

Лазерный анализатор LEA-S500 — уникальный прибор для лабораторий металлургической промышленности

Основной задачей металлургического производства является выпуск продукции высокого качества. Главное звено этой задачи — высокоточный контроль химического состава материалов на всех стадиях технологического процесса. Использование лазерного анализатора элементного состава LEA-S500 в практике работы заводских лабораторий в металлургии помогает максимально точно и быстро решить эту задачу, позволяет оперативно управлять технологическими процессами и быстро реагировать на изменение качества выпускаемой продукции.

Для анализатора LEA-S500 разработаны методики выполнения измерений химического состава ферросплавов — 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; шлаков металлургического производства (2) для сплавов: на железной основе — стали углеродистые, среднелегированные, высоколегированные, в том числе нержавеющие и быстрорежущие, чугуны различных типов; на медной основе — чистая медь, медно-цинковые (латуни), бронзы оловянные и безоловянные; на алюминиевой основе — алюминий первичный, сплавы деформируемые и литейные; на титановой основе — чистый титан, губчатый титан, деформируемые сплавы (2); на никелевой основе, в том числе мельхиор и т.п.; на цинковой основе —

литейных и деформируемых; на магниевой основе — литейных и деформируемых; чистых металлов — олово, свинец, никель, серебро, золото, и других. (3).

Выполнение анализов любых материалов на LEA-S500 не требует изменения их агрегатного состояния.

Длительность анализа всех типов шихтовых материалов, металлов и сплавов составляет от 40 сек до 3 минут в зависимости от количества определяемых элементов. Для монолитных металлов и сплавов пробоподготовка не требуется или минимальна. Для ферросплавов (сыпучих) и шлаков — пробоподготовка заключается в измельчении в специальных лабораторных мельницах и прессовании таблеток.

Использование в качестве источника возбуждения спектров специального двухимпульсного наносекундного лазера позволяет однин — двумя импульсами получить

спектр образца неизвестного состава и качественно или полуколичественно по этому спектру установить соответствие применяемого материала (ферросплава, флюса, добавки и т.п.) требуемому по технологическому процессу.

Таким образом, на LEA-S500 можно контролировать весь технологический процесс плавки, от загрузки шихтовых материалов и других компонентов до получения расплава, и далее, до изготовления готовой продукции.

Локальность поражения поверхности лазерным импульсом обеспечивает возможность выполнения анализа состава и толщины покрытий, послойный анализ, анализ химического состава включений, структурных составляющих. Последнее обеспечивается встроенной системой видеонаблюдения поверхности пробы с 100-кратным увеличением, т.е. дополнительной возможностью выполнения параллельно металлографических исследований.

Многократное воздействие лазерного импульса с шагом поражения 30 мкм по площади анализируемой пробы позволяет получить полную информацию о распределении элементов (карта распределения компонентов по концентрации) по поверхности образца.

Анализатор LEA-S500 позволяет проводить анализ химического состава чистых и сверхчистых материалов. «Лёгкие» элементы — Li, Be, B и щелочьные Na, Mg, K определяются с высокой точностью — относительная погрешность определения около 1%.

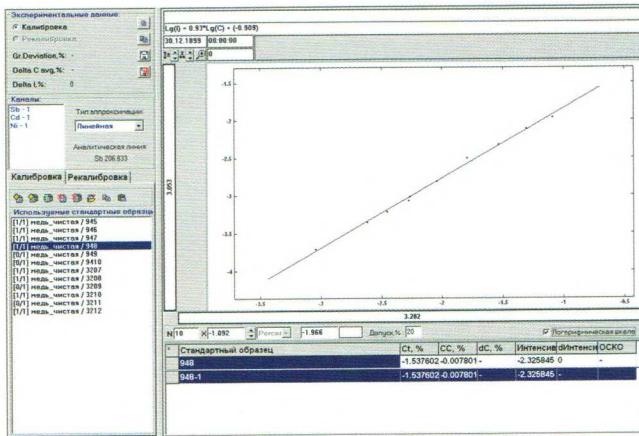


РИС. 1. Калибровочная кривая для измерения м.д. сурьмы в чистой меди, Sb 206.833 нм.

