб стали (а) и первичного алюминия (б)

170 – 360 нм и воздушный полихроматор среднего разрешения (1,1 нм/мм) с диапазоном 360 – 700 нм.

Во всех вариантах спектрометров имеется 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 скорости потока аргона через штатив. Для дозированной подачи аргона применяется специальный регулятор массового расхода аргона, откалиброванный для работы в 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, экспози-

ции, ожидания), а также варьировать время перехода из режима ожидания в состояние «сна». Значения давления и скорости потока аргона во время регистрации спектров сохраняются в каждом спектре. Их можно посмотреть в любое время в программе «Атом» (рис. 2). В спектрах также фиксируются мгновенные значения тока разряда во время обжига и экспозиции. Возможности программы «Атом» по оценке качества градуировочных графиков, выбору оптимальных аналитических пар линий, учету фракционного поступления элементов в плазму разряда существенно сократили время получения результатов [11].

Возбуждение атомно-эмиссионных спектров металлических проб проводилось с помощью генератора «Шаровая молния-250» [12] в атмосфере высоко-

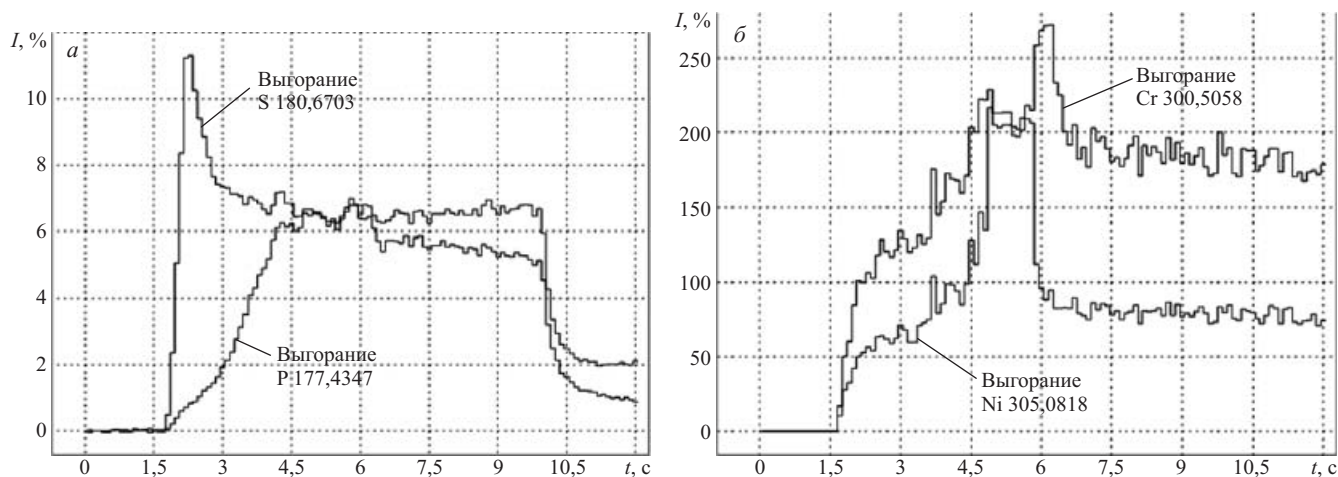


Рис. 4. Зависимость интенсивности спектральных линий серы и фосфора (а), а также хрома и никеля (б) от времени при искровом возбуждении образца стали

Таблица 1. Рабочие диапазоны концентраций для определяемых в сталях элементов, % масс.

| Элемент | ГСО (мин/макс) | Номер экспозиции | Элемент | ГСО (мин/макс) | Номер экспозиции |
|----------|----------------|------------------|----------|----------------|------------------|
| Хром | 0,037/26,9 | 3 | Вольфрам | 0,02/4,24 | 3 |
| Никель | 0,037/35,1 | 3 | Кремний | 0,017/2,36 | 3 |
| Углерод | 0,016/0,68 | 3 | Титан | 0,001/0,64 | 3 |
| Марганец | 0,015/2,31 | 3 | Алюминий | 0,002/1,07 | 3 |
| Сера | 0,0023/0,035 | 1 | Кобальт | 0,012/0,072 | 3 |
| Фосфор | 0,0027/0,044 | 1 | Медь | 0,011/0,388 | 3 |

чистого аргона в искровом штативе, установленном на входе вакуумного полихроматора. Ввод излучения в воздушный полихроматор выполнялся с помощью кварцевого световода. Выбранные режимы возбуждения обеспечивали первичное интенсивное обыскривание поверхности проб и хорошо воспроизводимое пятно прожига при любом количестве измерений (рис. 3). Основные рабочие параметры приборов приведены ниже.

- Базовая экспозиция МАЭС. 100 мс
- Вольфрамовый противозлектрод 6 мм, конус с площадкой 1 мм
- Аналитический промежуток 3 мм
- Подача аргона в режиме продувки. 3 л/мин
- Подача аргона в режиме анализа. 1,5 л/мин

Режим генератора «Шаровая молния-250»

Для анализа сталей

- Обжиг и 1-я ступень 200 Гц, 200 А, 200 мкс, 8 с
- 2-я ступень 200 Гц, 100 А, 100 мкс, 8 с

Для анализа алюминия и сплавов на его основе

- Обжиг и экспозиция 100 Гц, 150 А, 100 мкс

Для анализа безоловянных бронз

- Обжиг и экспозиция 50 Гц, 100 А, 100 мкс

Анализ стали. С помощью записи времени поступления разных элементов в плазму разряда были выявлены участки времени, наиболее подходящие для определения концентраций всех элементов. В частности, аналитические линии серы и фосфора наи-

более интенсивны во время первой ступени обыскривания (рис. 4, а), а линии никеля и хрома светят наиболее стабильно во время второй ступени (рис. 4, б).

