

# LEA-S500 – УНИВЕРСАЛЬНАЯ МИНИ-ЛАБОРАТОРИЯ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ПРОДУКЦИИ

В.Копачевский  
СП "СОЛАРТИИ"  
sales@solartii.com

**В** условиях жесткой конкуренции и растущих требований потребителей первоочередная задача производителя – выпуск высококачественных изделий. При серийном производстве очень важна стабильность эксплуатационных свойств готовой продукции, неизменность качества внутри партии и от партии к партии. Своевременное внедрение инновационных разработок опытных производств – еще одна составляющая коммерческого успеха предприятия. Оперативное управление производственными процессами невозможно без быстрого и точного контроля химического состава сырья и готовой продукции. По мнению автора статьи, идеальное оборудование для решения поставленных задач – лазерный анализатор элементного состава LEA-S500.

В приборе LEA-S500 объединены новейшие достижения спектроскопии, лазерной техники и аналитического программного обеспечения. Лазерный анализатор LEA-S500 – это атомно-эмиссионный спектрометр, в котором источник возбуждения спектров – специальный двухимпульсный наносекундный Nd:YAG-лазер с модуляцией добротности, работающий на длине волны 1064 мкм со средней мощностью 1Вт. Для регистрации спектров в широком диапазоне используется уникальная 16-битная цифровая камера. Анализатор содержит ряд сервисных устройств, обеспечивающих его комфортную и безопасную работу: систему откачки воздуха из рабочей камеры, систему видеонаблюдения поверхности пробы и систему позиционирования пробы. В приборе реализована возможность количественного определения содержания серы и фосфора по спектральным линиям в области спектра 180–200 нм при продувке оптической системы аргоном.

Программное обеспечение Atilla2 управляет анализатором в автоматическом режиме, регистрирует и обрабатывает спектры, строит калибровочные графики (рис.1), проводит автоматический анализ проб и распечатку результатов анализа. На мониторе дисплея видна исследуемая поверхность образца, можно выбрать любую точку или зону для анализа. При разработке аналитических программ пользователь получает только необходимую ему информацию для подбора режимов возбуждения и регистрации спектров, выбора алгоритмов математической обработки спектральных линий, выполнения калибровки прибора.

LEA-S500 позволяет анализировать элементный состав металлов и сплавов, стекла, керамики, пластмассы, прессованных материалов без предварительного изменения агрегатного состояния проб, а также состав покрытий, тонких пленок, включений, структурных составляющих. Локальность воздействия лазерного источника возбуждения спектра на поверхность анализи-

руемой пробы позволяет получить дополнительную информацию о распределении содержания элементов по поверхности образца и по глубине (послойно).

Анализатор может быть использован в стекольном производстве, черной и цветной металлургии, машиностроении, в производстве строительных материалов, в геологии, материаловедении. Учитывая особенности лазерного источника возбуждения, для которого не имеет значения проводимость анализируемого материала, наиболее перспективным для применения анализатора LEA-S500 является анализ нетокопроводящих материалов: стекла, шихтовых материалов, глин, оgneупоров, керамики, удобрений и т.п.

## СТЕКЛО И СЫРЬЕВЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ЕГО ПРОИЗВОДСТВА

Характеристики стекла в значительной мере определяются исходными компонентами для его производства и его химическим составом. Для получения продукции прогнозируемого качества, своевременной корректировки технологических процессов, выходного контроля, обнаружения примесей и включений требуется быстрый точный многоэлементный анализ стекла и сырьевых материалов [1, 2]. В качестве примера на рис.2 показан спектр образца боросиликатного стекла. Результаты анализа стекла и сырьевых материалов приведены в табл. 1-5.

