



The main advantages of emission spectrometer iCAP 6300 are shown. An example of its practical application in production quality control is shown.

В. А. МАКАРОВ, РУП «БМЗ»

УДК 669.

ЭМИССИОННЫЙ СПЕКТРОМЕТР С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ iCAP 6300

Введение

Эмиссионные спектрометры с индуктивно-связанной плазмой – относительно новая разработка в инструментальных методах анализа. Но уже на сегодняшний день данный класс спектрометров является одним из универсальных и широко применяемых приборов в аналитической химии. Они нашли свое применение практически во всех сферах деятельности человека от фармацевтики до металлургии.

Плазменные спектрометры в современной лаборатории металлургических предприятий дают возможности проводить с большой точностью и скоростью элементный анализ самых различных материалов, таких, как стали и чугуны, ферросплавы, руды и окатыши, металлургические шлаки, гальванические шламы, цветные металлы и их сплавы, технологические растворы. В отличие от атомно-абсорбционных спектрометров, у которых перечень анализируемых элементов ограничен наличием определенных ламп излучения, в перечень анализируемых на плазменных спектрометрах элементов входят практически все элементы периодической системы, исключение составляют лишь газы и искусственно полученные элементы.

Практически при наличии в лаборатории необходимых реактивов и материалов для приготовления калибровочных растворов, в качестве которых можно применять как сами элементы и их соединения высокой чистоты, так и государственные стандартные образцы, возможности лаборатории ограничиваются только возможностями спектрометра и сложностью элементной матрицы анализируемого материала.

Плазменная спектрометрия успешно используется в исследовательской работе при анализе об-

разцов с неизвестным или нетипичным химическим составом.

В 2010 г. в рамках модернизации в химической лаборатории металлургического производства ЦЗЛ РУП «БМЗ» был успешно внедрен эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой нового поколения iCAP 6300 производства компании Thermo scientific (Великобритания).

Основные преимущества спектрометра iCAP 6300

1. Компактность прибора. Спектрометр имеет небольшие размеры и массу 85 кг. Это достигнуто благодаря внедрению последних технологий в электронике и оптике, что позволило установить прибор на лабораторном столе.

2. Высокое оптическое разрешение. Конструкция оптической схемы дает возможность анализировать спектральные линии в диапазоне 166–867 нм с оптическим разрешением 0,007 нм, что позволяет анализировать материалы со сложным элементным составом. Аналитические сигналы элементов на спектрах представлены в виде пиков, которые анализируются программным обеспечением спектрометра. Каждому химическому элементу на спектре соответствуют определенные длины волн.

На рис. 1 видны два полностью разделенных пика, несмотря на то что элементы анализируются на близких длинах волн.

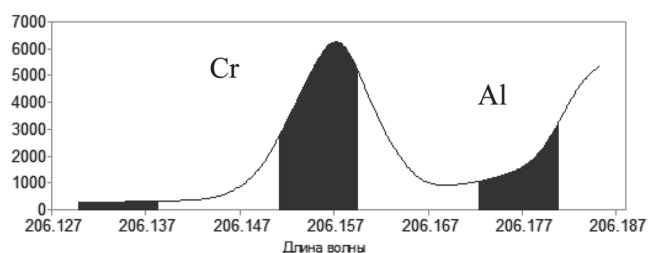


Рис. 1

3. Твердотельный CID детектор. Твердотельный полупроводниковый CID детектор является детектором нового поколения, который дает высокую скорость анализа и высокую чувствительность.

Для сравнения в таблице приведены нижние пределы обнаружения некоторых элементов для спектрометра ARL 3410, оснащенного галиевым полупроводниковым детектором, и спектрометра iCAP 6300. Как видно из таблицы, нижние пределы обнаружения для некоторых элементов уменьшились более чем в 10 раз.

Нижние пределы обнаружения спектрометров ARL 3410 и iCAP 6300

Определяемый элемент	Нижний предел обнаружения для ARL 3410, мг/дм ³	Нижний предел обнаружения для iCAP 6300, мг/дм ³
Железо	0,0075	0,00154
Магний	0,0167	0,00912
Марганец	0,0006	0,00019
Медь	0,0030	0,00103
Никель	0,0161	0,00090
Свинец	0,0173	0,00343
Хром	0,0067	0,00048
Цинк	0,0020	0,00043

4. Твердотельный ВЧ генератор. В приборе применен высокочастотный генератор нового поколения, выполненного с использованием полупроводниковых приборов, который обеспечивает стабильную плазму при анализе образцов различного состава. Генератор не требует дорогостоящих расходных материалов.

5. Система ввода проб оснащена перистальтическим насосом, что позволяет анализировать высококонцентрированные растворы, обладающие большой вязкостью. Настраиваемые режимы работы насоса и распылителя дают возможность равномерного введения пробы в плазму, значительно повышая стабильность и точность результатов.

6. Современное программное обеспечение. Дружественный интерфейс на русском языке и интуитивно понятное меню программы обеспечивают комфортную и эффективную работу со спектрометром.