Регистрация спектра была разделена на несколько этапов: продувка 4 с; обжиг 6 с; первая экспозиция 3 с; вторая переходная — 3 с, третья — 3 с. Сразу после обжига регистрировался спектр первой экспозиции, по которой проводили расчет для серы и фосфора. Во время переходной экспозиции происходила смена режимов генератора, а по третьей экспозиции рассчитывали концентрации всех остальных элементов. С помощью ГСО легированных сталей из комплектов РГ, ЛГ и 129 строили градуировочные графики для определения ряда элементов (табл. 1). В качестве линий сравнения использовали линии железа с совпадающими степенью ионизации, номером экспозиции, расположенные на расстоянии до 30 нм от аналитической линии.

Для примера на рис. 5 приведено основное окно программы «Атом» с обзорным спектром стали, градуировочным графиком для никеля на весь рабочий диапазон и таблицей анализа. Большая разница в концентрациях легирующих элементов потребовала тщательного выбора линий сравнения и аналитических линий. Одной из основных задач являлось определение состава жаропрочных высоколегированных сталей, поэтому несколько линий хрома и никеля, по которым были построены близкие по качеству градуи-

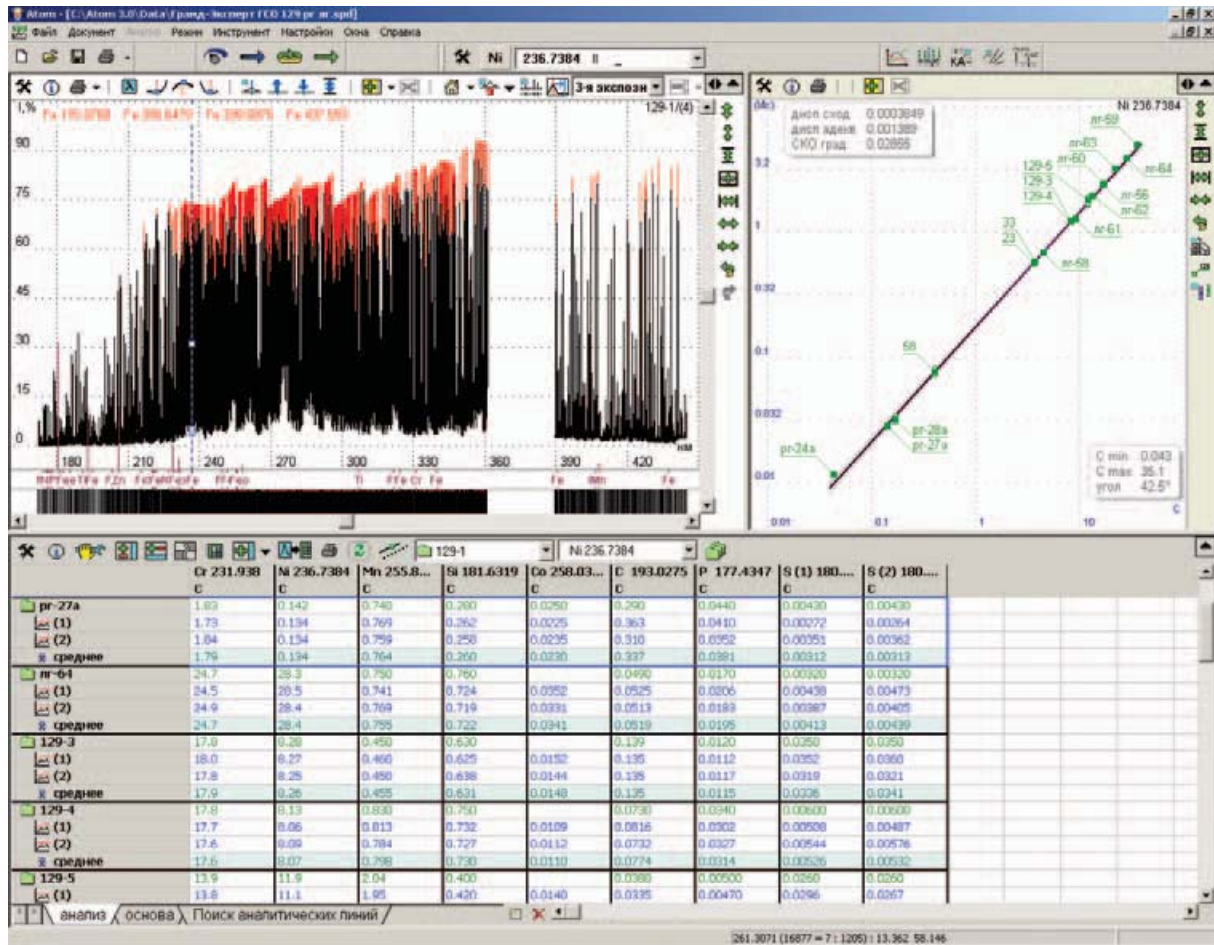


Рис. 5. Основное окно программы «Атом» с обзорным спектром стали, градуировочным графиком для никеля и таблицей анализа

