



<https://doi.org/10.21122/1683-6065-2019-4-72-75>
УДК 669.11.046

Поступила 04.10.2019
Received 04.10.2019

ВЛИЯНИЕ КАЧЕСТВА ПОДГОТОВКИ ОБРАЗЦОВ НА РЕЗУЛЬТАТЫ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

М. В. ЛАГОЙСКАЯ, ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК», г. Жлобин, Гомельская обл., Беларусь. ул. Промышленная, 37. E-mail: ao.czl@bmz.gomel.by

Рассматривается возможность анализа образцов малых диаметров без применения специальных адаптеров для определения химического состава на спектрометрах. Проведение измерений ограничивается размерами отверстия на аналитическом столике, которое составляет 12 мм. Соответственно все анализируемые образцы должны иметь диаметр не менее 14 мм для полного перекрытия пробой крышки разрядной камеры во избежание попадания в камеру воздуха. Фирма-производитель спектрального оборудования предлагает использовать специальные адаптеры для анализа проб малого размера. Но использование таких адаптеров имеет ряд недостатков: дополнительные денежные затраты на приобретение адаптеров, необходимость проведения дополнительной процедуры стандартизации, наличие специальных стандартных образцов. В лаборатории аналитического обеспечения (ЛАО) центральной заводской лаборатории (ЦЗЛ) все пробы готового проката (катанки или арматуры) размером от 5,5 до 20 мм подготавливаются в виде «лопаток». Спрессованная часть «лопатки» и является анализируемой поверхностью пробы, которая в дальнейшем обрабатывается на дисковой шлифовальной машине и передается на спектральный анализ. В статье приведены результаты сравнительных испытаний арматуры класса У500 между образцами в виде «лопаток» и «столбиков» и сделан вывод о целесообразности применения специальных адаптеров.

Ключевые слова. *Пробоподготовка, химический состав, спектральный анализ, оптический эмиссионный спектрометр, прокат малых диаметров, адаптер.*

Для цитирования. *Лагойская, М.В. Влияние качества подготовки образцов на результаты спектрального анализа / М. В. Лагойская // Литье и металлургия. 2019. № 4. С. 72–75. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2019-4-72-75>.*

THE INFLUENCE OF SAMPLE PREPARATION QUALITY ON THE RESULTS OF SPECTRAL ANALYSIS

M. V. LAGOYSKAYA, OJSC «BSW – Management Company of the Holding «BMC», Zhlobin, Gomel region, Belarus, 37, Promyshlennaya Str. E-mail: ao.czl@bmz.gomel.by

Considers the possibility of analyzing samples of small diameters without the use of special adapters for determining the chemical composition on spectrometers. Measurements are limited to the size of the hole on the analytical table, which is 12 mm. Accordingly, all analyzed samples must have a diameter of at least 14 mm to completely cover the sample cover of the discharge chamber in order to avoid air entering the chamber. The company - manufacturer of spectral equipment offers to use special adapters for the analysis of small samples. But the use of such adapters has a number of drawbacks. These include additional cash costs for the purchase of adapters, the need for additional standardization procedures, the availability of special reference samples. In the laboratory of analytical support (LAS) of the Central Laboratory of the Factory (CLF), all samples of finished rolled products (wire rods or fittings) in size from 5.5 mm to 20 mm are prepared in the form of «blades». The compressed part of the «blade» is the analyzed surface of the sample, which is further processed on a disk grinder and transmitted to the spectral analysis. The article presents the results of comparative tests of valves class U500 between samples in the form of «blades» and in the form of «columns» and concluded that the necessity of use of special adapters.

Keywords. *Sample preparation, chemical composition, spectral analysis, optical emission spectrometer, small diameter rolling, adapter.*

For citation. *Lagoyskaya M.V. The influence of sample preparation quality on the results of spectral analysis. Foundry production and metallurgy, 2019, no.4, pp. 72–75. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2019-4-72-75>.*

Особенность химического анализа как вида измерений заключается в том, что погрешности, связанные с пробоотбором и пробоподготовкой, влиянием поверхностных и внесенных загрязнений, во много раз могут превышать погрешность непосредственных измерений аналитического сигнала [1].

