

# Optikai emissziós analizátor kültéri használatra

Honos Péter

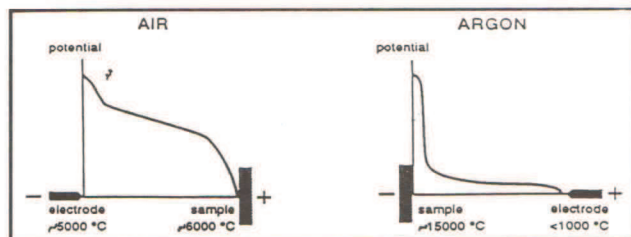
Az ív- és szikragerjesztésű optikai emissziós analizátorok fontos eszközei az alacsonyán ötvözött és szénacélokat előállító üzemeknek. A magasan ötvözött acéloknál ezeket nyomelem-analízisre használják. A főelemek analizisére a magasan ötvözött acélok gyártásánál használatuk behatárolt a korlátozott időtartamú stabilitás miatt.

Terepi használatra a mobil optikai emissziós spektrométerek már 10 éve rendelkezésre állnak. Az első berendezések a spektrumot levegő atmoszférában, ív égetésével gerjesztették. Noha az alacsony ötvözésű acélokhöz használták, ezek a spektrométerek még nem adtak helyes analízist karbonra.

A legutóbbi években a mobil berendezések új fajtáját vezették be, amelyek argon atmoszférában történő gerjesztést használnak. A megfelelő argon atmoszféra biztosításához sík felület, vagy a különböző alakú mintákhoz, adapter szükséges. A minta felületét meg is kell csiszolni, hogy tiszta és reprezentatív mintát kapjunk. Ilyen feltételek mellett az eszközök megfelelő analitikai eredményeket adnak.

## Optikai emissziós analizátorok és válogatók

A mobil optikai emissziós analizátorok két csoportra oszthatók. Azokra, amelyek argon atmoszférában gerjesztést használnak, és azokra, amelyek levegőben égetik az ívet. Ez utóbbiak, természetükből adódóan válogatók, míg a szikrakamrát argonnal átöblítők: analizátorok. A levegőben történő gerjesztéskor a katód hőmérséklete 5000°C, az anód hőmérséklete pedig 6000°C, míg az argonos változatnál a katód hőmérséklete 15 000°C, és az anódé 1000°C alatt lesz (1. ábra). Ha a mintát levegőben égetjük, a minta előállítása hatással lehet az analízisre, a hatások, valamint az elektrodáról származó magas háttér elkerülhetők, az argonöblítéssel végzett analízis során.



1. ábra Potenciáeloszlás a minta és az elektroda között levegőben és argonban

## Az ARC-MET optikai emissziós analizátor

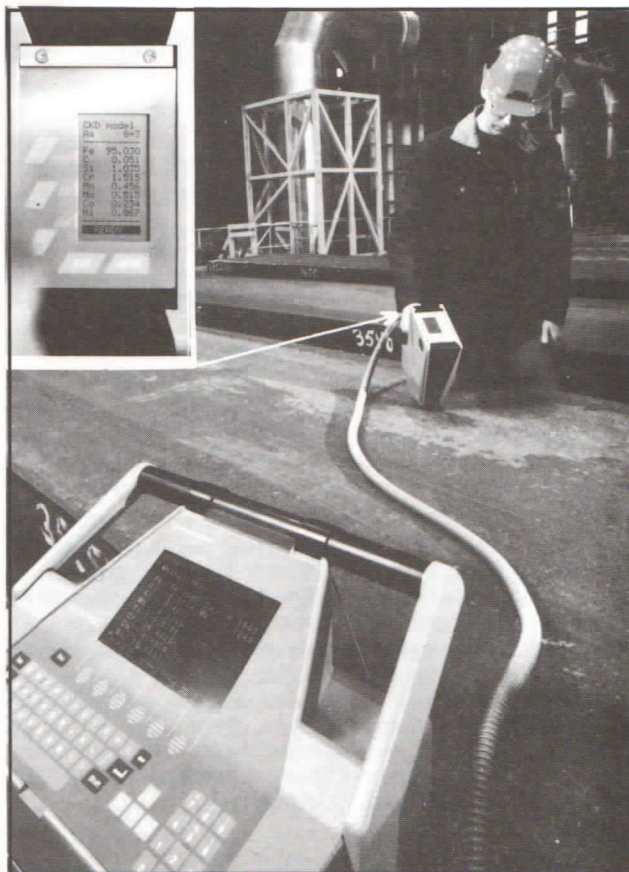
Az ARC-MET radikálisan szakít az optikai emissziós analizátorok hagyományos tervezésével. A gerjesztés argon atmoszférában történik, amely előfeltétele a jó, megbízható analitikai eredményeknek, különösen karbon esetében. A rendszer két részből áll: a mobil konzolból és a kézben tartandó szondából. A spektrográf a szondába van beépítve, míg a konzol tartalmazza a tápegységet, az adatfeldolgozó modulokat és az argon palackot (2. ábra).

