



<https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-2-45-47>
УДК 669.017

Поступила 21.04.2020
Received 21.04.2020

ВОЗМОЖНОСТИ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА ЭЛЕМЕНТОВ УФ СПЕКТРА В СТАЛИ С ПОМОЩЬЮ ПОРТАТИВНЫХ ОПТИКО- ЭМИССИОННЫХ СПЕКТРОМЕТРОВ

Ж. Н. БАНЬКОВА, Т. С. БИРИСЕН, ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК», г. Жлобин, Гомельская обл., Беларусь, ул. Промышленная, 37. E-mail: ovs.tu@bmz.gomel.by, тел. +375-2334-54116

Метод оптико-эмиссионной спектроскопии используют для определения массовых долей таких элементов, как углерод, кремний, марганец, фосфор, сера, хром, никель, медь, алюминий, молибден, ванадий, титан, мышьяк, олово, бор, кальций и др. Большинство аналитических линий анализируемых элементов находятся в области видимого света, но аналитические линии углерода, фосфора и серы – в области ультрафиолетового излучения. Ультрафиолетовое излучение (УФ излучение) – это электромагнитное излучение, занимающее спектральный диапазон между видимым и рентгеновским излучениями. Длины волн УФ излучения лежат в интервале от 10 до 400 нм. Область УФ излучения условно делится на ближнюю – от 400 до 200 нм; далекую – от 380 до 200 и вакуумную – от 200 до 10 нм. Конструкционные особенности строения оптической системы стационарных спектрометров позволяют определять массовые доли химических элементов, в том числе фосфор и серу, с достаточной точностью и достоверностью. В настоящей статье рассмотрены возможности определения массовых долей фосфора и серы, аналитические линии которых лежат в области ультрафиолетового излучения, с помощью портативных оптико-эмиссионных спектрометров.

Ключевые слова. Стационарный оптико-эмиссионный спектрометр, портативный оптико-эмиссионный спектрометр, оптическая система, ультрафиолетовое излучение, массовая доля серы, массовая доля фосфора.

Для цитирования. Банькова, Ж. Н. Возможности спектрального анализа элементов УФ спектра в стали с помощью портативных оптико-эмиссионных спектрометров / Ж. Н. Банькова, Т. С. Бирисен // Литье и металлургия. 2020. № 2. С. 45–47. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-2-45-47>.

SPECTRAL ANALYSIS OF UV-SPECTRUM ELEMENTS IN STEEL USING PORTABLE OPTICAL EMISSION SPECTROMETERS

Zh. N. BANKOVA, T. S. BIRISEN, OJSC «BSW – Management Company of the Holding «BMC», 37, Promyshlennaya Str., Zhlobin, Gomel region, Belarus, E-mail: ovs.tu@bmz.gomel.by, тел. +375-2334-54116.

Optical emission spectroscopy is used to determine the mass fraction of elements such as carbon, silicon, manganese, phosphorus, sulfur, chromium, nickel, copper, aluminum, molybdenum, vanadium, titanium, arsenic, tin, boron, calcium, etc. Most of the analytical lines of the analyzed elements are located in the visible light spectrum, but the analytical lines of carbon, phosphorus and sulfur are located in the ultraviolet radiation spectrum.

Ultraviolet radiation (UV radiation) is electromagnetic radiation that occupies the spectral range between visible and x-ray radiation. The wavelengths of UV radiation are in the range from 10 to 400 nm. The area of UV radiation is divided into: near - from 400 to 200 nm; far - from 380 to 200 nm; vacuum - from 200 to 10 nm.

Structural particularities of the structure of the optical system of stationary spectrometers allow determining the mass fraction of chemical elements, including phosphorus and sulfur, with sufficient accuracy and reliability. This article discusses the possibility of determining the mass fractions of phosphorus and sulfur, the analytical lines of which lie in the area of ultraviolet radiation, using portable optical emission spectrometers.