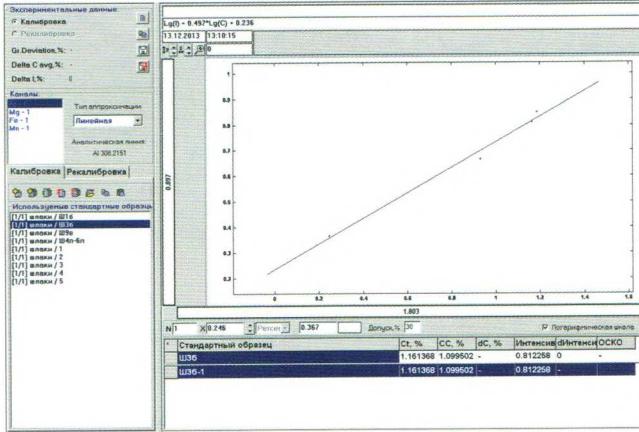


РИС. 2. Калибровочная кривая для измерения м.д. алюминия в доменных шлаках, Al 308.2151 nm.

ТАБЛИЦА 1 Чистая медь

ОПРЕДЕЛЯЕМЫЙ ЭЛЕМЕНТ	СИМВОЛ	ДИАПАЗОН МАССОВЫХ ДОЛЕЙ, %	ОСКО	
			ГОСТ 31382, (4) п.17	LEA-S500
Никель	Ni	0.0001–0.3	10.0–7.0	10.0–4.8
Цинк	Zn	0.0001–0.06	25.0–10.0	10.0–6.8
Серебро	Ag	0.0006–0.05	7.0	10.0–3.9
Железо	Fe	0.0001–0.08	12.0–9.0	10.0–5.2
Свинец	Pb	0.00015–0.06	14.0–10.0	10.0–5.8
Олово	Sn	0.0001–0.09	10.0–5.0	10.0–4.1
Сурьма	Sb	0.00015–0.09	12.0–7.0	10.0–7.0
Кадмий	Cd	0.0002–0.005	13.0	10.0–6.0
Мышьяк	As	0.01–0.03	20.0	16.0–12.0
Фосфор	P	0.003–0.01	33.3–10.0	14.0–12.0

ТАБЛИЦА 2 Шлаки доменного производства

ОПРЕДЕЛЯЕМЫЙ ОКСИД	ДИАПАЗОН МАССОВЫХ ДОЛЕЙ, %	ГОСТ 5382(5)	ОСКО	
			ГОСТ 5382(5)	LEA-S500
Al ₂ O ₃	6.0–15.0	5.0–2.8	4.0–1.5	
SiO ₂	28.0–44.0	3.0–2.0	4.0–2.0	
Fe ₂ O ₃	0.3–2.0	100.0–10.0	20.0–8.0	
TiO ₂	1.0–10.0	14.0–4.0	5.0–2.0	
MgO	5.0–15.0	8.0–5.0	4.0	
V ₂ O ₅	До 0.5	Не нормируется	5.0	
P ₂ O ₅	До 2.5	12.5–8.0	7.5–5.0	
MnO	0.5–4.0	20.0–10.0	5.2–3.0	
CaO	28.0–38.0	2.0	2.0	

В таблице 1 приведены погрешности определения элементов (ОСКО) для чистой меди, полученные при использовании LEA-S500, в сравнении с нормативной документацией.

Для калибровки и установления ОСКО использовались следующие комплекты ГСО: М32 (№№3200-85 - 3205-85) и М94 (№№3514-86 - 3519-86).

На рисунке 1 приведена Калибровочная кривая для определения сурьмы в чистой меди.

Кривая построена в координатах: $\lg I \text{Sb}/\text{ICu} — \lg \text{C\% Sb}$.

