

В. Д. Копачевский, М. А. Кривошеева
Белорусско-японское совместное предприятие
«СП СОЛАР-ТИИ», Белоруссия

УДК 666.76:543.5

ПРИМЕНЕНИЕ ЛАЗЕРНОГО АНАЛИЗАТОРА LEA S 500 ДЛЯ АНАЛИЗА ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА МАТЕРИАЛОВ

Приведены результаты анализа химического состава различных материалов (как токопроводящих, так и нетокопроводящих), полученные на атомно-эмиссионном спектрометре с лазерным источником возбуждения спектров. Подтверждена возможность использования лазерного анализатора LEA S 500 в металлургии и огнеупорной промышленности.

Лазерный атомно-эмиссионный анализатор LEA S 500 обладает широкими аналитическими возможностями. В приборе объединены новейшие достижения спектроскопии, лазерной техники и аналитического программного обеспечения. Полностью автоматизированное оборудование позволяет анализировать элементный состав металлов и сплавов, стекала, керамики, пластмассы, прессованных и других материалов без предварительного изменения агрегатного состояния проб. Изменение мощности лазерных импульсов, площади и глубины поражения поверхности обеспечивает возможность выполнения анализа состава и толщины покрытий, послойного анализа, а также анализа тонких пленок, состава включений и структурных составляющих. Локальность воздействия лазерного источника возбуждения спектра на поверхность анализируемой пробы дает возможность получения дополнительной информации о распределении содержания элементов по поверхности образца и по глубине (послойно).

Анализатор LEA S 500 применяют при анализе химического состава составляющих стекла, керамики, глины, шлаков, руд, минералов, различных металлов и сплавов.

Общий вид анализатора показан на рис. 1. В качестве источника возбуждения спектров в анализаторе используется наносекундный двухимпульсный лазер Nd:YAG с модуляцией добротности, работающий на длине волны 1064 мкм, энергией импульса 150 мДж и длительностью 12 нс. В результате воздействия таких импульсов со специфической временной кинетикой следования на поверхность вещества создаются такие условия формирования облака плазмы, при которых уменьшается ее плотность в приповерхностной области, степень эрозионности и в результате повышается интенсивность спектральных линий с высокими энергиями возбуждения.

Камера для образцов, в которой происходит возбуждение спектра, обеспечивает удобство в работе и обслуживании. Выбор анализируемой зоны образца осуществляется позиционированием столика при наблюдении поверхности с помощью встроенной видеосистемы, позволяющей увеличивать изображение выбранной зоны анализа в 100 раз и кроме выполнения общего его анализа анализировать состав включений в анализируемом материале. Камера оборудована специальным устройством для откачивания воздуха (до 200 мм рт. ст.), что повышает чувствительность детектирования некоторых легколетучих и трудновозбудимых элементов.

Спектрограф, построенный по вертикально-симметричной схеме, является светосильной безабберационной системой со скомпенсированным астигматизмом и позволяет максимально использовать световой сигнал. Используемые в соответствии с решаемыми задачами дифракционные решетки 1800–3600 штрихов/мм обеспечивают дисперсию от 0,5 до 1 нм/мм.