Keywords. Stationary optical emission spectrometer; portable optical emission spectrometer; optical system, ultraviolet radiation, mass fraction of sulfur; mass fraction of phosphorus.

For citation. Bankova Zh. N., Birisen T. S. Spectral analysis of UV-spectrum elements in steel using portable optical emission spectrometers. Foundry production and metallurgy, 2020, no. 2, pp. 45–47. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-2-45-47>.

Определение химического состава металла, выплавляемого на ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК», на всех этапах производства (выплавка, разливка, готовый сорт) осуществляется методом оптико-эмиссионной спектроскопии на стационарных оптико-эмиссионных спектрометрах

фирмы ARL. Этот метод основан на возбуждении атомов элементов стали электрическим разрядом, разложении излучения в спектр, измерении аналитических сигналов, пропорциональных интенсивности или логарифму интенсивности спектральных линий, и последующем определении массовых долей элементов с помощью градуировочных характеристик*. Его используют для определения массовых долей таких элементов, как углерод, кремний, марганец, фосфор, сера, хром, никель, медь, алюминий, молибден, ванадий, титан, мышьяк, олово, бор, кальций и др. Большинство аналитических линий анализируемых элементов находятся в области видимого света, но аналитические линии углерода, фосфора и серы – в области ультрафиолетового излучения. Ультрафиолетовое излучение (УФ излучение) – это электромагнитное излучение, занимающее спектральный диапазон между видимым и рентгеновским излучениями. Длины волн УФ излучения лежат в интервале от 10 до 400 нм. Область УФ излучения условно делится на ближнюю – от 400 до 200 нм; дальнюю – от 380 до 200 и вакуумную – от 200 до 10 нм. Видимое излучение – электромагнитное излучение, воспринимаемое человеческим глазом. Волновой диапазон видимого излучения составляет от 380 до 780 нм. Рентгеновское излучение – электромагнитные волны, энергия которых лежит на шкале электромагнитных волн между ультрафиолетовым излучением и гамма-излучением, что соответствует длинам волн от $\sim 10^{-7}$ до $\sim 10^{-12}$ м [1]. Определение элементов ультрафиолетовой области затруднено в связи с тем, что часть ультрафиолетового излучения поглощается элементами оптической системы. Оптико-эмиссионные спектрометры ARL, используемые на ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК», оснащены вакуумной спектральной камерой и оптической системой Пашена-Рунге. Оптическая длина пути составляет приблизительно 2 м. Волновой диапазон от 170 до 780 нм*. Такое строение оптической системы позволяет определять массовые доли химических элементов, в том числе фосфор и серу, с достаточной точностью и достоверностью.

На ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК» производится горячекатаный круглый прокат для автомобилестроения на реверсивном крупносортом стане 850 и мелкосортно-проволочном стане 370/150. Одним из требований потребителей данного вида продукции является гарантия отсутствия перемешивания различных марок стали в процессе производства проката. Чтобы обеспечить выполнение этого требования, необходимо проводить контроль химического состава каждого прутка проката непосредственно перед отгрузкой, после упаковки его в пакеты и нанесения требуемой маркировки. Для решения задачи 100%-ного контроля химического состава горячекатаных прутков изначально были приобретены портативные оптико-эмиссионные спектрометры ESAPORT производства фирмы «G.N.R.s.r.l.» (Итальянская Республика).

Портативный оптико-эмиссионный спектрометр ESAPORT имеет две оптические воздушные камеры с симметричной установкой Черни-Тернера, фокусное расстояние достигает 75 мм, разрешение – 0,05 нм**. Такие оптические системы позволяют определять химические элементы в диапазоне длин волн от 190 до 410 нм, поэтому с помощью данного спектрометра можно найти массовую долю кремния, марганца, хрома, никеля, меди, алюминия, молибдена, титана, ванадия, кобальта, вольфрама в сталях. В режиме искрового разряда с применением аргона можно также определять массовую долю углерода. Содержание фосфора и серы, к сожалению, не может быть проанализировано данным прибором, так как аналитические линии фосфора и серы находятся в УФ спектре (длина волны менее 190 нм).