Диапазон измерения м.д. сурьмы от 0,0009% до 0,081%.

В таблице 2 приведены погрешности определения элементов (ОСКО) для шлаков доменных, полученные при использовании LEA-S500, в сравнении с нормативной документацией.

Для калибровки прибора использовались следующие ГСО:



- Высокоточное определение полного химического состава металлов и сплавов за несколько минут
- Качественный, полуколичественный и количественный анализ
- Минимальная пробоподготовка
- Высокая чувствительность измерений
- Анализ включений, пороков, дефектов
- Безопасность работы



SOL
instruments

Определяемые элементы
от H до U



Диапазон измерения
от 0.01 ppm до 100 %



Ш16, № 1783-89п, Ш26, № 1894-90п; Ш36 № 1784 — 89п; Ш9в № 1524-90п;

Ш11 № 2448-82 и СОПы

На рисунке 2 представлена калибровочная кривая для определения м.д. алюминия в шлаках. Кривая построена в координатах: $\lg I \text{ Al}/\text{I Si}$ — $\lg C \% \text{ Al}$. Диапазон измерения алюминия от 1,76 % до 15,3 %.

В таблице 3 приведены погрешности определения элементов (ОСКО) для низко- и среднелегированной стали, полученные при использовании LEA-S500, в сравнении с нормативной документацией.

Для калибровки прибора и установления ОСКО использовались следующие комплекты ГСО: УГ0е - УГ9е (№№ 2489-91п-2497-91п, 4165-91п),

На рисунке 3 представлена калибровочная кривая для определения м.д. углерода в сталях

Кривая построена в координатах: $\lg I \text{ C}/\text{I Fe}$ — $\lg C \% \text{ C}$. Диапазон измерения м.д. углерода от 0,059% до 1,4%.

Выводы:

Преимуществом Лазерного анализатора элементного состава LEA-S500 является:

- Возможность анализа химического состава черных, цветных, особо чистых металлов, ферросплавов, шихтовых материалов, керамики и других материалов.
- Минимальная пробоподготовка
- Широкий диапазон определяемых массовых долей (от 0,1 ppm до 100%) элементов таблицы Менделеева от Н до U.
- Отсутствие необходимости в использовании дорогостоящих расходных материалов и реактивов (в отличие от «мокрой химии», ИСП-ОЭС, РФА)
- Высокая точность анализа (относительная погрешность определения лучше установленной нормативной документацией)
- Низкая трудоемкость и невысокая стоимость анализа

Лазерный анализатор элементного состава LEA-S500 внесен в реестр средств измерения Российской Федерации.

Копачевский В.Д.
Кривошеева М.А., Боброва Л.А.,
ООО «СОЛ ИНСТРУМЕНТС»
МИНСК, БЕЛАРУСЬ

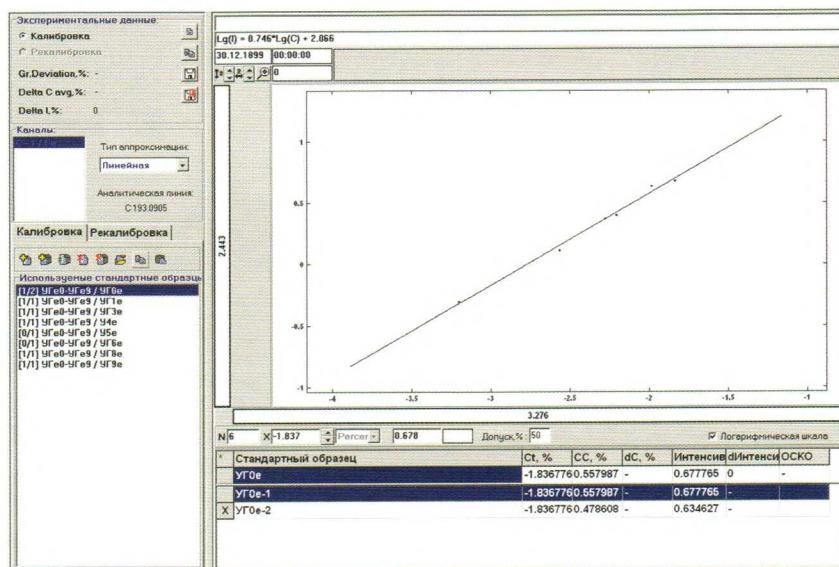


РИС. 3 Калибровочная кривая для определения м.д. углерода в стали, С 193.0905 nm.