Очень важен анализ сырьевых материалов при производстве стекла: обогащенных квар-

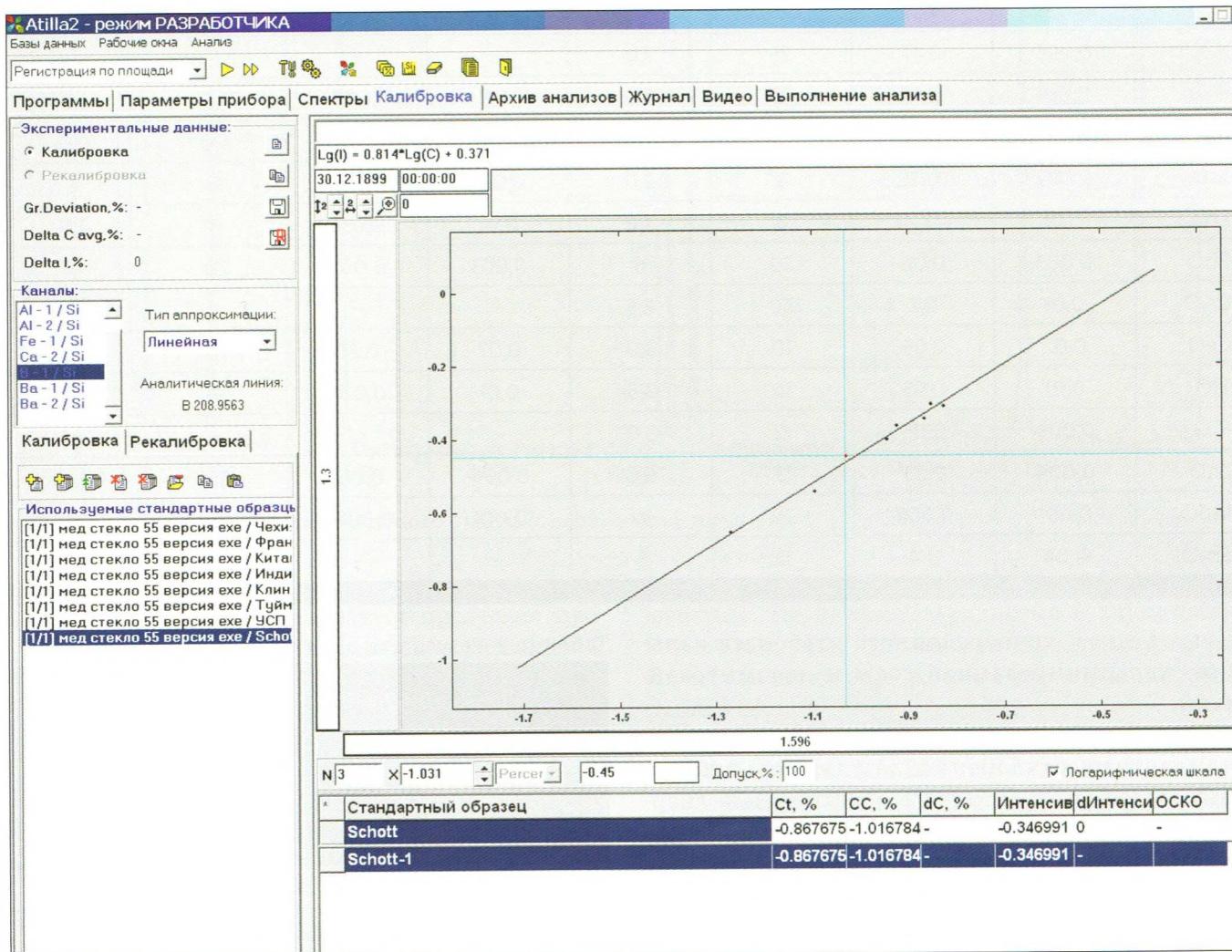


Рис.1. Калибровочный график для определения концентрации бора в медицинском стекле.  
По оси абсцисс - относительное значение концентрации бора к концентрации кремния,  $C_B/C_{Si}$   
По оси ординат – относительное значение интенсивностей пары линий бора и кремния в логарифмическом масштабе  $\ln (I_B/I_{Si})$