ровочные зависимости, были подвергнуты длительным проверкам с помощью нескольких проб сталей типа сильнолегированной 10X18H и слаболегированной ХВГ. В течение нескольких дней регистрировали спектры этих проб, проводили зачистку поверхностей, переустановку электродов, чистку штатива и прочие действия, которые обычно выполняются при рутинном анализе металлических проб. В результате был собран большой массив данных, по которому удалось проследить влияние разных факторов на результаты определения концентраций и выбрать самые устойчивые аналитические пары линий. В табл. 2 представлены результаты, полученные в отдельные дни, средние значения, нормативы воспроизводимости для двух результатов [7] (для хрома дана оценка норматива за пределами 10 % масс.). Видно, что удастся оставаться в границах допуска по воспроизводимости в условиях одного градуировочного графика (т.е. без переградуировки) в течение нескольких дней. Таким образом, найдены устойчивые градуировочные зависимости для всех определяемых элементов, а чем реже проведение переградуировки по контрольным образцам, тем меньше время выполнения анализов и расход материалов.

Анализ первичного алюминия и сплавов на его основе. Наиболее часто задача определения марки алюминиевого сплава стоит при входном контроле материалов, а оценка соответствия заданной марке проводится в лабораториях литейных цехов и требует большой оперативности. Поэтому решалась задача поиска условий возбуждения спектров, построения и контроля градуировочных зависимостей, единых для первичного алюминия и сплавов на основе алюминия.

При выборе режима обыскривания учитывалось, что в зависимости от количества кремния в сплаве длительность обжига сильно варьируется (рис. 6). В целях оптимизации времени анализа для первичного алюминия можно проводить обжиг в течение 5 с, но для сплавов типа АК9 – АК12 требуется до 15 с предварительного обыскривания, что и было выбрано для обжига.

Итогом стало построение градуировочных графиков по нескольким комплектам ГСО для большого числа элементов (табл. 3). У большинства элементов выбраны аналитические линии для построения градуировочного графика во всем диапазоне, а для элементов с очень большим диапазоном концентраций, например меди и кремния, выбраны несколько линий, чтобы обеспечить определение и высоких и низких

Таблица 2. Результаты контроля воспроизводимости в образцах сталей

| Данные измерений и результаты усреднений | C | Co | Cr | Mn | Ni | P | S | Si | Ti |
|--|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| | 193,027 | 258,032 | 231,938 | 255,861 | 221,318 | 177,435 | 180,670 | 181,632 | 307,298 |
| Сталь типа ХВГ, % масс. | | | | | | | | | |
| 24.06 | 0,629 | 0,0055 | 0,98 | 0,731 | 0,339 | 0,0247 | 0,026 | 0,158 | 0,0017 |
| 29.06 | 0,634 | 0,0058 | 0,98 | 0,724 | 0,307 | 0,0262 | 0,029 | 0,150 | 0,0011 |
| 30.06 | 0,618 | 0,0056 | 1,00 | 0,691 | 0,310 | 0,0284 | 0,030 | 0,151 | 0,0012 |
| 01.07 | 0,618 | 0,0056 | 0,99 | 0,722 | 0,313 | 0,0272 | 0,035 | 0,160 | 0,0013 |
| 03.07 | 0,608 | 0,0055 | 0,96 | 0,699 | 0,305 | 0,0278 | 0,032 | 0,140 | 0,0013 |
| 04.07a | 0,635 | 0,0054 | 0,99 | 0,705 | 0,319 | 0,0258 | 0,035 | 0,156 | 0,0015 |
| 04.07б | 0,633 | 0,0063 | 1,05 | 0,73 | 0,309 | 0,0283 | 0,033 | 0,141 | 0,0014 |
| Среднее | 0,62 | 0,006 | 0,99 | 0,71 | 0,31 | 0,027 | 0,032 | 0,15 | 0,0013 |
| ОСКО, % | 0,62 | 2,14 | 1,04 | 0,86 | 1,40 | 1,95 | 3,90 | 1,99 | 5,81 |
| Размах | 0,027 | 0,0009 | 0,09 | 0,041 | 0,034 | 0,004 | 0,009 | 0,020 | 0,0006 |
| Допуск | 0,030 | 0,0050 | 0,10 | 0,100 | 0,040 | 0,010 | 0,010 | 0,025 | 0,0050 |
| Сталь типа 10X18Н, % масс. | | | | | | | | | |
| 29.06 | 0,037 | 0,116 | 17,20 | 0,913 | 9,30 | 0,0207 | 0,0043 | 0,18 | 0,360 |
| 30.06 | 0,040 | 0,117 | 17,13 | 0,918 | 9,20 | 0,0211 | 0,0051 | 0,20 | 0,387 |
| 01.07 | 0,042 | 0,122 | 17,19 | 0,942 | 9,37 | 0,0224 | 0,0057 | 0,21 | 0,398 |
| 03.07 | 0,043 | 0,117 | 17,06 | 0,941 | 9,28 | 0,0211 | 0,0050 | 0,21 | 0,381 |
| 04.07 | 0,037 | 0,120 | 17,30 | 0,905 | 9,34 | 0,0213 | 0,0051 | 0,21 | 0,364 |
| Среднее | 0,040 | 0,12 | 17,18 | 0,92 | 9,30 | 0,021 | 0,0050 | 0,20 | 0,38 |
| ОСКО, % | 3,22 | 0,93 | 0,23 | 0,82 | 0,32 | 1,33 | 4,39 | 2,48 | 1,90 |
| Размах | 0,0063 | 0,005 | 0,24 | 0,037 | 0,18 | 0,0017 | 0,0014 | 0,026 | 0,04 |
| Допуск | 0,0100 | 0,020 | (0,30) | 0,050 | 0,20 | 0,0020 | 0,0020 | 0,040 | 0,06 |