Рис. 1. Лазерный анализатор

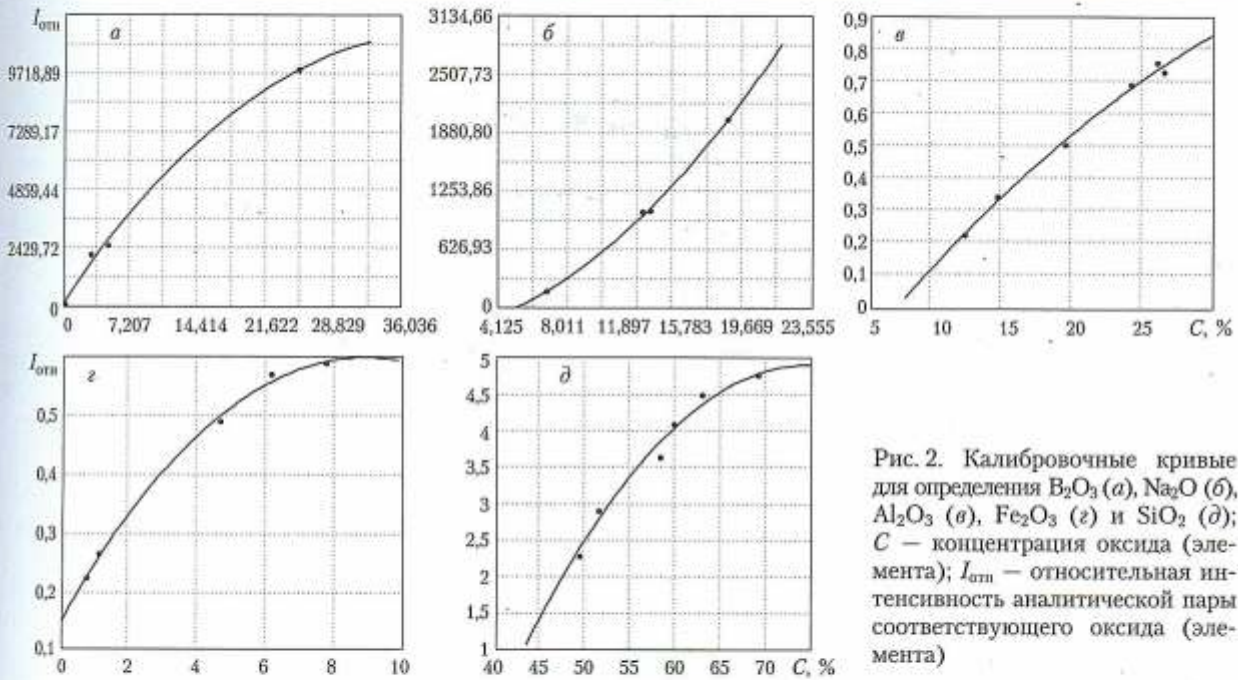


Рис. 2. Калибровочные кривые для определения B_2O_3 (а), Na_2O (б), Al_2O_3 (в), Fe_2O_3 (г) и SiO_2 (д); C — концентрация оксида (элемента); $I_{отн}$ — относительная интенсивность аналитической пары соответствующего оксида (элемента)

Регистрация спектров производится с помощью специально разработанной для изучения кратковременных импульсных процессов и обладающей хорошими техническими характеристиками ПЗС-камеры, имеющей 2048 пикселей с шириной каждого 14 мкм. Контроль параметров работы анализатора осуществляется с помощью специального программного обеспечения.

ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

Программное обеспечение, полностью автоматизируя процесс измерений, позволяет заказчику быстро получать всю необходимую аналитическую информацию и разрабатывать аналитические программы (методики выполнения измерений) для различных материалов в твердом и порошкообразном состоянии. В программном обеспечении содержатся базы данных спектральных линий (~40 тыс.) стандартных образцов, используемых при построении калибровочных кривых, типов материалов. Программа обеспечивает управление анализатором и контроль стабильности системы; возможность наблюдения анализируемой поверхности образца на мониторе; автокалибровку длин волн; калибровку и типовую рекалибровку; автоматическое определение типа материала и элемента основы; автоматический выбор аналитической программы; индикацию отклонений от указанной марки материала; контроль неучтенных примесей; контроль качества и достоверности результатов анализа; графическое представление аналитического сигнала; контроль профиля линий; распечатку результатов анализа, их математическую обработку; метрологическую оценку результа-

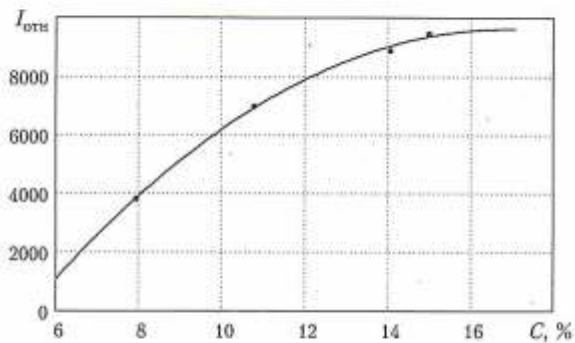


Рис. 3. Калибровочная кривая для определения углерода в периклазе

тов анализа; хранение в памяти более 100 аналитических программ.

Лазерный анализатор LEA S 500 позволяет выполнять качественный, полуколичественный и количественный анализы различных материалов и автоматически определять тип материала или основного элемента анализируемого материала.

АНАЛИЗ НЕТОКОПРОВОДЯЩИХ МАТЕРИАЛОВ

Особый интерес представляет использование анализатора для исследований и прямого анализа различных материалов (стекло, керамика, пластические материалы, руды, глины и т. п.) без предварительной сложной подготовки пробы. Разработаны методики и исследован химический состав руд из Австралии, стекла из Белоруссии, Кореи, Чехии, Голландии, Германии, пластика и шлаков стального литья из Чехии, глины, огнеупоров и керамики из России и Украины, примесей в золоте и серебре из Нидерлан-