Таблица 1 Результаты анализа стекол

Оксид	Натрий-кальций силикатное стекло				Боросиликатное стекло			
	Диапазон измерений, %		Относительное стандартное отклонение, %		Диапазон измерений, %		Относительное стандартное отклонение, %	
	Мин. масс. доля	Макс. масс. доля	Мин. масс. доля	Макс. масс. доля	Мин. масс. доля	Макс. масс. доля	Мин. масс. доля	Макс. масс. доля
SiO <sub>2</sub>	69,2	75,3	0,25	0,25	69,82	81,62	0,25	0,20
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,19	3,53	3	0,9	1,9	6,6	0,9	1,1
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,029	0,46	9,0	3,0	0,02	0,12	15	6,0
CaO	5,51	11,83	0,8	0,8	0,4	4,75	2	0,8
MgO	0,007	4,91	16	1,2	0,01	3,17	12	1,2
Na <sub>2</sub> O	10,65	15,85	0,7	0,7	3,34	9,7	1,1	0,7
K <sub>2</sub> O	0,035	4,97	6	3,0	1	2,42	3,5	3,0
SO <sub>3</sub>	0,005	0,47	25	7,0	—	—	—	—
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,001	0,46	13	5,0	4,2	12,04	1,3	1,0
BaO	0,011	2,4	5,0	1,0	0,01	3,5	5,0	0,9
SrO	0,003	0,293	9	2,0	0,001	0,043	13	4
ZrO <sub>2</sub>	0,01	0,2	8	3,0	0,01	0,033	8	4,5
PbO	0,003	0,06	20	6	0,003	0,005	20	15
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,01	0,2	7,0	2,5	—	—	—	—
CeO	0,02	0,09	10	3,0	0,02	0,20	10	2,5
TiO <sub>2</sub>	0,01	0,05	10	3,5	0,01	0,026	10	4
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,009	0,115	12	3,0	—	—	—	—
ZnO	0,004	0,33	15	6,0	0,004	0,012	15	6,0
MnO <sub>2</sub>	0,001	0,008	20	10	0,001	0,0085	20	10
Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,04	0,4	15	5	—	—	—	—

цевых песков, конверсионного карбоната кальция, кальцинированной соды и доломитовой муки.

Диапазоны измерений и относительные стандартные отклонения результатов измерений содержания оксидов в обогащенных кварцевых песках, карбонате кальция, кальцинированной соде, доломитовой муке приведены в табл. 2-5

Особый интерес для стекольной промышленности представляет определение состава пороков (дефектов), обнаруживаемых в готовых изделиях. Обычными классическими методами такое определение крайне затруднено, а в некоторых случаях просто невозможно. При использовании для

Таблица 2. Результаты анализа кварцевых песков

Оксид	Диапазон измерений, %		Относительное стандартное отклонение, %	
	Мин. масс. доля	Макс. масс. доля	Мин. масс. доля	Макс. масс. доля
SiO <sub>2</sub>	98,72	99,74	0,045	0,040
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,019	0,115	25	14
TiO <sub>2</sub>	0,027	0,182	9,0	7,2
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,092	0,445	10,5	6,5
ZrO <sub>2</sub>	0,003	0,0081	35	17