7. Эффективный качественный анализ проб с неизвестным составом. Новые решения в области электроники и программного обеспечения позволяют при необходимости сделать снимок плазменного пламени и проанализировать его. На рис. 2 показан снимок плазменного пламени, на котором видно множество ярких точек. Каждая точка соответствует определенному элементу, который присутствует в анализируемом образце. По интенсивности свечения точки можно ориентировочно су-

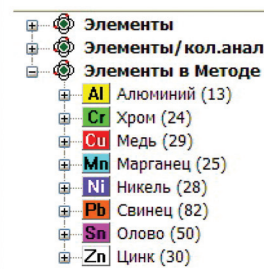
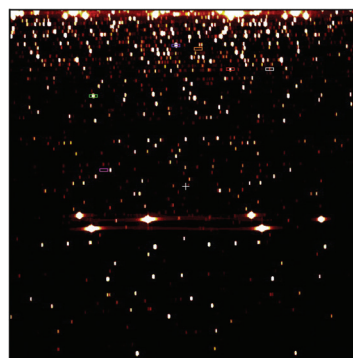


Рис. 2

дить о количественном содержании элемента. Анализ такого снимка дает возможность предварительно определиться с химическим составом исследуемого образца.

Пример практического применения спектрометра iCAP 6300 в производственном процессе контроля качества

Как было сказано выше, одной из задач лаборатории является контроль качества бронзового покрытия в бортовой бронзированной проволоке (ББП). В бронзированном покрытии лаборатория контролирует три показателя: массовые доли меди и олова в бронзовом покрытии проволоки и массу бронзового покрытия проволоки.

Массовые доли меди и олова в бронзовом покрытии проволоки являются параметрами, измеряемыми методом плазменной спектрометрии. Масса бронзового покрытия проволоки служит расчетным параметром, вытекающим из массовых долей меди и олова. Для выполнения измерения данных показателей была разработана заводская методика, задача которой – измерение массовых долей меди и олова в бронзированном покрытии ББП.

В силу того что элементный состав бронзового покрытия, наносимого на проволоку выглядит следующим образом, ориентировочно Cu = 98,5%, Sn = 1,5%, на спектрометре ARL 3410 не представляется возможным измерять массовые концентрации меди и олова в одном растворе, поскольку этого не позволял нижний предел обнаружения олова. С появлением спектрометра iCAP 6300 из-за его высокой чувствительности была разработана новая методика, которая позволяет сократить затраты времени на проведение анализа и расход реактивов и материалов для подготовки пробы.

С целью обеспечения стабильности работы методики перед каждой серией измерений проводится контроль воспроизводимости аттестованных значений массовых долей меди и олова в стандартном образце бронзы, а также контроль с применением карт Шухарта. Данный метод широко ис-

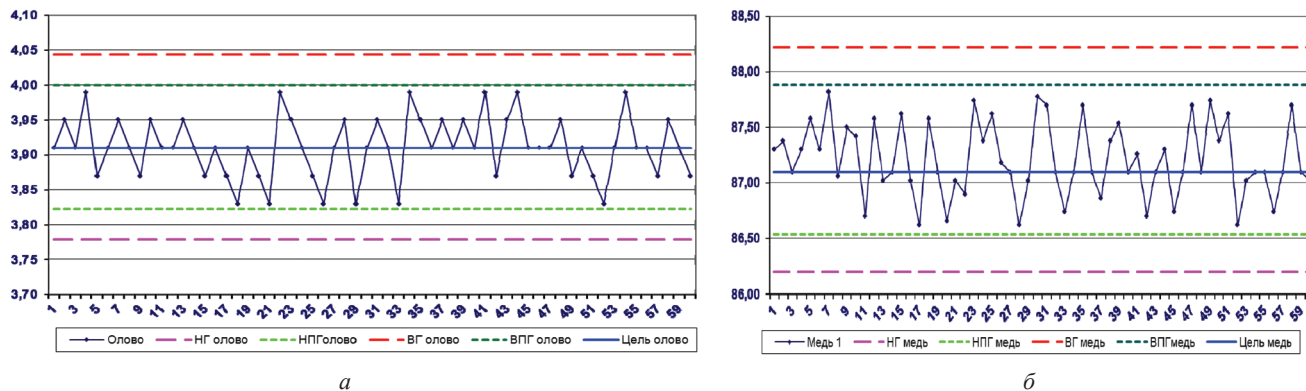


Рис. 3

пользуется в мировой практике и применяется для контроля стабильности производственных процессов и показателей.

Примеры применения контрольных карт Шухарта приведены на рис. 3 (а – массовая доля олова; б – массовая доля меди).

Выводы

Исходя из сказанного выше, можно сделать вывод о широких возможностях спектрометра iCAP 6300 и больших перспективах использования его в металлургическом производстве. Пример внедрения новой методики выполнения измерений массовых долей меди и олова в бронзированном покрытии проволоки для бортовых колец шин

и массы бронзового покрытия на спектрометре iCAP 6300 – это только один из примеров применения новейших технологий в области аналитической химии.

В химической лаборатории металлургического производства в течение 2010 г. успешно использовали широкие возможности нового прибора, помогая решать многие производственные, технологические и исследовательские задачи. В настоящее время новый спектрометр обеспечивает постоянный контроль ББП, металлургических шлаков и металлического лома, предназначенного для плавки. Выполняется анализ исследовательских проб, разрабатываются новые методики выполнения анализов.