В дальнейшем на предприятии были закуплены портативные оптико-эмиссионные спектрометры SPECTROPORT фирмы AnalyticalInstrumentsGmbH (Германия). SPECTROPORT позволяет определять содержание всех химических элементов, необходимых для корректной идентификации марок металла, в том числе элементов, аналитические эмиссионные линии которых лежат в УФ области спектра. Самонастраиваемая оптическая система охватывает широкий волновой диапазон от 170 до 670 нм, фокусное расстояние достигает 400 мм. Пистолет прибора имеет дополнительную встроенную ультрафиолетовую оптику, которая дает возможность определять углерод, фосфор и серу***.

Были проведены сравнительные испытания по определению массовых долей фосфора и серы на стационарном оптико-эмиссионном спектрометре ARL 3560 и портативном оптико-эмиссионном спектрометре SPECTROPORT. Для анализа были использованы стандартные образцы УГ71а, УГ124, CRM055–2 с уже известным содержанием фосфора и серы и образец производства ОАО «БМЗ – управляющая

* Инструкция по эксплуатации оптико-эмиссионного спектрометра ARL.

** Техническое руководство по эксплуатации портативного оптико-эмиссионного спектрометра ESAPORT.

*** Руководство по эксплуатации портативного оптико-эмиссионного спектрометра SPECTROPORT.

компания холдинга «БМК». Подготовку поверхности образцов для анализа осуществляли в соответствии с ГОСТ 7565 на шлифовальном станке с использованием неводостойкой на бумажной основе шлифовальной шкурки P40–60. Сравнительные результаты приведены в таблице.