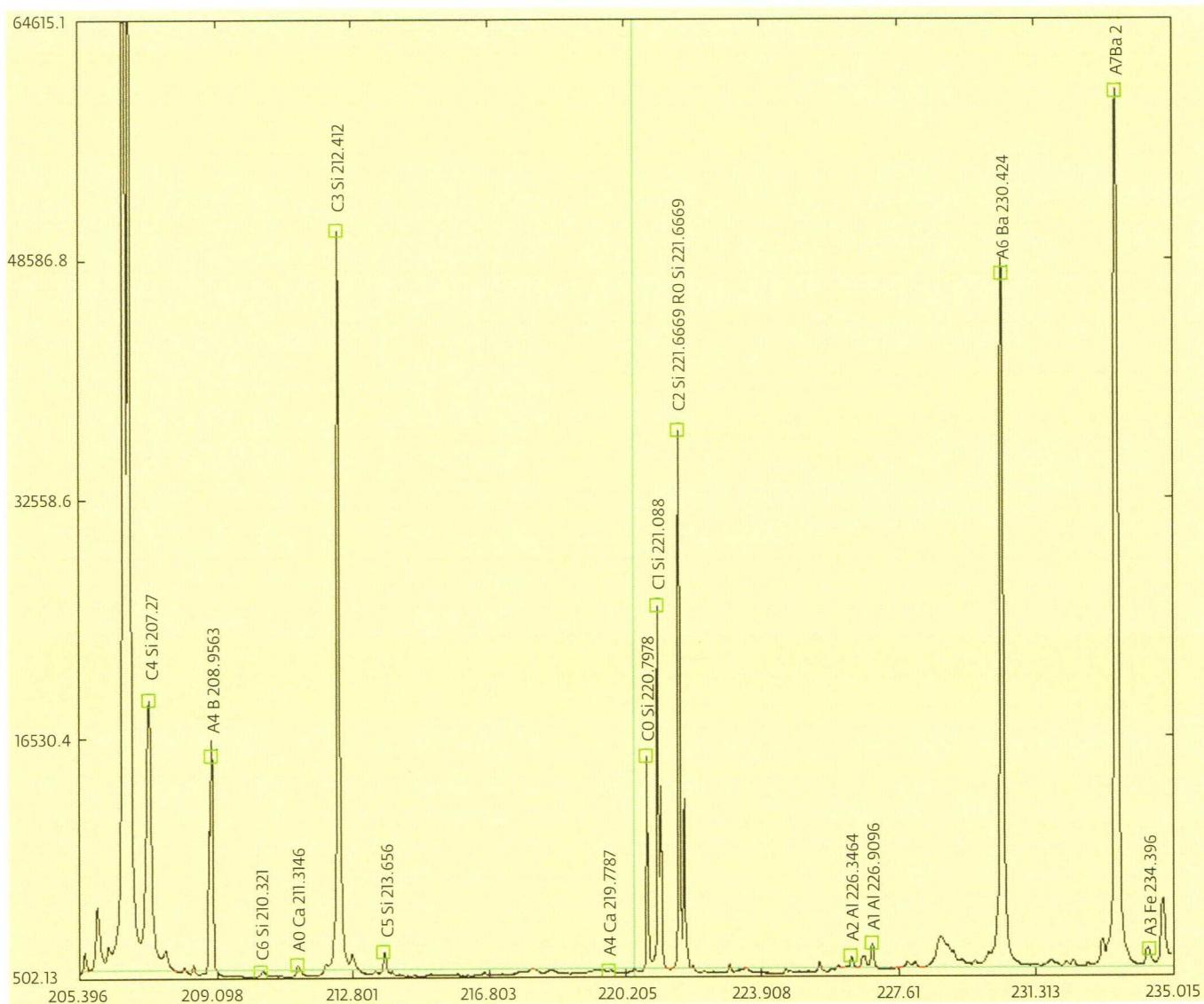


Рис.2. Спектр образца боросиликатного стекла (с экрана монитора)

этих целей лазерного анализатора элементного состава LEA-S500 все оказывается предельно простым. Порок вскрывается, образец помещается в камеру образцов прибора, с помощью видеонаблюдения выбирается зона анализа. И далее, снимается спектр порока и спектр чистого стекла (в 3-5 мм от порока). Наличие и интенсивность спектральных линий в спектрах порока и чистого исходного материала позволяет установить природу и материал включения порока.

## ОГНЕУПОРЫ, КЕРАМИКА

Основные исходные материалы для производства керамики и других типов огнеупоров – глины, пески, глиноземы, шлаки, мертвели, магнезиты, шпинели, бокситы, каолины и другие добавки, улучшающие качество выпускаемых изделий.

Готовые изделия – это шамоты, кирпич, низкоцементные, периклазоуглеродистые и алюмосиликатные изделия, художественная керамика и т.д. Их состав легко определить с помощью LEA-S500 (табл.6) [3].

## МЕТАЛЛЫ И СПЛАВЫ

Огромные возможности при исследовании металлов открываются благодаря способности прибора контролировать распределение элементов по поверхности и глубине образца с шагом от 50 мкм. LEA-S500 дает возможность определить массовые доли различных элементов (C, P, S, B, Al, Mn, Si, Ni, Cu, Mo, V, W, Cr, Co, Nb, Sr, Ti, Zr и т.д.) в токопроводящих материалах, таких как стали – углеродистые, среднелегированные, высоколегированные, в том числе нержавеющие и быстрорежущие,

Таблица 3. Результаты анализа конверсионного карбоната кальция

Соединение	Диапазон измерений, %		Относительное стандартное отклонение, %	
	Мин. масс. доля	Макс. масс. доля	Мин. масс. доля	Макс. масс. доля
CaCO <sub>3</sub>	85	99,5	1,5	0,1
Соединения N*	0,5	10	15	3,5
SrCO <sub>3</sub>	0,2	5	5,0	2,0
Соединения P**	0,3	3,0	17	3,5
SiO <sub>2</sub>	0,1	2,0	15	2,5
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,01	0,5	25	4,0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,02	0,5	20	3,5
BaCO <sub>3</sub>	0,01	1,0	15	2,0
MgCO <sub>3</sub>	0,01	0,5	23	2,5
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0,001	0,5	20	7,0
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0,001	0,5	24	7,0
TiO <sub>2</sub>	0,01	0,1	12	3,5