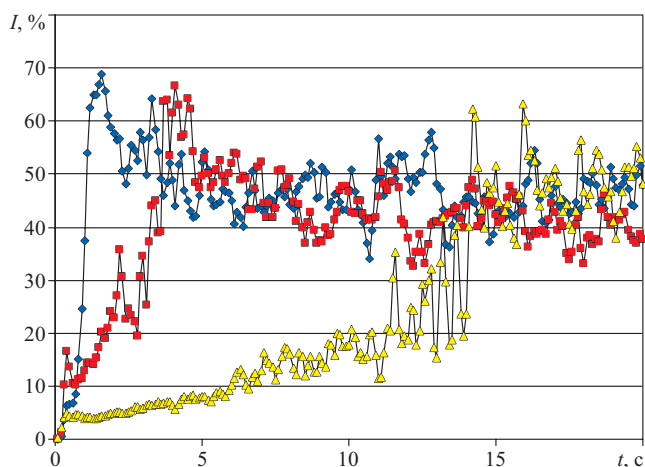


Рис. 6. Зависимости интенсивности спектральной линии алюминия 176,85 нм от времени: 1 и 2, 3 — образцы состава с концентрацией кремния 0,455 % масс. и 12,6 % масс. (параллельные измерения)

содержаний. В качестве линий сравнения использовались линии алюминия с совпадающей степенью ионизации, расположенные на расстоянии до 100 нм. В силу меньшего количества подходящих линий важным критерием при выборе были наилучшие значения дисперсий адекватности и сходимости градуировочных графиков.

Градуировочные графики для титана, кремния, магния и стронция приведены на рис. 7. Для некоторых элементов (висмута, сурьмы, бора, мышьяка) ко-

Таблица 3. Рабочие диапазоны концентраций (% масс.) для определяемых в алюминии и алюминиевых сплавах элементов

| Элемент | Аналитическая линия | ГСО (мин/макс) |
|----------|---------------------|------------------------------|
| Бериллий | Be 234,8610 | $9,40 \cdot 10^{-5}/0,00531$ |
| Кальций | Ca 422,6728 | 0,00026/0,0151 |
| Кадмий | Cd 214,439 | 0,00019/0,0094 |
| Кобальт | Co 345,3511 | 0,000519/0,0263 |
| Хром | Cr 287,798 | 0,000157/0,35 |
| Медь | Cu 224,7002 | 0,0009/0,3 |
| Медь | Cu 282,437 | 0,04/4,91 |
| Железо | Fe 248,3271 | 0,0185/1,76 |
| Галлий | Ga 417,2043 | 0,00128/0,0474 |
| Литий | Li 670,776 | $9,00 \cdot 10^{-5}/0,0103$ |
| Магний | Mg 277,6690 | 0,00089/1,75 |
| Марганец | Mn 294,9205 | 0,00113/0,0491 |
| Натрий | Na 588,9950 | 0,00025/0,006 |
| Никель | Ni 230,2983 | 0,0008/0,77 |
| Свинец | Pb 220,3534 | 0,001/0,18 |
| Кремний | Si 390,5523 | 0,05/12,59 |
| Олово | Sn 317,5035 | 0,00022/0,0494 |
| Стронций | Sr 407,7714 | $9,10 \cdot 10^{-5}/0,0876$ |
| Титан | Ti 316,8541 | 0,00043/0,39 |
| Ванадий | V 318,3983 | 0,0006/0,0414 |
| Цинк | Zn 481,053 | 0,00203/0,95 |
| Цирконий | Zr 318,286 | 0,00167/0,11 |

личество образцов сравнения было недостаточным для построения градуировочных графиков, поэтому исследования по этим элементам планируются на сле-