| Спектрометр | Определяемый элемент (Аттестованное значение, %) | Результаты измерений | | | | | | | | | | Среднее значение | Разность | $\delta_{ст}^*$ | ОСКО** | |
|--|---|----------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|------------------|----------|-----------------|--------|--|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | | | | | |
| Стандартный образец УГ71а | | | | | | | | | | | | | | | | |
| ARL3560 | P (0,025) | 0,0253 | 0,0256 | 0,0247 | 0,0250 | 0,0252 | 0,0250 | 0,0254 | 0,0252 | 0,0251 | 0,0254 | 0,0252 | 0,0002 | 0,004 | 1,19 | |
| Spectroport | | 0,0287 | 0,0281 | 0,0235 | 0,0284 | 0,0288 | 0,0275 | 0,0279 | 0,0273 | 0,0264 | 0,0269 | 0,0274 | 0,0024 | | 5,8 | |
| ARL3560 | S (0,022) | 0,0241 | 0,0245 | 0,0238 | 0,0234 | 0,0242 | 0,0235 | 0,0234 | 0,0243 | 0,0235 | 0,0239 | 0,0239 | 0,0019 | 0,006 | 1,67 | |
| Spectroport | | 0,0182 | 0,0210 | 0,0189 | 0,0199 | 0,0194 | 0,0177 | 0,0201 | 0,0175 | 0,0201 | 0,0204 | 0,0193 | 0,0027 | | 6,22 | |
| Стандартный образец УГ124 | | | | | | | | | | | | | | | | |
| ARL3560 | P (0,019) | 0,0206 | 0,0214 | 0,0212 | 0,0206 | 0,0215 | 0,0210 | 0,0202 | 0,0211 | 0,0206 | 0,0210 | 0,0209 | 0,0019 | 0,002 | 1,91 | |
| Spectroport | | 0,0196 | 0,0225 | 0,0186 | 0,0185 | 0,0214 | 0,0198 | 0,0223 | 0,0211 | 0,0217 | 0,0210 | 0,0207 | 0,0017 | | 6,76 | |
| ARL3560 | S (0,032) | 0,0366 | 0,0372 | 0,0378 | 0,0365 | 0,0373 | 0,0383 | 0,0379 | 0,0381 | 0,0378 | 0,0383 | 0,0376 | 0,0056 | 0,006 | 1,86 | |
| Spectroport | | 0,0340 | 0,0320 | 0,0329 | 0,0305 | 0,0286 | 0,0323 | 0,0300 | 0,0328 | 0,0294 | 0,0350 | 0,0318 | 0,0002 | | 6,60 | |
| Стандартный образец CRM 055–2 | | | | | | | | | | | | | | | | |
| ARL3560 | P (0,0102) | 0,0117 | 0,0118 | 0,0119 | 0,0116 | 0,0119 | 0,0118 | 0,0123 | 0,0123 | 0,0121 | 0,0120 | 0,0119 | 0,0017 | 0,002 | 1,68 | |
| Spectroport | | 0,0121 | 0,0122 | 0,0111 | 0,0126 | 0,0122 | 0,0133 | 0,0114 | 0,0114 | 0,0126 | 0,0109 | 0,0120 | 0,0018 | | 6,67 | |
| ARL3560 | S (0,0205) | 0,0230 | 0,0230 | 0,0226 | 0,0224 | 0,0227 | 0,0226 | 0,0227 | 0,0229 | 0,0220 | 0,0227 | 0,0227 | 0,0022 | 0,006 | 1,32 | |
| Spectroport | | 0,0180 | 0,0188 | 0,0222 | 0,0195 | 0,0201 | 0,0225 | 0,0202 | 0,0200 | 0,0200 | 0,0213 | 0,0203 | 0,0002 | | 6,90 | |
| Стандартный образец 374717 Ø75 40X вх.2676 | | | | | | | | | | | | | | | | |
| ARL3560 | P (-) | 0,0134 | 0,0135 | 0,0136 | 0,0136 | 0,0136 | 0,0130 | 0,0133 | 0,0130 | 0,0132 | 0,0132 | 0,0133 | – | – | 1,50 | |
| Spectroport | | 0,0151 | 0,0162 | 0,0145 | 0,0153 | 0,0164 | 0,0172 | 0,0147 | 0,0141 | 0,0160 | 0,0158 | 0,0155 | – | – | 6,45 | |
| ARL3560 | S (-) | 0,0207 | 0,0206 | 0,0209 | 0,0202 | 0,0208 | 0,0203 | 0,0209 | 0,0199 | 0,0200 | 0,0210 | 0,0205 | – | – | 1,95 | |
| Spectroport | | 0,0202 | 0,0170 | 0,0190 | 0,0204 | 0,0184 | 0,0175 | 0,0183 | 0,0203 | 0,0201 | 0,0208 | 0,0192 | – | – | 6,77 | |

* $\delta_{ст}$ – допускаемое расхождение между результатами воспроизведения характеристик стандартного образца, полученных при установлении градуировочных характеристик, и их значениями при контроле стабильности градуировочных характеристик по ГОСТ 18895.

** ОСКО – относительное среднеквадратическое отклонение.

Как видно из таблицы, относительное среднеквадратическое отклонение при определении массовых долей фосфора и серы на портативном спектрометре SPECTROPORT в несколько раз больше, чем на стационарном спектрометре ARL, но находится в допустимых пределах (допустимое относительное среднеквадратическое отклонение для портативного спектрометра SPECTROPORT – $\leq 7\%$).

Вывод

Конструкционные особенности строения оптической системы портативных спектрометров SPECTROPORT позволяют с допустимой точностью определять массовые доли фосфора и серы, аналитические линии которых лежат в области ультрафиолетового излучения, в образцах готовой продукции с целью идентификации марки стали.

ЛИТЕРАТУРА

1. Основы атомного спектрального анализа: Учеб. пособ. / А. И. Дробышев. СПб.: Изд-во С.-Петербург. ун-та, 1997. 200 с.

REFERENCES

1. **Drobyshev A. I.** *Osnovy atomnogo spektral'nogo analiza* [Fundamentals of Atomic Spectral Analysis]. SPb., Izdatel'stvo S.-Peterburgskogo universiteta Publ., 1997, 200 p.