\* В пересчете на Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O\*\* В пересчете Ca(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O

чугуны – серые, легированные, специальные, медь и медно-цинковые сплавы (латуни), бронзы оловянные и безоловянные, алюминий и сплавы алюминиевые, деформируемые и литейные, титан и титановые сплавы, цинк и цинковые сплавы, чистые материалы – олово, свинец, никель, серебро, золото в пределах от 0,1 ppm до 50% со средней квадратичной погрешностью от 1 до 3%.

Таблица 4. Результаты анализа технической кальцинированной соды

Соединение	Диапазон измерений, %		Относительное стандартное отклонение, %	
	Мин. масс. доля	Макс. масс. доля	Мин. масс. доля	Макс. масс. доля
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	98,5	99,9	0,2	0,02
NaCl	0,1	1,0	23	6,0
CaCO <sub>3</sub>	0,01	0,2	15	5,0
SiO <sub>2</sub>	0,001	0,1	35	15
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,001	0,1	33	4,5
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,001	0,1	30	4,0
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0,001	0,1	22	8,5
Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0,00002	0,01	38	9,5

дратичной погрешностью от 1 до 3%. В ферросплавах возможно определение массовых долей, входящих в состав каждого ферросплава, в пределах от 1 до 90% со средней квадратичной погрешностью от 2 до 5% в зависимости от валового состава [4, 5]. Методика выполнения измерений (МВИ) и гарантированная погрешность соответствуют нормативным документам (табл.7).

Длительность анализа составляет от 40 с до 3 мин в зависимости от количества определяемых элементов. Для всех твердых металлов и сплавов пробоподготовка не требуется.

## КАЛИЙНЫЕ УДОБРЕНИЯ

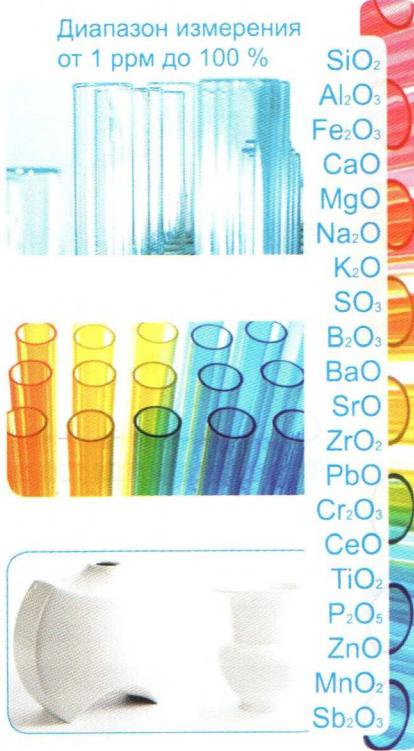
Ценность и стоимость калийных удобрений определяется содержанием в них калия [6]. Контроль за содержанием калия в готовой продукции дает большой экономический эффект, исчисляемый миллионами долларов в год, и позволяет управлять технологическими процессами производства калийных удобрений.

Организация отбора и подготовки проб происходит в непре-

Таблица 5. Результаты анализа доломитовой муки

Соединение	Диапазон измерений, %		Относительное стандартное отклонение, %	
	Мин. масс. доля	Макс. масс. доля	Мин. масс. доля	Макс. масс. доля
CaCO <sub>3</sub>	50	58	0,35	0,3
MgCO <sub>3</sub>	39	46	0,5	0,43
SiO <sub>2</sub>	0,4	6	1,3	1
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,1	1,2	3,3	1
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,1	1,6	1,7	1,1
TiO <sub>2</sub>	0,01	0,15	2,5	1,8
K <sub>2</sub> O	0,01	0,5	3,7	2,5
Na <sub>2</sub> O	0,01	0,3	3,4	2,3
SO <sub>3</sub>	0,05	0,6	13	4,5
MnO	0,01	0,1	1,6	1,1