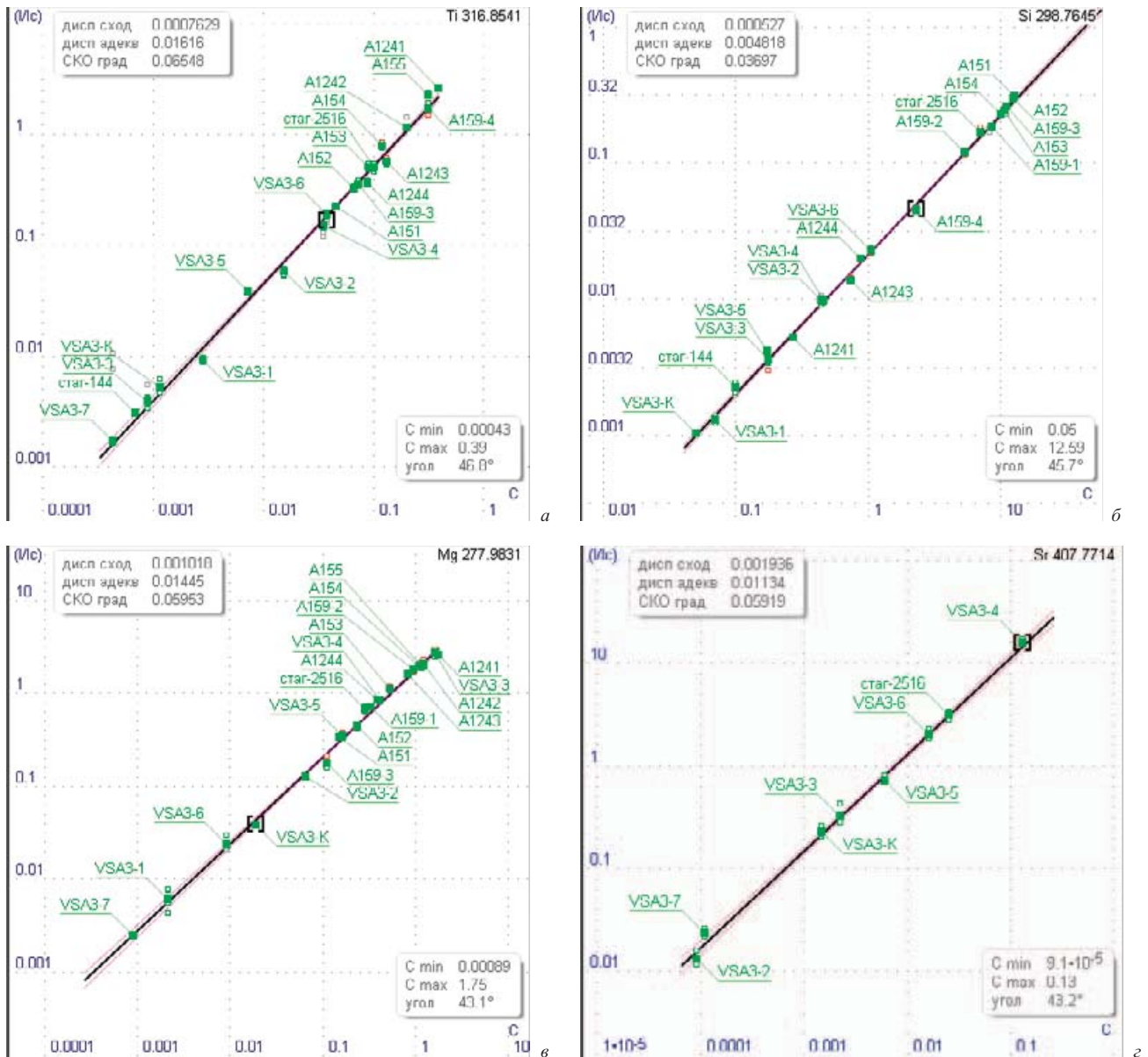


Рис. 7. Градуировочные графики для аналитических линий титана (а), кремния (б), магния (в), стронция (г) в первичном алюминии и алюминиевых сплавах

дующем этапе работ. Стабильность градуировок проверялась путем регистрации спектров образцов сравнения в разное время. Как видно из табл. 4 и 5, для определяемых элементов наблюдается хорошее соответствие результатов требованиям нормативной документации [9].

Анализ безоловянных бронз. Задача определения марки медных сплавов, как и алюминиевых, актуальна при контроле материалов, используемых при изготовлении разнообразных деталей в машиностроении [2]. Выбор условий возбуждения и регистрации спектров для определения состава безоловянных бронз проводился с применением трех комплектов образцов сравнения: 721 – 725 (БрК*), 1261 – 1264 (БрАЖ*) и 181 – 186 (БрБ*).

При выборе режима обжаривания учитывалось, что высокая теплопроводность сплавов на медной основе требует «энергичного режима» для разогрева пятна обжаривания, но превышение мощности приведет к существенному переносу материала пробы на противоэлектрод и его засорению.

Выбранный режим работы генератора предусматривал «щадящее» обжаривание в течение 30 с при токе 100 А частотой 50 Гц. Увеличенное время обжаривания позволило снивелировать различия в примесном составе трех комплектов образцов сравнения и получить хорошие градуировочные зависимости для всех определяемых элементов. Регистрация спектров длилась 10 с. На рис. 8 показан обзорный спектр образца сравнения 182 (бериллиевая бронза). Видно, что аналитические линии определяемых элементов

Таблица 4. Результаты определения концентраций элементов в ГСО VSA3 – 5

| Даты измерений и результаты усреднений | Mn | Mg | Be | V | Zr | Cu |
|--|-------|-------|----------|--------|-------|------|
| Аттестованное значение, % масс. | | | | | | |
| | 0,049 | 0,16 | 0,00018 | 0,0078 | 0,032 | 0,33 |
| Найдено, % масс. | | | | | | |
| 15.08 | 0,052 | 0,18 | 0,00022 | 0,0095 | 0,031 | 0,30 |
| | 0,046 | 0,17 | 0,00018 | 0,0072 | 0,030 | 0,31 |
| | 0,045 | 0,17 | 0,00017 | 0,0075 | 0,036 | 0,30 |
| 02.09 | 0,048 | 0,17 | 0,00022 | 0,0088 | 0,039 | 0,32 |
| | 0,048 | 0,16 | 0,00018 | 0,0083 | 0,035 | 0,30 |
| | 0,054 | 0,18 | 0,00025 | 0,0093 | 0,033 | 0,31 |
| 23.09 | 0,051 | 0,16 | 0,00021 | 0,0077 | 0,029 | 0,31 |
| | 0,050 | 0,16 | 0,00018 | 0,0078 | 0,028 | 0,32 |
| | 0,051 | 0,16 | 0,00018 | 0,0079 | 0,029 | 0,32 |
| Среднее, % масс. | 0,049 | 0,170 | 0,00019 | 0,008 | 0,032 | 0,31 |
| Относительное СКО, % | 6,1 | 5,5 | 14 | 9,9 | 11,6 | 3,1 |
| Допуск по ГОСТ 7727–81 [9], % | 15 | 8 | н/д (15) | 15 | 15 | 8 |