Az ARC-MET a legmodernebb technológiát képviseli és olyan lehetőségeket biztosít, amely soha nem volt a mobil optikai emissziós analizátorokban. A spektrum gerjesztését teljes mértékben számítógép vezéri. Egy fotódióda-tömb a detektor, amely rögzíti a teljes spektrumot 185 és 340 nm között. Hatékony szoftver végzi az adatok csökkentését és a készülék ellenőrzését. Ezek a tulajdonságok magas fokú rugalmasságot biztosítanak a felhasználás során.

A 2048 elemű fotódióda-tömb, mint detektor lehetővé teszi a kicsiny optika szerkesztését. Az optikának a szondába történő helyezésével sikerült elkerülni az optikai vezetők használatát.

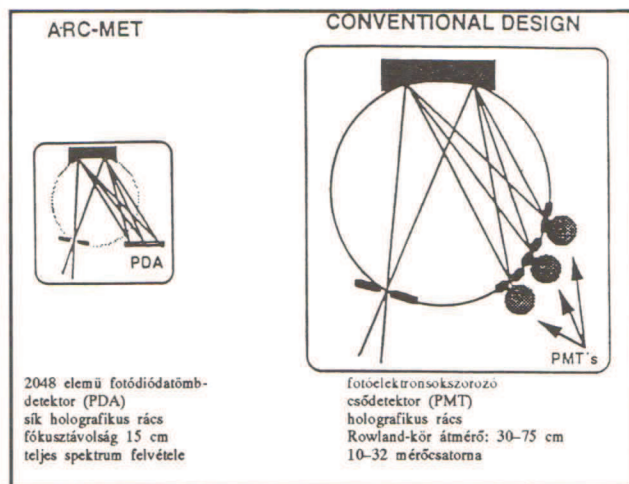
## A teljes spektrum rögzítése

A teljes spektrum mérésével lehetséges automatikusan azonosítani az ötvözet mátrixát és kiválasztani a legjobb analitikai vonalat minden egyes alkalmazásban.



2. ábra

Kiküszöbölhetők a kalibrációs egyenletekhez tartozó, az interferáló vonalak és a válogató háttér miatti korrekciók. Még az egymástól 0,4 nm-re lévő vonalak is használhatók. Például a mangán 293,3 nm-es, és a 293,0 nm-es vonala egyaránt használható vasbázisban. A vonalak minden elemre szabadon választhatók a különböző mátrixok esetében



3. ábra Alapvető különbségek az ARC-MET és a hagyományos spektrométerek között



is. A 3. ábra mutatja a különbséget a hagyományos Rowland-kör felépítésű spektrométer és a sík optikai leképezésű spektrométer között, amely a fotódiódatomb-detektorral az egész spektrumot regisztrálja.

Az 1. táblázat összegzi a különbséget a levegőn és az argonban végzett analízisek között.