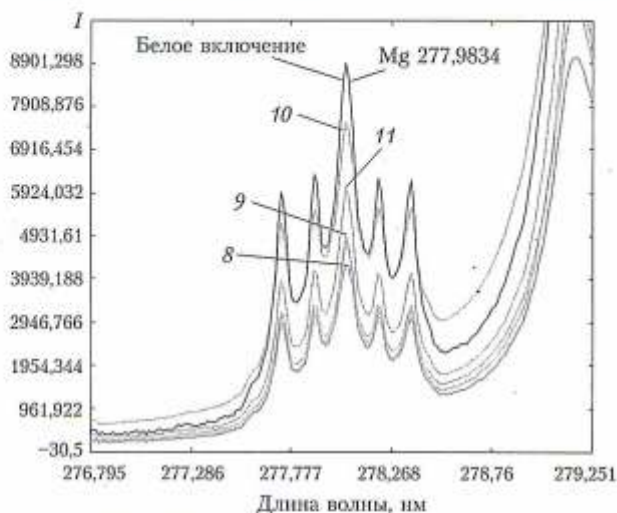


Рис. 4. Включение белого цвета в периклазе, представляющее собой соединение магния: 8–11 – линии магния в стандартных образцах

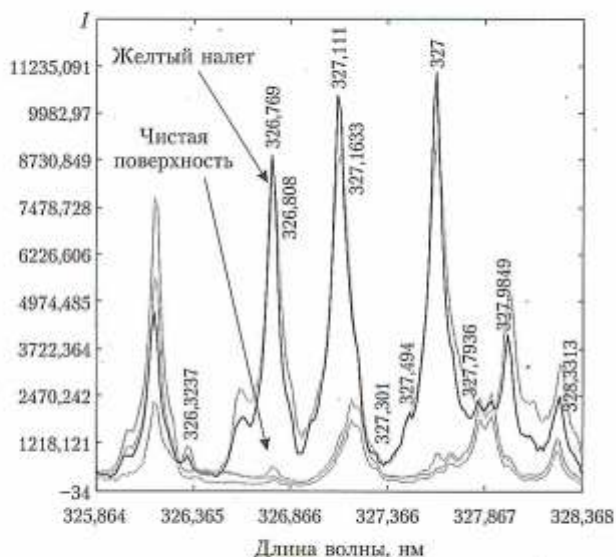


Рис. 5. Спектр налета на керамическом изделии

дов и др. Калибровочные кривые для определения некоторых оксидов в стекле и керамике показаны на рис. 2, для определения углерода в периклазе – на рис. 3. Обнаруженное в периклазе включение белого цвета представляло собой соединение магния (рис. 4). На рис. 5 показан спектр налета на керамическом изделии.

АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Разработаны методики измерений химического состава сплавов на железной основе (сталей различных типов, чугунов), медной основе (латуней, бронз), сплавов на алюминиевой основе (литейных и деформируемых), титановой основе. Метрологические оценки разработанных методик выполнения измерений находятся в пределах требований нормативной документации

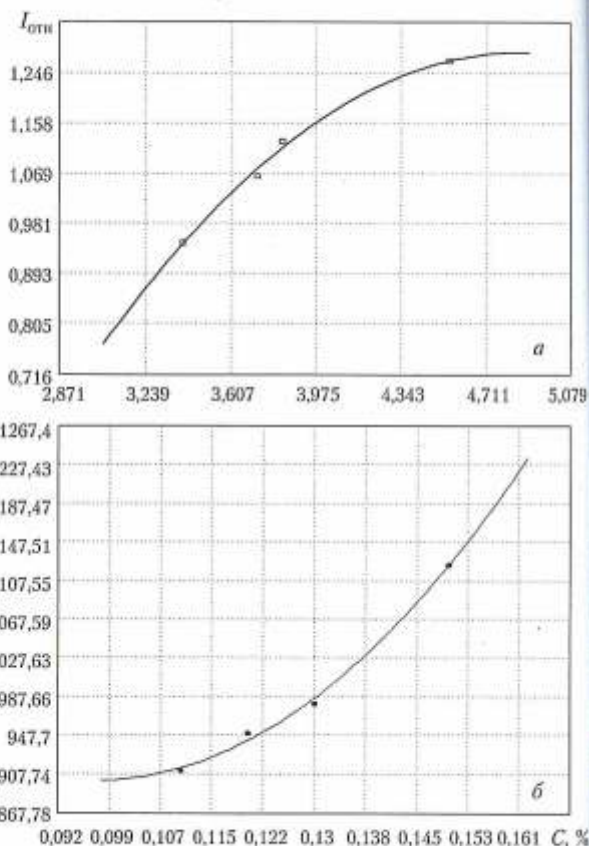


Рис. 6. Калибровочные кривые для определения углерода (а) и фосфора (б) в чугуне

Гарантированные пределы обнаружения (ПО) некоторых элементов

Элемент	ПО, ppm*	Элемент	ПО, ppm	Элемент	ПО, ppm	Элемент	ПО, ppm
Be	0,1	Cu	0,5	Cr	2,0	Si	5,0
B	1,2	Zn	5,0	Mn	0,5	Fe	1,0
C	10,0	As	5,0	Co	4,0	P	10,0
Mg	0,5	Zr	1,0	Ni	0,8	Bi	5,0
Al	1,0	Nb	1,0	Ca	1,0	Au	4,5

* 1 ppm = 10⁻⁴ %.