Загрязнение поверхности анализируемых твердых проб является серьезным препятствием на пути получения качественных аналитических данных. Природа поверхностных загрязнений разнообразна. Они могут быть следствием попадания примесей на стадиях отбора и подготовки проб [1]. При резке или шлифовке образцов микрочастицы абразива вдавливаются в поверхность. Образовавшиеся загрязнения могут в значительной мере исказить информацию о составе анализируемого образца.

В лаборатории аналитического обеспечения (ЛАО) центральной заводской лаборатории (ЦЗЛ) установлены оптико-эмиссионные спектрометры фирмы ARL, в качестве источника возбуждения в которых используется искровой конденсированный разряд. При использовании данного типа источника значительное влияние на тип калибровочных кривых и точность анализа оказывают качество и идентичность обработки электрода-пробы. Ошибки и погрешности, которые могут быть заложены на стадии пробоподготовки, в большинстве своем не поддаются устранению или корректировке, что делает всю последующую операцию бессмысленной. В связи с этим удаление поверхностных загрязнений и контроль качества поверхности пробы – важные и обязательные звенья в процедуре спектрального анализа.

Поверхность пробы должна быть чистой, равномерной и плоской, представлять собой площадку с гладкой поверхностью [2]. Шероховатость поверхности R_z должна быть не более 20 мкм (R_z – средняя высота неровностей, измеряемая по пяти наиболее высоким выступам и пяти наиболее глубоким впадинам). На обработанной поверхности проб не допускаются видимые невооруженным глазом раковины, шлаковые включения, а также дефекты механической обработки и цвета побежалости [2]. К дефектам механической обработки относятся прижоги и микротрещины на обработанной поверхности. Они возникают из-за неравномерного хода или заниженной скорости вращения круга, шлифования «засаленным» кругом или кругом с чрезмерно малой зернистостью [3]. Абразивная бумага может исказить результаты некоторых анализов, особенно при определении элементов с низкой концентрацией. Выбор бумаги зависит от определяемых элементов. Нами используется бумажная неводостойкая шлифовальная бумага зернистостью 40–60.

На участке пробоподготовки в ЛАО осуществляют подготовку к спектральному анализу технологических и маркировочных проб, проб готовой продукции прокатных станов, проб металлолома. Также подготавливается поверхность установочных проб и стандартных образцов.

Чтобы получить качественную и одинаковую по структуре поверхность у всех анализируемых образцов и исключить появление дополнительной погрешности при проведении испытаний, все образцы проката шлифуются только на плоскошлифовальном станке HT-350 фирмы «HERZOG». Здесь же подготавливается поверхность установочных проб и стандартных образцов, которые используются для проведения стандартизации спектрометров и проверки правильности их работы.

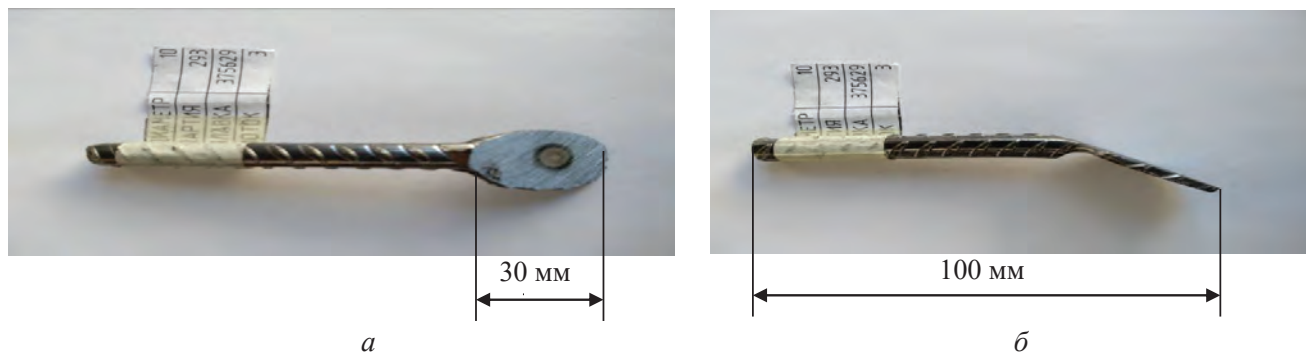
Отдельно уделим особое внимание пробоподготовке проб готового проката малых диаметров.

