

# ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА МАТЕРИАЛОВ ЛАЗЕРНЫМ АНАЛИЗАТОРОМ LEA-S500

**В** работе рассмотрены особенности и результаты применения лазерного анализатора LEA-S500 для определения химического состава металлов, сплавов, стекол, керамики, пластмасс, порошков и других веществ и материалов.

Анализатор LEA-S500 (рис.1) является атомно-эмиссионным спектральным прибором с лазерным источником возбуждения спектров. Он применяется для качественного, полуколичественного и количественного анализа элементного состава сырья, компонентов, добавок, примесей, включений и т.д. на всех стадиях производства, а также для контроля готовых изделий на заводах стройматериалов, горно-обогатительных и металлургических комбинатах, в карьерах, и на других предприятиях, в лабораториях и научных исследованиях.

В анализаторе для возбуждения спектров используется источник лазерного излучения – твердотельный двухимпульс-

ный неодимовый лазер с модуляцией добротности Nd:YAG, генерирующий излучение с длиной волны 1064 нм, энергией импульса 150 мДж и длительностью 12 нс. Частота повторения сдвоенных импульсов 20 Гц.

Отличительная особенность лазера – его способность работать в двухимпульсном режиме генерации, когда два идентичных лазерных импульса следуют друг за другом с управляемой задержкой 0–20 мкс. Лазер может работать с частотой повторения 20 Гц как в импульсном, так и в двухимпульсном режиме. Преимущества последнего режима возбуждения в том, что:

- увеличивается энергетическая эффективность процесса, что приводит к достижению такой плазмы температуры, при которой интенсивность свечения плазмы становится независимой от температуры и менее чувствительной к колебаниям условий эксперимента;
- удлиняется стадия термодинамического равновесия, а интенсивность "полезного" свечения плазмы на фоне сплошного спектра возрастает;
- появляется возможность получения спектральных линий элементов с большой энергией ионизации.

Все это дает выигрыш в отношении сигнал/шум при регистрации спектра, снижает порог обнаружения, уменьшает случайную составляющую погрешности. Характер развития плазмы снижает реабсорбцию линий.

Основные преимущества лазерных источников возбуждения:



Рис. 1 Общий вид системы LEA-S500

- возможность анализа химического состава как токопроводящих, так и непроводящих веществ и материалов;
- нет необходимости в предварительной подготовке поверхности проб перед выполнением анализа, которая связана лишь с необходимостью получения плоской поверхности для однородных проб либо с измельчением и прессованием для неоднородных проб.

Локальность воздействия лазерного источника на поверхность анализируемой пробы обеспечивает возможность выполнения анализа состава и толщины покрытий, послойного анализа, анализа тонких пленок, состава включений, а также получения дополнительной информации о распределении содержания составляющих элементов по поверхности образца и по глубине (послойно).

Для регистрации спектров в LEA-S500 используется 16-битная цифровая камера с высокой чувствительностью в УФ-, ИК- и видимой области спектра. Динамический диапазон системы регистрации при этом равен 2500, а нелинейность отношения "интенсивность падающего света/выходной сигнал" не превышает 1% во всем диапазоне регистрации. Полученные спектры можно сохранять неограниченное время, что обеспечивает возможность повторной проверки результатов анализа, в том числе и для извлечения дополнительной информации, упущенной при первой обработке.

Управление анализатором (обработка, анализ, архивирование результатов анализа) осуществляется с помощью программно-аппаратного комплекса управления, реализованного на базе ПК. Программное обеспечение анализатора позволяет выполнять следующие операции:

- разработку методик измерения (аналитических программ);
- автоматическую обработку полученных спектров по программе;
- количественный, полуколичественный и качественный анализ химического состава;
- контроль текущего состояния анализатора и управление системой в нештатных режимах;
- наблюдение изображения поверхности пробы и сохранение его в виде графического файла;
- управление режимами работы лазера, спектрографа, цифровой камеры и другими вспомогательными системами (в том числе встроенными базами данных);
- построение калибровочных и рекалибровочных графиков по стандартным образцам;
- получение результатов анализа в удобной (в том числе графической) форме;
- статистический контроль достоверности результатов.

Тройная (механическая, электронная и программная) защита гарантирует полную безопасность эксплуатации LEA-S500,

а использование уникальных технических решений обеспечивает высокие метрологические характеристики, выгодно отличающие LEA-S500 от аналогичных приборов.

В таблице приведены гарантированные пределы обнаружения и диапазоны определения концентраций некоторых элементов в сплавах на основе железа, меди, алюминия и титана.

В системе также реализована возможность количественного определения содержания серы и фосфора по спектральным линиям в УФ-области спектра (180 нм) с использованием продувки оптической системы аргоном.