Таблица 5. Результаты исследования стабильности в тестовых пробах*

| Даты измерений и результаты усреднений | Cd | Ti | Sn | Mn | V | Mg | Ga | Be |
|--|----------|-------|----------|----------|----------|------|--------|----------|
| Аттестованное значение, % масс. | | | | | | | | |
| | 0,0013 | 0,1 | 0,0026 | 0,0047 | 0,0027 | 0,28 | 0,0085 | 0,0003 |
| Найдено, % масс. | | | | | | | | |
| 22.08 | 0,0015 | 0,085 | 0,0029 | 0,0049 | 0,0027 | 0,31 | 0,011 | 0,00031 |
| | 0,0014 | 0,089 | 0,0028 | 0,0055 | 0,0027 | 0,32 | 0,011 | 0,00030 |
| | 0,0015 | 0,089 | 0,0029 | 0,0050 | 0,0028 | 0,32 | 0,012 | 0,00027 |
| 02.09 | 0,0014 | 0,089 | 0,0033 | 0,0053 | 0,0029 | 0,32 | 0,012 | 0,00032 |
| | 0,0015 | 0,090 | 0,0034 | 0,0052 | 0,0027 | 0,32 | 0,011 | 0,00030 |
| | 0,0013 | 0,093 | 0,0029 | 0,0050 | 0,0021 | 0,32 | 0,012 | 0,00032 |
| 06.09 | 0,0013 | 0,094 | 0,0029 | 0,0054 | 0,0022 | 0,31 | 0,012 | 0,00032 |
| | 0,0014 | 0,094 | 0,0028 | 0,0047 | 0,0023 | 0,31 | 0,012 | 0,00032 |
| 07.09 | 0,0014 | 0,090 | 0,0026 | 0,0046 | 0,0024 | 0,29 | 0,010 | 0,00031 |
| | 0,0014 | 0,093 | 0,0029 | 0,0050 | 0,0023 | 0,30 | 0,011 | 0,00033 |
| | 0,0014 | 0,088 | 0,0026 | 0,0044 | 0,0021 | 0,29 | 0,011 | 0,00032 |
| | 0,0014 | 0,089 | 0,0024 | 0,0047 | 0,0025 | 0,30 | 0,011 | 0,00031 |
| 16.09 | 0,0013 | 0,091 | 0,0030 | 0,0047 | 0,0022 | 0,30 | 0,011 | 0,00030 |
| | 0,0013 | 0,093 | 0,0033 | 0,0049 | 0,0025 | 0,30 | 0,011 | 0,00030 |
| | 0,0013 | 0,095 | 0,0036 | 0,0048 | 0,0023 | 0,30 | 0,012 | 0,00031 |
| 23.09 | 0,0012 | 0,098 | 0,0027 | 0,0048 | 0,0024 | 0,30 | 0,012 | 0,00030 |
| | 0,0013 | 0,098 | 0,0025 | 0,0049 | 0,0022 | 0,29 | 0,012 | 0,00031 |
| | 0,0012 | 0,101 | 0,0026 | 0,0050 | 0,0022 | 0,30 | 0,012 | 0,00032 |
| | 0,0012 | 0,101 | 0,0027 | 0,0050 | 0,0025 | 0,30 | 0,013 | 0,00032 |
| Среднее, % масс. | 0,0014 | 0,093 | 0,0029 | 0,0049 | 0,0025 | 0,30 | 0,011 | 0,00030 |
| Относительное СКО, % | 8 | 4,7 | 10 | 4,7 | 9,9 | 3,3 | 4,2 | 5,5 |
| Допуск** по ГОСТ 7727–81 [9], % | н/д (15) | 15 | н/д (15) | н/д (15) | н/д (15) | 8 | н/д | н/д (15) |

* В качестве тестовых использовались образцы с хорошей однородностью из комплекта отраслевых стандартных образцов состава алюминия первичного технической чистоты (ОСО 1–2009) и отраслевых стандартных образцов состава литейных алюминиевых сплавов (ОСО 2–2010) производства компании «СТАГНУМ» (г. Красноярск).

** В случае концентраций ниже, чем нормируется в стандарте, показано ближайшее значение норматива.

используются практически по всему рабочему диапазону спектрометра. В качестве линий сравнения использовались линии меди с совпадающей степенью ионизации, расположенные на расстоянии до 50 нм.