Пробы диаметром от 8 до 16 мм чаще всего называют пробами малого размера. В ЛАО осуществляется анализ проб готового проката диаметром (или стороной) от 5,5 до 160 мм. Проведение измерений ограничивается размерами отверстия на аналитическом столике, которое составляет 12 мм. Соответственно все анализируемые образцы должны иметь диаметр не менее 14 мм для полного перекрытия пробой крышки разрядной камеры во избежание попадания в камеру воздуха.

Фирма-производитель спектрального оборудования предлагает использовать специальные адаптеры для анализа проб малого размера. Но использование таких адаптеров имеет ряд недостатков. К ним относятся дополнительные денежные затраты на приобретение адаптеров, необходимость проведения дополнительной процедуры стандартизации, наличие специальных стандартных образцов.

ЛАО ЦЗЛ не использует адаптеры для проб малого диаметра. Все пробы готового проката размером от 5,5 до 18 мм подготавливаются в лаборатории физико-механических испытаний следующим способом. От проката (катанки или арматуры) отрезается образец размером примерно 100–120 мм. Часть образца осаживается под давлением на прессе, а оставшаяся часть образца загибается под углом примерно 45° для удобства дальнейшей обработки. Таким образом, получается образец в виде «лопатки». Спресованная часть «лопатки» и является анализируемой поверхностью пробы, которая в дальнейшем обрабатывается на дисковой шлифовальной машине и передается на спектральный анализ. Внешний вид и примерные размеры образца показаны на рисунке *а, б* («лопатка» изготовлена из арматуры диаметром 10 мм).

Были проведены сравнительные испытания арматуры диаметром 16 мм, плавка № 286648, арматурной стали класса У500. От прутка были отрезаны 20 образцов, из которых 10 образцов были подготовлены в виде «лопаток», 10 образцов, отрезанных в виде «столбиков». Определение химического состава



Образец в виде «лопатки»

проводили на оптическом эмиссионном спектрометре ARL 4460. Результаты измерений приведены в таблице. Измерения проводили в одно время, одним оператором на одном оборудовании, т. е. в условиях повторяемости, поэтому критерием оценки расхождений значений массовой доли химических элементов был взят предел повторяемости (в таблице – это величина обозначена d_{cx}).