**LEA - S500**  
Лазерный анализатор  
элементного состава



**SOLAR TII**

- Определение полного химического состава стекла, оgneупоров, керамики, шлаков и сырьевых материалов за несколько минут
- Минимальная пробоподготовка
- Высокая чувствительность и прецизионность измерений в широком диапазоне концентраций
- Анализ включений, пороков, дефектов
- Построение карт распределения элементов по поверхности и глубине
- Бескомпромиссная безопасность работы, полная защита персонала от воздействия вредных факторов

СП "СОЛАР ТИИ"  
тел.: +375 17 290-07-17  
факс: +375 17 290-07-16  
sales@solarpii.com  
www.solarpii.com

Минск 220005 Беларусь  
пр. Независимости, 58  
Почтовый адрес:  
Минск 220005 РБ а/я 235

Таблица 6. Результаты анализа огнеупоров на содержание оксидов

	Алюмосиликаты		Низкоцементные изделия		Периклазовые порошки		Периклазоуглеродистые изделия		Кварцевые пески	
	Диапазон измерений, %	$\sigma, \%$	Диапазон измерений, %	$\sigma, \%$	Диапазон измерений, %	$\sigma, \%$	Диапазон измерений, %	$\sigma, \%$	Диапазон измерений, %	$\sigma, \%$
$\text{Al}_2\text{O}_3$	23-39	1,2	32-39	1,1	0,05-0,40	9,0	0,4-4,9	5,0	0,02-1,5	4,0
	40-50	1,0	40-50	1,0	—	—	2,0-8,5	4,5	—	—
	51-80	0,6	51-64	0,7	—	—	—	—	—	—
	81-90	0,4	65-80	0,5	—	—	—	—	—	—
	91-99	0,3	81-90	0,4	—	—	—	—	—	—
	—	—	91-99	0,2	—	—	—	—	—	—
$\text{SiO}_2$	0,18-4,9	5,0	0,18-4,9	5,0	0,2-2,5	4,5	0,2-0,99	4,5	98,0-99,5	0,1
	5,0-20	2,0	5,0-20	2,2	—	—	1,0-8,5	2,0	—	—
	21-55	1,3	21-60	1,1	—	—	—	—	—	—
	56-71	0,5	—	—	—	—	—	—	—	—
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0,03-0,49	7,0	0,1-0,49	6,5	0,3-3,0	5,0	0,3-3,0	5,0	0,01-0,50	5,0
	0,5-5	4,2	0,5-3	4,0	—	—	—	—	—	—
$\text{TiO}_2$	0,05-0,29	3,5	0,05-0,29	3,5	—	—	—	—	0,0004-0,2	6,5
	0,3-1,49	1,5	0,3-2,0	1,4	—	—	—	—	—	—
	1,5-5,0	1,3	—	—	—	—	—	—	—	—
$\text{CaO}$	0,15-0,99	3,0	0,15-0,99	3,2	0,2-1,2	4,5	0,3-1,2	4,0	0,03-1,0	4,5
	1,0-2,0	2,3	1,0-3,5	2,0	0,9-3,0	3,0	0,9-3,0	3,2	—	—
	—	—	3,6-13	1,7	—	—	—	—	—	—
$\text{MgO}$	0,2-1,5	1,7	0,2-1,5	1,8	93,0-94,99	0,2	80,0-89,9	0,4	0,03-1,0	4,2
	—	—	1,5-5,0	2,5	95,0-98	0,15	90,0-95	0,2	—	—
$\text{P}_2\text{O}_5$	0,2-1,9	5,0	0,2-2,5	4,7	—	—	—	—	—	—
	2,0-8,0	2,0	—	—	—	—	—	—	—	—
$\text{Na}_2\text{O}$	0,1-0,49	12	0,1-0,49	12	—	—	—	—	—	—
	0,5-1,0	4,0	0,5-1,0	4,0	—	—	—	—	—	—
$\text{K}_2\text{O}$	0,015-0,099	7,0	0,015-0,099	7,0	—	—	—	—	—	—
	0,1-0,7	4,0	0,1-0,7	4,0	—	—	—	—	—	—
$\text{C}$	—	—	—	—	—	—	6,0-17,0	1,0	—	—

рывном режиме с задержкой результатов анализа относительно момента отбора пробы на 5-15 минут.

