

05;11;12

## Экспресс-анализ вещества в монолитном состоянии методом атомно-эмиссионной спектроскопии

© Н.Г. Внукова, А.Л. Колоненко, Г.А. Глущенко,  
А.П. Буркова, Г.Н. Чурилов

Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, Красноярск  
E-mail: churilov@iph.krasn.ru  
Красноярский государственный педагогический университет  
Сибирский федеральный университет, Красноярск

Поступило в Редакцию 24 мая 2010 г.

Представлены результаты элементного анализа образцов стали и латуни в монолитном состоянии методом атомно-эмиссионной спектроскопии. Разработанная установка позволяет выполнять анализ без предварительной подготовки. Анализ занимает 10–15 с. Работа установки показана на примере анализа латуни (марка ЛОМш 70-1-005) и стали (образец получен при переплавке). В монолите латуни зарегистрирован мышьяк в количестве 0.003 wt.% и висмут в количестве 0.003 wt.%. В монолите стали: углерод (0.08 wt.%), марганец (0.05 wt.%) и кремний (0.3 wt.%).

Точное знание элементного состава вещества всегда представляло значительный интерес для металлургического производства. Состав и количество как вредных, так и полезных примесей оказывает значительное влияние на свойства металла. Например, марганец в определенных количествах увеличивает прокаливаемость стали, кремний способствует ее упрочнению, а фосфор снижает пластичность [1]. В медных сплавах углерод и азот ограничивают проводимость. Наличие сурьмы, мышьяка и висмута делает латунь менее пластичной, а следовательно, и более хрупкой при горячей и холодной обработке [2]. Контроль за примесями в диапазоне концентраций от единиц до тысячных долей процентов в процессе выплавки металла является критически важной задачей.

Наиболее распространенными методами для анализа монолитов являются рентгенофлуоресцентный метод анализа и лазерно-искровой метод. Оба метода отличают следующие достоинства: достаточно вы-

сокая чувствительность (до  $10^{-4}$  %), многоэлементность, длительность анализа не превышает 5 min. Однако к недостаткам рентгенофлуоресцентного метода следует отнести отсутствие возможности анализа „легких“ элементов и высокие требования к поверхности [3]. Лазерно-искровой метод отличается низкой воспроизводимостью анализа, значительное влияние основы при анализе твердых образцов [4].

Атомно-эмиссионный анализ в настоящее время занимает одно из лидирующих мест в аналитических лабораториях в силу своих достоинств: возможность проводить анализы в экспресс-режиме, многоэлементность, низкие пределы обнаружения [3]. Анализ проб в порошковом виде не представляется сложной задачей для стандартных установок атомно-эмиссионного анализа, однако анализ монолитов требует трудоемкой предварительной подготовки пробы.

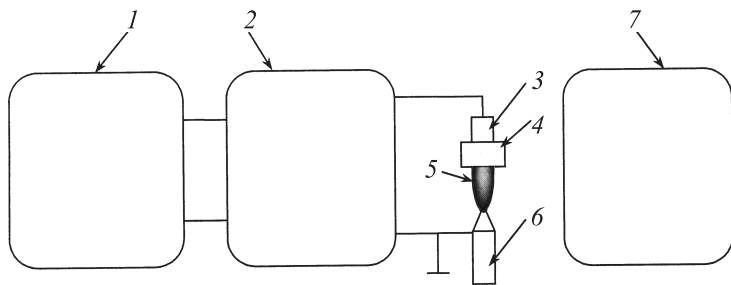
В работе мы представляем результаты экспресс-анализа элементного состава монолитных проб железных и медных сплавов, полученные без какой-либо предварительной подготовки на разработанной нами установке.

Установка для атомно-эмиссионного анализа состоит из генератора токов высокой частоты, блока согласования, плазмотрона, держателя образца и спектрографа PGS-2 (с разрешением 0.74 nm E/mm в диапазоне от 200 до 800 nm) с устройством электронной регистрации спектра. Установка для атомно-эмиссионного анализа вещества описывалась нами ранее [5]. На рис. 1 представлена принципиальная схема установки.

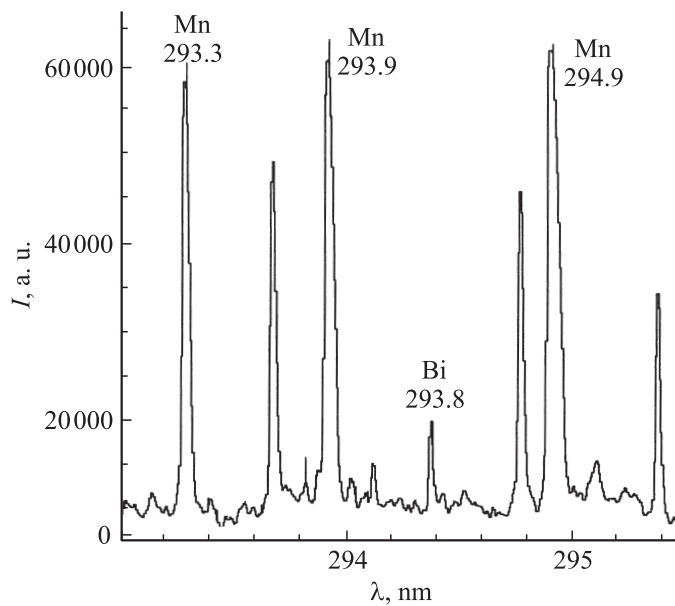
Регистрация спектра осуществлялась при помощи фотоэлектронной кассеты ФЭК-9, разработанной ООО „Многоканальные оптические регистрационные системы“ [6].