Результаты химического анализа

Наименование пробы	Массовая доля химических элементов, %							
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu
№ 1 «столбик»	0,189	0,355	1,298	0,0068	0,0340	0,083	0,120	0,163
№ 1 «лопатка»	0,185	0,352	1,298	0,0065	0,0339	0,085	0,124	0,160
Разность	0,003	0,003	0	0,0003	0,0001	0,002	0,004	0,003
d_{cx}	0,013	0,03	0,07	0,002	0,008	0,007	0,013	0,017
№ 2 «столбик»	0,188	0,350	1,296	0,0058	0,0351	0,083	0,121	0,162
№ 2 «лопатка»	0,182	0,348	1,293	0,0062	0,0334	0,083	0,124	0,157
Разность	0,006	0,002	0,003	0,0004	0,0003	0	0,003	0,005
d_{cx}	0,013	0,03	0,07	0,002	0,008	0,007	0,013	0,017
№ 3 «столбик»	0,186	0,358	1,305	0,0068	0,0336	0,084	0,121	0,164
№ 3 «лопатка»	0,186	0,352	1,295	0,0064	0,0337	0,084	0,125	0,158
Разность	0	0,006	0,010	0,0004	0,0001	0	0,004	0,006
d_{cx}	0,013	0,03	0,07	0,002	0,008	0,007	0,013	0,017
№ 4 «столбик»	0,190	0,350	1,286	0,0071	0,0354	0,084	0,119	0,162
№ 4 «лопатка»	0,188	0,348	1,296	0,0058	0,0328	0,083	0,122	0,154
Разность	0,002	0,002	0,010	0,0013	0,0026	0,001	0,003	0,008
d_{cx}	0,013	0,03	0,07	0,002	0,008	0,007	0,013	0,017
№ 5 «столбик»	0,188	0,358	1,288	0,0073	0,0355	0,078	0,120	0,160
№ 5 «лопатка»	0,187	0,350	1,296	0,0063	0,0345	0,083	0,123	0,159
Разность	0,001	0,008	0,008	0,0010	0,0010	0,005	0,003	0,001
d_{cx}	0,013	0,03	0,07	0,002	0,008	0,007	0,013	0,017
№ 6 «столбик»	0,187	0,355	1,296	0,0063	0,0337	0,085	0,123	0,164
№ 6 «лопатка»	0,190	0,349	1,300	0,0063	0,0341	0,084	0,124	0,160
Разность	0,003	0,006	0,004	0	0,0004	0,001	0,001	0,004
d_{cx}	0,013	0,03	0,07	0,002	0,008	0,007	0,013	0,017
№ 7 «столбик»	0,182	0,358	1,301	0,0064	0,0329	0,085	0,124	0,160
№ 7 «лопатка»	0,187	0,348	1,298	0,0062	0,0336	0,084	0,124	0,158
Разность	0,005	0,010	0,003	0,0002	0,0007	0,001	0	0,002
d_{cx}	0,013	0,03	0,07	0,002	0,008	0,007	0,013	0,017
№ 8 «столбик»	0,185	0,352	1,300	0,0063	0,0339	0,083	0,124	0,158
№ 8 «лопатка»	0,187	0,348	1,298	0,0062	0,0336	0,084	0,124	0,158
Разность	0,002	0,004	0,002	0,0001	0,0003	0,001	0	0
d_{cx}	0,013	0,03	0,07	0,002	0,008	0,007	0,013	0,017
№ 9 «столбик»	0,192	0,354	1,304	0,0062	0,0326	0,083	0,122	0,164
№ 9 «лопатка»	0,184	0,349	1,299	0,0063	0,0330	0,084	0,124	0,158
Разность	0,008	0,005	0,005	0,0001	0,0004	0,001	0,002	0,006
d_{cx}	0,013	0,03	0,07	0,002	0,008	0,007	0,013	0,017

Наименование пробы	Массовая доля химических элементов, %							
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu
№ 10 «столбик»	0,189	0,353	1,284	0,0071	0,0358	0,085	0,124	0,152
№ 10 «лопатка»	0,185	0,349	1,300	0,0062	0,0345	0,084	0,125	0,159
Разность	0,004	0,004	0,006	0,0009	0,0013	0,001	0,001	0,007
d_{cx}	0,013	0,03	0,07	0,002	0,008	0,007	0,013	0,017
min	0,182	0,348	1,284	0,0058	0,0326	0,078	0,119	0,152
max	0,192	0,358	1,311	0,0073	0,0358	0,085	0,125	0,166
Разность	0,010	0,010	0,027	0,0015	0,0032	0,007	0,006	0,013

Из таблицы видно, что разность между результатами анализа образцов, подготовленными разными способами, не превышает предела повторяемости (величина d_{cx} , ГОСТ 18895-97 «Сталь. Метод фотоэлектрического спектрального анализа»).

Таким образом, можно сделать вывод, что необходимость использования адаптеров для проб малых диаметров отсутствует.

ЛИТЕРАТУРА

1. Карпов Ю. А. Аналитический контроль металлургического производства / Ю. А. Карпов, Ф. А. Гимельфарб, А. П. Савостин, В. Д. Сальников: Учеб. для вузов. М.: Металлургия, 1995.
2. Смирнов Н. А. Современные методы анализа и контроля продуктов производства. М.: Металлургия, 1985.
3. Шлифование металлов / Под ред. Л. М. Кожуро. Мн.: Дизайн ПРО, 2000.

REFERENCES

1. Karpov Ju. A., Gimel'farb F. A., Savostin A. P., Sal'nikov V. D. *Analiticheskij kontrol' metallurgicheskogo proizvodstva* [Analytical control of metallurgical production]. Moscow, Metallurgija Publ., 1995.
2. Smirnov N. A. *Sovremennye metody analiza i kontrolja produktov proizvodstva* [Modern methods of analysis and control of production products]. Moscow, Metallurgija Publ., 1985.
3. *Shlifovanie metallov* [Metal grinding]. Minsk, Dizajn PRO Publ., 2000.