(ГОСТ) на соответствующие материалы. На рис. 6 показаны калибровочные кривые для определения некоторых элементов в чугуне. В таблице представлены гарантированные пределы обнаружения некоторых элементов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Лазерный атомно-эмиссионный анализатор элементного состава LEA S 500, разработанный совместным белорусско-японским предприятием «СП СОЛАР ТИИ», может решать весьма широкий круг производственных задач. Области его применения: черная и цветная металлургия, машиностроение, стекольная промышленность,

строительные материалы, геология и полупроводники, материаловедение, научные исследования в институтах и учебных лабораториях, а также криминалистика. Следует отметить несколько принципиальных отличий анализатора LEA S 500 от применяемых атомно-эмиссионных спектрометров: источник возбуждения спектров — двухимпульсный наносекундный лазер с модулированной добротностью; система регистрации спектров на базе цифровой ПЗС-камеры (CCD/CID) 14/16 бит; отсутствие вспомогательного электрода; анализ химического состава любых веществ и материалов, как токопроводящих (металлы и сплавы), так и нетокопроводящих (стекло, керамика, пластмассы, порошки и др.), без дополнительной подготовки пробы; широкий диапазон (от ppm до 100 %) определяемых массовых долей боль-

шинства химических элементов; выбор и использование любой аналитической линии; наблюдение на мониторе участка пробы, подвергающейся лазерному облучению; оригинальное программное обеспечение на базе Windows, обеспечивающее полную автоматизацию выполнения анализа.

Анализаторы, в которых в качестве источников возбуждения спектра используются лазеры, являются приборами будущего. Совершенствование техники метода и программного обеспечения приводит к тому, что эти приборы неизбежно выходят на уровень надежных и чувствительных приборов для решения не только научно-исследовательских аналитических задач, но и производственно-технологических. ■

Получено 19.03.07

© В. Д. Копачевский, М. А. Кривошеева, 2007 г.



VIII МОСКОВСКИЙ МЕЖДУНАРОДНЫЙ САЛОН ИННОВАЦИЙ И ИНВЕСТИЦИЙ

3-6 марта 2008. Москва. Всероссийский Выставочный Центр, павильон №69



«НАЦИОНАЛЬНЫЕ ПРИОРИТЕТЫ РАЗВИТИЯ РОССИИ: ОБРАЗОВАНИЕ, НАУКА, ИННОВАЦИИ»



Московский международный Салон проводится по распоряжению Правительства Российской Федерации в целях содействия развитию инновационной деятельности, техническому перевооружению российского производства, развитию рынка объектов интеллектуальной собственности, объединению интересов изобретателей, разработчиков и производителей высокотехнологичной продукции и представителей промышленного и финансового бизнеса Российской Федерации, стран ближнего и дальнего зарубежья, совершенствованию патентной и лицензионной деятельности.

ОРГАНИЗАТОРЫ:

Министерство образования и науки Российской Федерации
Министерство экономического развития и торговли Российской Федерации
Федеральное агентство по науке и инновациям
Правительство Москвы
ОАО «ГАО «Всероссийский выставочный центр»
ФГУ НИИ «Республиканский исследовательский научно-консультационный центр экспертизы»

ПРИГЛАШАЕМ К УЧАСТИЮ:

- российские и зарубежные научные организации и промышленные предприятия, государственные научные центры, институты РАН, высшие учебные заведения, организации и предприятия оборонно-промышленного комплекса, предприятия малого инновационного бизнеса, изобретателей, инициаторов инновационных проектов, представителей предпринимательских круг, заинтересованных в получении коммерческого результата от реализации конкурентоспособной наукоемкой продукции и инновационных технологий;
- фонды, технопарки, инновационно-технологические центры, центры международного научно-технического и инновационного сотрудничества;
- венчурные фонды, финансовые и консалтинговые структуры, деятельность которых предполагает участие в финансировании, реализации и сопровождении инновационных наукоемких проектов.

КОНТАКТНЫЕ ТЕЛЕФОНЫ:

(495) 981-92-52, 205-38-30, факс: +7 (495) 981-82-21
E-mail: nataly@vvcentre.ru, lymar@extech.ru



WWW.FASI.GOV.RU

WWW.INNOVEX.RU

WWW.EXTECH.RU