Держатель для образцов позволяет механически закрепить образцы разных размеров и различной конфигурации. Конструкция держателя позволяет располагать образцы на различном расстоянии от плазменной струи, что дает возможность варьировать скорость нагрева образца, а соответственно и скорость анализа. Для анализа были использованы бруски и диски различных размеров весом от 50 до 200 g. Поверхность отливок дополнительно не обрабатывалась. Полученные результаты сравнивались с результатами спектрального рентгенофлуоресцентного анализа (спектрометр S4 Pioneer).

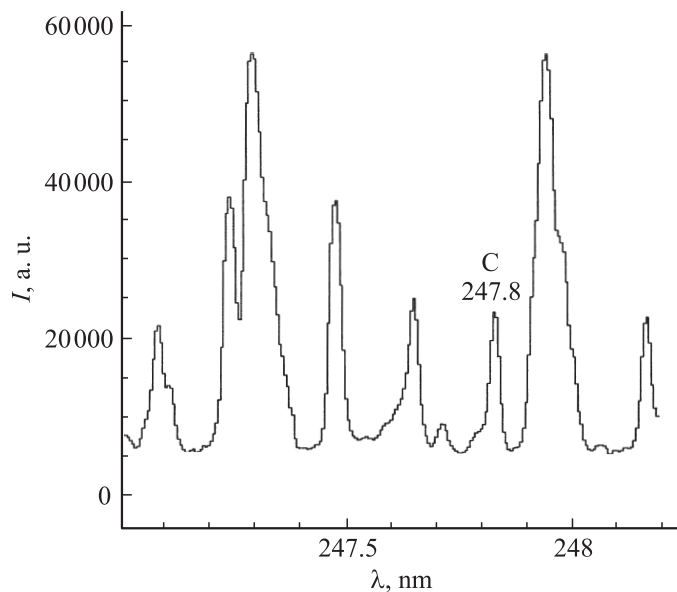
Методом атомно-эмиссионного спектрального анализа были проанализированы примеси стальных и латунных монолитов различной формы. Для железных сплавов количественный анализ проводился по



**Рис. 1.** Принципиальная схема установки: 1 — генератор, 2 — согласующий трансформатор, 3 — держатель, 4 — монолит, 5 — плазма, 6 — плазмотрон, 7 — оптический блок.



**Рис. 2.** Спектр излучения плазмы при анализе латунной отливки в диапазоне длин волн 293–295.2 нм.



**Рис. 3.** Спектр излучения плазмы при анализе стальной отливки в диапазоне длин волн 246–249.2 nm.

химическим элементам: фосфор, углерод, марганец и кремний, а для медных сплавов: мышьяк, висмут и сурьма.

На рис. 2 представлен спектр излучения, полученный при прямой обработке монолита латуни плазмой в диапазоне длин волн 293–295.2 nm соответственно. Методом атомно-эмиссионной спектроскопии в монолите латуни были обнаружены примеси в следующих количествах: мышьяк — 0.003 wt.%, сурьма — 0.005 wt.% и висмут — 0.003 wt.%. Метод флуоресцентного анализа установил присутствие серы (0.04 wt.%), но не зарегистрировал наличия сурьмы, висмута и мышьяка.

Интенсивные линии, представленные на рис. 2, принадлежат линиям железа и марганца.

На рис. 3 представлен спектр излучения в диапазоне длин волн 246–249.2 nm, полученный при прямой обработке монолита стали

плазмой. Интенсивные линии спектра, представленные на рис. 3, принадлежат линиям железа.

В стальной отливке методом атомно-эмиссионной спектроскопии были зарегистрированы примеси: углерода (0.08 wt.%), марганца (0.05 wt. %) и кремния (0.3 wt. %). Методом флуоресцентного анализа были зарегистрированы кремний, марганец и сера (0.088 wt. %), но не зарегистрирован углерод.

Таким образом, в работе показана возможность выполнения методом атомно-эмиссионной спектроскопии прямого анализа монолитных образцов. Анализ занимает 10–15 s. Вес анализируемого монолита от 50 до 200 g. Для анализа не требуется дополнительной подготовки поверхности монолита. Способ дает возможность анализировать как вредные, так и полезные примеси, исключение составляет сера.

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (проект 09-0-00383) и интеграционного проекта СО РАН № 118. PACS 81.05.Vx

## Список литературы

- [1] *Фетисов Г.П.* Материаловедение и технология металлов. М.: Высшая школа, 2001. С. 40.
- [2] *Бокиштейн С.З.* Строение и свойства металлических сплавов. М.: Металлургия, 1971. С. 496.
- [3] *Бёккер Ю.* Спектроскопия. М.: Техносфера. 2009. 527.
- [4] *Зоров Н.Б., Лабутин Т.А., Попов А.М.* Тезисы докладов научного семинара, посвященного 150-летию создания Киргофом и Бунзеном основ атомной спектроскопии. Иркутск: Изд-во Ин-та геогр. им. В.Б. Сочавы СО РАН, 2009. С. 18.
- [5] *Сыченко Д.П., Внукова Н.Г., Лопатин В.А.* и др. // ПТЭ. 2004. № 3. С. 1.
- [6] *Григорьев Л.И., Силькис Э.Г.* <http://elibrary.ru/item.asp?id=12865126>. Аналитика и контроль. 2002. Т. 6. № 3. С. 295.