1. táblázat

ARGON	LEVEGŐ
karbonelemzés a megbízható 193 nm-es vonalból	csak közelítő karbonelemzés a 387 nm-es CN sávból
alacsonyán ötvözött acélok már 0,05 % C-tartalom alapján szétválaszthatók	0,2-0,5 % különbség szükséges a szétválasztáshoz
az előégetés megolvastja és homogenizálja a mintát => megbízható analitikai eredmények	az előégetés nem tudja homogenizálni a mintát => a gyártási művelet minősége tükröződik az analitikai eredményekben
a zárványoknak nincs hatása az analízisre	a zárványok hatással vannak az analízisre
csak a minta párolog => nincs az elektrodáról származó háttér	a minta is, az elektroda is párolog => magas háttér az elektrodáról
nincs oxidképződés	oxidok képződnek => ez jelentősen befolyásolja az analízist
sík, csiszolt mintafelület szükséges	a minta felületének tisztítása szükséges

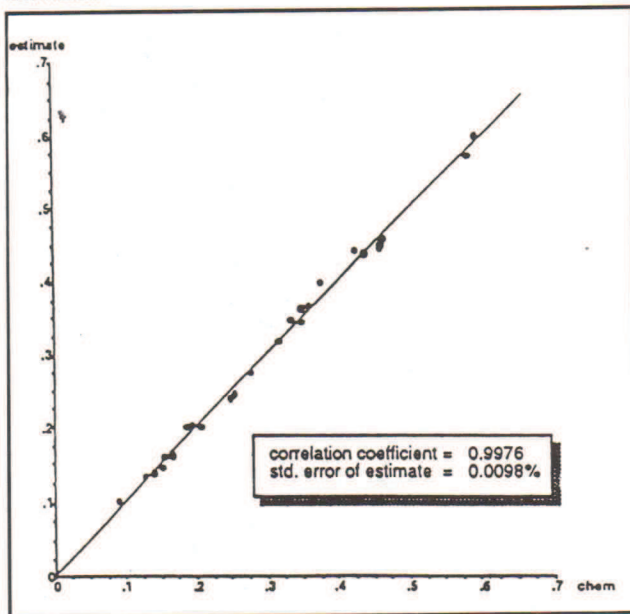
## Acélminták elemzések ARC-MET-tel

A konstrukciónak, a mobilitásnak, a könnyű kezelhetőségnek és a pontosságnak köszönhetően, az ARC-MET különösen alkalmas ötvözetlen és alacsonyán ötvözött acélok, szerszám- és rozsdamentes acélok helyszíni elemzésére.

Az ARC-MET-tel elemezhető jellemző elemek acélmintákban: Fe, C, Mn, Cr, Ni, Co, Cu, W, Mo, V, Nb, Ti, Al, Si, As, Se, Pb. A mérési idő általában 10-15 s. Az analízis előégetésből és főégetésből áll; az előző a minta megolvastására és homogenizálására, az utóbbi az aktuális spektrum felvételére. Az acélminták azonosítása néhány s alatt elvégezhető, a magas kéntartalmú minták (0,1 %) elemzése azonban hosszabb mérési időt igényelnek.

## Alacsonyán ötvözött acélok

A II. táblázat alacsonyán ötvözött acélokra végzett hitelesítés eredményeit mutatja be. A hitelesítést Brammer standardokkal végezték, a teljes mérési idő 14 s. Karbonra a hitelesítő egyenest a 4. ábra szemlélteti.