Диапазоны концентраций элементов в комплектах ГСО приведены в табл. 6. В качестве примера на рис. 9 представлены градуировочные графики для алюминия, цинка, кремния и олова на весь рабочий

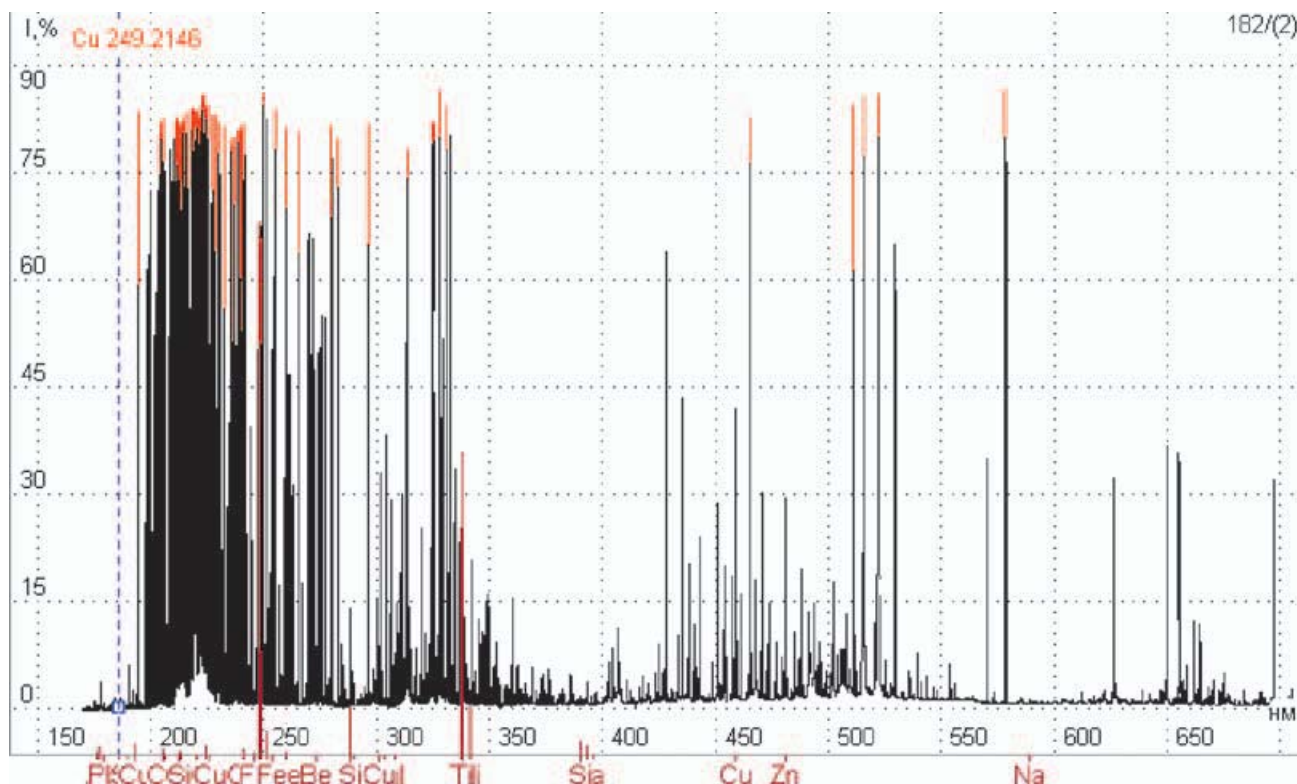


Рис. 8. Обзорный спектр образца сравнения 182 (бериллиевая бронза)

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.

Таким образом, для спектрометра «Гранд-Эксперт» найдены устойчивые градуировочные зависимости для всех определяемых элементов в сплавах на основе железа, алюминия и меди. Подтверждены правильность определяемых концентраций и долговременная стабильность результатов. Редкое проведение переградуировки по контрольным образцам позволило сократить время выполнения анализов и расход образцов сравнения.

Для определения состава высоколегированных сталей проведено расширение до 25 % масс. рабочих диапазонов концентраций никеля и хрома (основных легирующих элементов). Показано, что при условии однородности состава рабочих проб спектрометр

Таблица 6. Рабочие диапазоны концентраций определяемых в бронзах элементов, % масс.

| Элемент | ГСО (мин/макс) | Элемент | ГСО (мин/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 | | |

«Гранд-Эксперт» может одновременно определять примесные и легирующие элементы за несколько минут, из которых основное время уходит на подготовку исследуемых образцов к анализу.

При выбранных условиях анализа на получение одного спектра средний расход аргона составил от 1 до 2 л, в зависимости от материала основы. С учетом увеличенного периода контроля градуировки и съемки двух параллельных измерений на пробу стандартный 40-литровый баллон аргона может обеспечить проведение до 2000 определений состава рабочих проб с производительностью до 20 – 30 проб в час.

ЛИТЕРАТУРА

1. Буравлев Ю. М. Атомно-эмиссионная спектрометрия металлов и сплавов. — Донецк: ДонГУ, 2000. — 437 с.
2. Мосичев В. И., Николаев Г. И., Калинин Б. Д. и др. Металлы и сплавы. Анализ и исследование. Методы атомной спектроскопии. Атомно-эмиссионный, атомно-абсорбционный и рентгенофлуоресцентный анализ. Т. 2. — СПб.: НПО «Профессионал», 2006. — 716 с.
3. Самопляс В. Н., Гаврилюков Н. Н. Опыт эксплуатации модернизированного спектрометра ДФС-51 с МАЭС и генератором «Шаровая молния-250» производства ООО «ВМК-Оптоэлектроника» / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1(2). С. 124 – 127.
4. Сарычева Н. А., Кондрашева М. Е. Модернизация вакуумного эмиссионного спектрометра Polyvac E983 (Hilger Analytical) с помощью многоканального анализатора эмиссионных спектров МАЭС. Спектральный анализ чугуна / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1(2). С. 128 – 134.