Гарантированные пределы обнаружения и диапазоны определения концентраций элементов

Элемент	Предел обнаружения, 3σ, ppm	Диапазон (в %) определения концентраций элементов в сплавах на основе:							
		железа		меди		алюминия		титана	
		Мин.	Макс.	Мин.	Макс.	Мин.	Макс.	Мин.	Макс.
Be	0,1	–	–	0,0005	2,0	0,0005	2,0	–	–
B	1,2	0,005	0,2	–	–	–	–	–	–
C	10,0	0,05	4,5	–	–	–	–	–	–
Mg	0,5	0,001	0,15	–	–	0,01	5,0	–	–
Al	1,0	0,001	2,0	0,01	5,0	–	–	0,03	10,0
Si	5,0	0,005	20,0	0,01	5,0	0,01	17,0	0,05	0,7
P	10,0	0,01	0,5	0,05	2,0	–	–	–	–
Ti	0,3	0,001	10,0	–	–	0,01	2,0	–	–
V	2,0	0,005	10,0	–	–	–	–	0,05	7,0
Cr	2,0	0,005	30,0	0,01	1,5	0,01	0,5	0,05	3,0
Mn	0,5	0,003	18,0	0,003	7,0	0,01	2,0	0,01	3,0
Fe	1,0	–	–	0,01	15,0	0,005	2,0	0,01	2,0
Co	4,0	0,005	15,0	–	–	–	–	–	–
Ni	0,8	0,001	40,0	0,01	20,0	0,001	1,0	–	–
Cu	0,5	0,001	10,0	–	–	0,01	10,0	–	–
Zn	5,0	–	–	0,01	50,0	0,001	2,0	–	–
As	5,0	–	–	–	–	0,008	0,5	–	–
Zr	1,0	–	–	–	–	0,01	0,3	0,01	4,0
Nb	1,0	0,003	1,5	–	–	–	–	–	–
Mo	1,0	0,005	20,0	–	–	–	–	0,01	7,0
Sn	10,0	–	–	0,01	20,0	0,01	2,0	0,05	4,0
W	5,0	0,01	16,0	–	–	–	–	–	–
Pb	20,0	0,01	0,5	0,01	15,0	0,01	0,3	–	–
Bi	5,0	–	–	0,005	0,1	–	–	–	–
Ag	0,3	–	–	0,001	0,5	–	–	–	–
Sb	10,0	–	–	0,005	1,5	–	–	–	–
Na	0,1	–	–	–	–	0,001	1,0	–	–

## АНАЛИЗ НЕПРОВОДЯЩИХ МАТЕРИАЛОВ

Особый интерес представляет использование анализатора при выполнении исследований и анализа таких материалов, как стекло, керамика, пластические материалы, руды, глины и др., без предварительной подготовки проб. Так, разработаны методики и проведены исследования химического состава руд из Австралии, стекла из Белоруссии, Кореи, Чехии, Нидерландов и Германии, пластика и шлаков стального литья из Чехии, глин, кирпича и керамики из России и Украины, примесей в золоте и серебре из Нидерландов и многое другое.

На рисунках 2 и 3 приведены примеры калибровочных графиков, полученных с использованием стандартных образцов состава стекол и глин. Следует обратить внимание на линейность графиков в широких диапазонах концентраций, что уменьшает необходимое количество стандартных образцов при эксплуатации прибора.

Относительная погрешность измерения концентрации химических элементов в стеклах и глинах не превышает 5%, а ОСКО (относительное среднеквадратическое отклонение) – 1%.

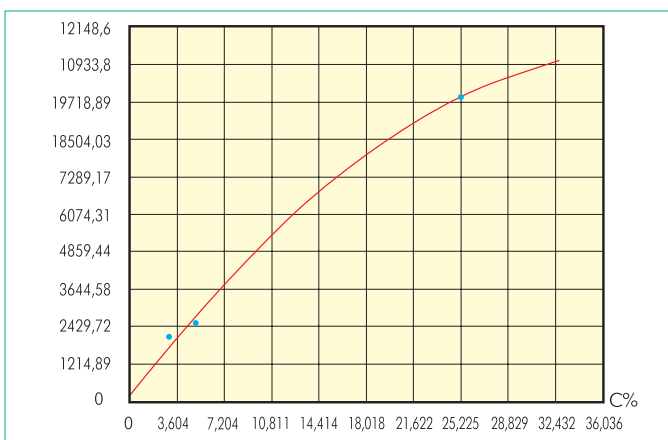


Рис. 2 Калибровочная кривая для определения V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в стекле

## АНАЛИЗ ВКЛЮЧЕНИЙ

На рис.4 представлен пример качественного анализа включений (налета) на керамических изделиях. Данные исследования были проведены на кирпичном заводе с целью изучения неизвестного технологического процесса. Наличие интенсивных линий ванадия позволило определить катализатор, содержащий ванадий, используемый для оптимизации процесса обжига кирпича. Дальнейший количественный анализ позволил повторить технологический процесс и добиться существенного повышения качества продукции.

## АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Разработаны методики выполнения измерений химического состава сплавов на железной (сталей и чугунов различных типов), медной (латуней и бронз), алюминиевой и титановой основах. Метрологические оценки разработанных методик измерений находятся в пределах требований нормативной документации (по линии ГОСТов) на соответствующие материалы.

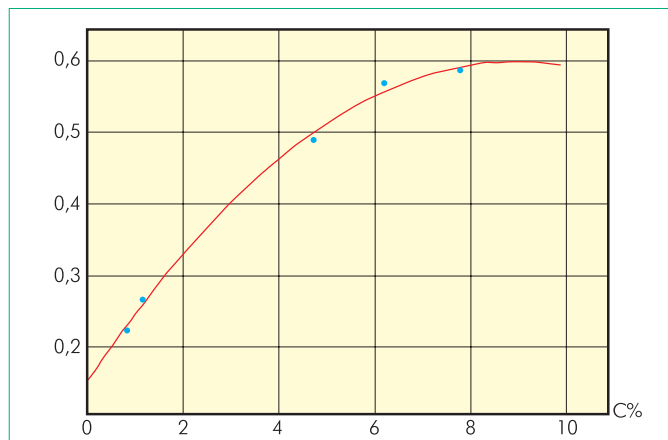


Рис. 3 Калибровочная кривая для определения Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в глине

### ОТЛИЧИЯ И ОСОБЕННОСТИ АНАЛИЗАТОРА LEA-S500

Следует отметить особенности и принципиальные отличия анализатора LEA-S500 от других существующих атомно-эмиссионных спектрометров:

- источник возбуждения спектров – двухимпульсный наносекундный лазер;
- система регистрации спектров – цифровая ПЗС-камера с разрешением 16 бит;
- анализ химического состава любых веществ и материалов (как токопроводящих, так и непроводящих) без дополнительной подготовки пробы;
- широкий диапазон (от единиц ppm до 100%) определяемых массовых долей большинства химических элементов;
- выбор и обработка любой аналитической линии;
- наблюдение на мониторе участка пробы, подвергающейся лазерному облучению;
- возможность проведения анализа в среде разряженного воздуха или аргона;
- отсутствие вспомогательного электрода;
- оригинальное ПО, обеспечивающее полную автоматизацию выполнения анализа.

Сегодня LEA-S500 успешно работает на предприятиях Белоруссии, России, Нидерландов, Чехии, Австралии. С его помощью выполняются исследования химического состава руд, стекол, пластика, шлаков, стального литья, глин, кирпича и керамики, золота, серебра и сталей, добытых и произведенных в ряде стран.

Анализаторы с лазерами в качестве источников возбуждения спектра – приборы будущего. Совершенствование техники, методов и ПО приводит к тому, что они неизбежно выходят на уровень надежных и высокочувствительных

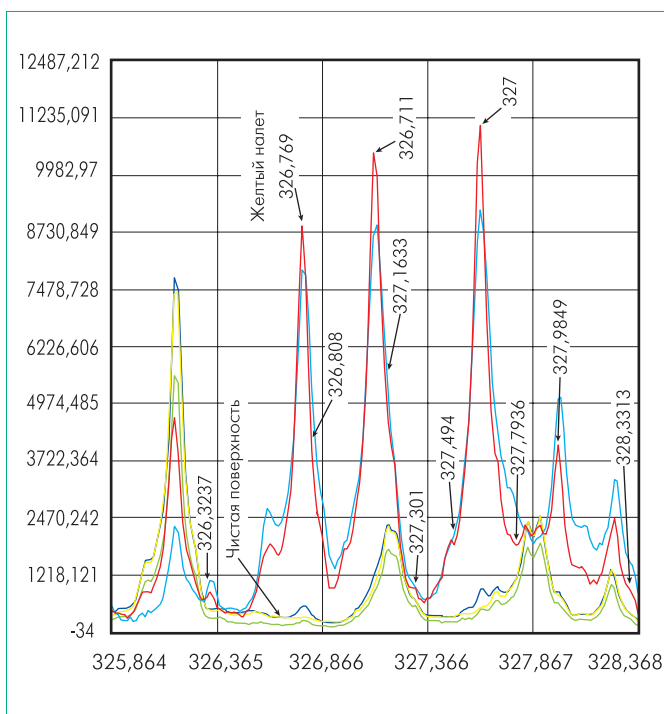


Рис.4 Наложённые спектры налета и чистой поверхности керамического изделия

приборов для решения не только исследовательских, но и производственно-технологических задач.

Лазерный атомно-эмиссионный анализатор элементного состава LEA-S500, разработанный совместным белорусско-японским предприятием "СОЛАР ТИИ", может решать весьма широкий круг производственных задач. Области его применения: черная и цветная металлургия, машиностроение, производство строительных материалов, полупроводниковая промышленность, геология и материаловедение, научные исследования разного рода и криминалистика. ○