4. ábra Az ARC-MET karbonelemzés hitelesítő egyenese alacsonyán ötvözött acélokra

II. táblázat: ARC-MET hitelesítés alacsonyán ötvözött acélokra

*	C (%)	Si (%)	Mn (%)	Cr (%)	Cr2 (%)	Mo (%)
R	0.998	0.997	0.998	>0.999	0.997	0.998
s (total)	0.018	0,044	0.032	0.010	0.118	0.023
s' (total)	4.4	9.7	4.4	2.1	5.4	8.0
Concentr						
max	1.07	2.20	2.08	0.99	5.15	1.24
min	0.00	0.01	0.025	0.01	0.93	0.005
mean	0,41	0.46	0.73	0.49	2.20	0.29
n	22	22	22	12	10	22

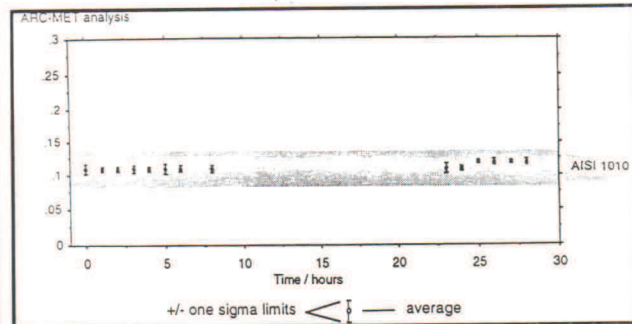
  

*	Ni(%)	Ni2(%)	V(%)	Cu(%)	W(%)	Al(%)
R	0.997	0.993	0.999	0.990	0.998	0.993
s (total)	0.028	0.12	0.01	0.01	0.008	0.028
s' (total)	11.	4.4	9.4	8.5	17.	44.
Concentr						
max	1.45	3.87	0.94	0.22	0.49	1.08
min	0.025	1.71	0.0	0.02	0.0	0.0
mean	0.25	2.69	0.10	0.11	0.045	0.06
n	16	6	21	21	22	22

\* R = a korrelációs együttható, s(total) = a becslés hibája és s'(total) a relatív hibája, max., min., mean = a hiteles mintákban az elemek koncentrációinak max.-a, min.-a és átlaga, n = a hiteles minták száma. A Cr és Ni hitelesítést két különböző koncentráció tartományban végezték.

## Ismételhetőség az alacsony ötvözöttségű acéloknál

Az ARC-MET ismétlődőképességét, két Brammer standard mintával tesztelték az eredményeket a III. táblázat mutatja. A karbonelemzés hosszú időtartamú stabilitását az 5. ábra meggyőzően mutatja.



5. ábra Karbonelemzés hosszú időtartamú stabilitása

III. táblázat: Az ismétlődőség vizsgálata két Brammer standard mintával

	BS 43A		BS 51E	
	Average*	Std.dev**	Average*	Std.dev**
C	0.53	0.112	0.19	0.0050
Si	0.27	0.0039	0.26	0.0090
Mn	0.71	0.0069	0.54	0.0094
Cr	0.95	0.0051	0.12	0.0008
Mo	0.05	0.0011	0.22	0.0043
Ni	0.18	0.0023	1.68	0.043
Al	0.004	0.0014	0.02	0.0019
V	0.13	0.0029	0.006	0.0012
Cu	0.16	0.0023	0.19	0.0062
W	0.000	0.0006	0.000	0.0019

Az átlag (\*) és standard deviáció (\*\*) tíz egymástáni mérés eredménye.

## Következtetés

Mind az XRF, mind az optikai emissziós analizátorok kiváló eszközök az acél elemzésére és azonosítására. Ez a két módszer egymás kiegészítője. Az acélmintákban levő elemek koncentráció tartománya jól lefedhető ezekkel az eszközökkel.

Az X-MET hordozható, roncsolásmentes, és könnyű adaptálni különböző alakú, és méretű mintákhoz. (Anyagvizsgálók Lapja 3/1991 p. 95.) Az ARC-MET nélkülözhetetlen eszköze az alacsonyán ötvözött és az ötvözetlen acélok helyszíni elemzésének, mivel egyedülálló a stabilitása a karbonelemzésben, könnyen kezelhető, valamint mobil.

921 023 035

Az X-MET és az ARC-MET analizátorokat forgalmazó Outokumpu Electronics magyarországi képviselője a METEX HUNGÁRIA KFT. Tel.: 166-7701 Fax: 166-7987