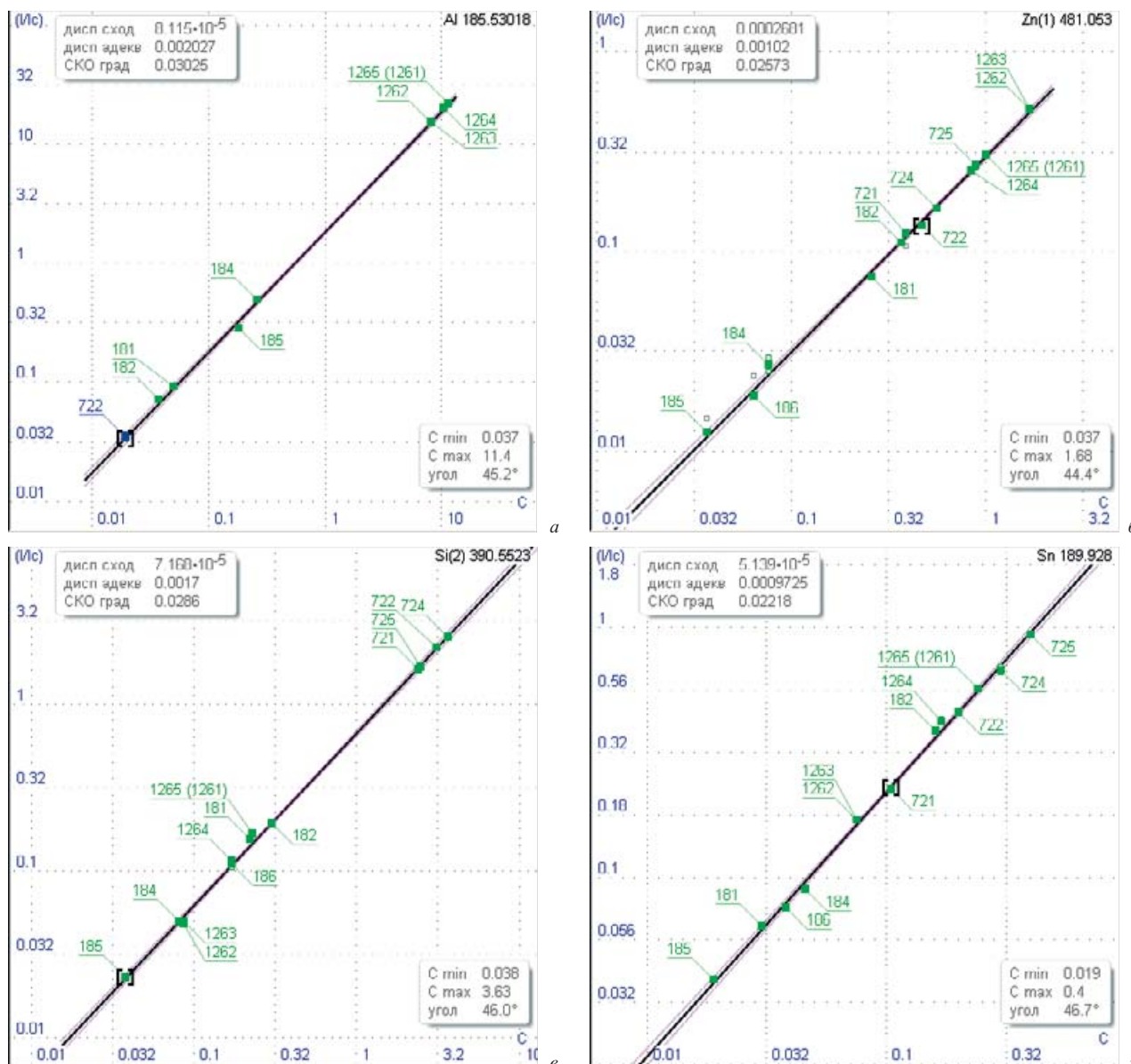


Рис. 9. Градуировочные графики для аналитических линий алюминия (а), цинка (б), кремния (в) и олова (г) в бронзе

5. Сайт ООО «ВМК-Оптоэлектроника» [Электронный ресурс]. — URL: <http://vmk.ru/prod-expert.htm> (дата обращения: 21.10.2011).
6. Лабусов В. А., Путьмаков А. Н., Зарубин И. А., Гаранин В. Г. Новые многоканальные оптические спектрометры на основе анализаторов МАЭС / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1(2). С. 7 – 13.
7. ГОСТ 18895–97. Сталь. Метод фотоэлектрического спектрального анализа. — Минск: ИПК Издательство стандартов, 1998.
8. ГОСТ 3221–85. Алюминий первичный. Методы спектрального анализа. Переиздание с Изменениями. — М.: ИПК Издательство стандартов, 1998.
9. ГОСТ 7727–81. Сплавы алюминиевые. Методы спектрального анализа. Переиздание с Изменениями. — М.: ИПК Издательство стандартов, 1997.
10. ГОСТ 20068.2–79. Бронзы безоловянные. Метод спектрального анализа по металлическим стандартным образцам с фотоэлектрической регистрацией спектров. Переиздание с Изменениями. — М.: Издательство стандартов, 1985.
11. Гаранин В. Г., Неклюдов И. А. и др. Программное обеспечение атомно-эмиссионного спектрального анализа (программа «Атом») / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1(2). С. 69 – 73.
12. Гаранин В. Г., Рашенко В. В. Программируемые генераторы для возбуждения атомных спектров «Шаровая молния» / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. № 1(2). С. 54 – 58.