ТАБЛИЦА 3

Стали низко- и среднелегированные

ОПРЕДЕЛЯЕМЫЙ ЭЛЕМЕНТ	СИМВОЛ	ДИАПАЗОН МАССОВЫХ ДОЛЕЙ, %	ОСКО	
			ГОСТ 18895 (6)	LEA-S500
Углерод	C	0,01–0,2 0,2–2,0	30,0–6,5 6,5–2,5	2,0–0,95 0,95–0,5
Фосфор	P	0,003–0,020	55,0–15,0	10,0
Марганец	Mn	0,1–1,0 1,0–2,0	13,0–5,0 5,0–3,5	1,0 0,5
Хром	Cr	0,1–0,2 0,2–2,0	16,0 11,5–4,0	1,05 1,0
Кремний	Si	0,01–0,5 0,5–2,0	30,0–6,0 12,0–4,0	0,94 1,0
Никель	Ni	0,1–2,0 2,0–5,0	9,0–5,0 5,0–2,0	0,35–0,5 0,14–1
Кобальт	Co	0,01–5,0	13,0–2,5	5,0–0,6
Медь	Cu	0,01–2,0	30–3,5	0,6–1,8
Алюминий	Al	0,005–0,5 0,5–2,0	60,0–8,0 14,0–5,0	15,0–4,0 4,0–3,0
Молибден	Mo	0,01–1,0 1,0–5,0	30,0–4,0 7,0–2,0	3,0–1,5 1,5–0,7
Мышьяк	As	0,005–0,2	40,0–6,5	15,0–3,0
Вольфрам	W	0,02–1,0 1,0–5,0	35,0–5,0 10,0–3,0	3,0–1,0 0,9–0,6
Ванадий	V	0,005–0,5 0,5–2,0	40,0–6,0 8,0–3,5	3,0–1,5 1,5–0,5
Титан	Ti	0,005–0,5 0,5–1,0	30,0–14,0 10,0–5,0	3,0–1,5 1,5–0,8
Ниобий	Nb	0,02–1,0 1,0–2,0	35,0–7,0 5,0	10,0–5,0 5,0–2,0
Бор	B	0,001–0,1	100,0–10,0	10,0–3,0
Цирконий	Zr	0,005–0,5	40,0–10,0	10,0–3,0
Сера	S	0,005–0,05	46,0–14,0	15,0–6,00

Литература

1. Копачевский В.Д., Кривошеева М.А. Практика применения лазерного анализатора элементного состава LEA S 500 для анализа стекла, керамики, шлаков и других материалов — Сборник материалов 14 научно-практического семинара «Аналитика — 2006», С.Петербург, 2006 г.
2. Копачевский, В.Д., М. А. Кривошеева Применение лазерного анализатора LEA-S500 для анализа химического состава материалов Новые огнеупоры. — 2007. — №9. — стр. 32–35.
3. Копачевский В.Д., Кривошеева М. А., Боброва Л. А., Клемято Д. В., Бойков В. Н. Анализ чистых материалов на лазерном анализаторе элементного состава LEA — S500 — Аналитика 2012 г. — № 5 стр.24 — 32
4. ГОСТ 31382 «Медь. Методы анализа».
5. ГОСТ 5382 «Цементы и материалы цементного производства» Методы химического анализа.
6. ГОСТ 18895 «Сталь. Метод фотоэлектрического спектрального анализа»