Полученные результаты демонстрируют широкие аналитические возможности LEA-S 500 в атомно-эмиссионном методе спектрального ана-

лиза. Преимущество LEA-S500 состоит в том, что анализ химического состава черных, цветных, особочистых металлов и материалов, ферросплавов, стекла, шихтовых материалов, керамики и широкого круга других материалов проходит на одном

Таблица 7. Нормативная документация на металлы и сплавы

Материал	НД (ГОСТ, ОСТ, ТУ)	НД на МВИ (метод спектрального анализа)
Стали углеродистые низколегированные	ГОСТ 380, 1050, 1435, 19282, 5881 и др.	ГОСТ 18895
Стали качественные легированные	ГОСТ 4543, 1414, 14959, 801, 20072, 10702 и др. ТУ 14-1-1390 и др.	ГОСТ 18895
Стали нержавеющие, быстрорежущие	ГОСТ 5950, 5632, 19265 и др.	ГОСТ 18895
Чугун серый, легированный	ГОСТ 1412, 7769	ГОСТ 27611
Ферросплавы	ГОСТ 4757, 1415, 4756	ГОСТ 17260, 13230
Латуни	ГОСТ 15527, 17711	ГОСТ 9716
Бронзы оловянные, безоловянные	ГОСТ 613, 614	ГОСТ
	ГОСТ 18175 и др.	20068
Сплавы алюминиевые литейные	ГОСТ 1583	ГОСТ 7727
Сплавы алюминиевые деформируемые	ГОСТ 4784	
Титан и сплавы титановые	ГОСТ 19807	ГОСТ 23902
Цинк и сплавы цинковые	ГОСТ 3640, 19424, 25140	ГОСТ 23328, 30082
Чистые материалы: медь, алюминий, олово, свинец, никель, серебро, золото и т.п.	ГОСТ 859, 6835, 6836, 849, 804, 3778, 860	ГОСТ 9717, 10235, 23189, 3221

приборе. Применение LEA-S500 значительно снижает время анализа и его трудоемкость, предоставляет возможность изучения зависимости свойств различных материалов от однородности химического состава, благодаря проведению локального анализа (исследуемая зона диаметром 100 – 1000 мкм) поверхностного слоя образца. Сочетание высокой точности и скорости, низкой трудоемкости и выгодной стоимости анализа при использовании анализатора LEA-S500 недостижимо ни одним из ныне существующих методов.

Приведенные факты дают основания для создания на базе LEA-S500 универсальной промышленной мини-лаборатории контроля химического состава материалов (исходя из потребности производства), гарантирующей качество готовой продукции и ее соответствие стандартам.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Копачевский В., Шпектор В., Клемято Д., Бойков В., Кривошеева М., Боброва Л. Количественный анализ состава тарных стекол анализатором LEA S 500. – Фотоника, 2008, №1, с. 38–40.
2. Копачевский В.Д., Клемято Д.В., Бойков В.Н., Кривошеева М.А., Боброва Л.А. Быстрый высокоточный анализ химического состава

силикатных стекол и компонентов для их производства на анализаторе элементного состава LEA S500. – Glass Russia, февраль 2012, с.27.

3. Копачевский В.Д., Клемято Д.В., Бойков В.Н., Кривошеева М.А., Боброва Л.А. Практика применения анализатора элементного состава LEA-S500 в производстве огнеупоров. – Новые огнеупоры, 2008, №10, с.65–66.
4. Копачевский В.Д., Кривошеева М.А. Практика применения лазерного анализатора элементного состава LEA-S500 для анализа стекла, керамики, шлаков и других материалов. – Сборник материалов 14 научно-практического семинара "Аналитика - 2006", С.Петербург, 2006.
5. Копачевский В.Д., Кривошеева М.А. Применение лазерного анализатора LEA-S500 для анализа химического состава материалов. – Новые огнеупоры, 2007, №9, с.32–35.
6. V.D.Kapacheuski, D.V.Klemiata, U.N.Baikou, M.A.Krivosheeva, L.A.Bobrova. Chemical Analysis of Potassium Chloride by Double Pulse Laser Indused Breakdown Spectroscopy using LEA S500 Elemental Analyzer. – 6th Euro Mediterranean Symposium on Laser Induced Breakdown Spectroscopy (EMSLIBS), Izmir, Turkey, 11-15 September 2011, Poster – 108.