

Application Note

Анализ чугунов с использованием оптического эмиссионного спектрометра Shimadzu модели PDA-7000



Представлен анализ низко- и высоколегированных чугунов методом оптической эмиссионной спектрометрии. Чугуны классифицируются согласно их механическим свойствам. Такие свойства чугунов, как хорошая ковкость, твердость, износостойкость и т.д., объясняют их широкое применение. Во многих случаях специальные механические свойства не могут быть достигнуты без тщательного контроля химического состава чугуна. Добавление одного или более легирующих элементов модифицирует и оптимизирует свойства чугуна для конкретного применения.

Чугуны содержат более 2% углерода и называются в соответствии с их структурой следующим образом:

- **Белые чугуны** – чугуны с цементитной структурой.
- **Серые чугуны** – чугуны со слоистой структурой.
- **Шаровидные чугуны** – чугуны с шаровидной структурой.
- **Высоколегированные чугуны** – чугуны с аустенитной структурой.

Два основных фактора оказывают прямое влияние на структуру:

1. Скорость охлаждения расплава металла Быстрая скорость способствует образованию белой структуры, медленная скорость - осаждению графита.
2. Химический состав Углерод, кремний, марганец, фосфор и сера – наиболее важные в этом смысле легирующие элементы.
 - Кремний способствует осаждению графита
 - Марганец препятствует осаждению графита
 - Сера ухудшает механические свойства и способствует трещинообразованию
 - Фосфор увеличивает текучесть расплава. Фосфор – нежелательный элемент при производстве чугуна с шаровидным графитом. Содержание фосфора выше 0.15% ухудшает прочность на разрыв и некоторые другие характеристики, поэтому концентрация фосфора удерживается на уровне ниже 0.08 %, а в случае материала с повышенной ударной вязкостью – ниже 0.05%.

Чугуны классифицируют как нелегированные, когда содержание таких элементов, как Ni, Mo, Si, Cr, Mn и V ниже концентраций, приведенных в таблице:

Никель 0.80 %	Молибден 0.12 %	Кремний 2.0 %
Хром 0.60 %	Марганец 1.50 %	Ванадий 0.2 %

Другие легирующие элементы, как магний, медь, титан, алюминий, олово, ниобий, бор, вместе с сопутствующими элементами усиливают коррозионную устойчивость или улучшают механические свойства.

Шаровидный чугун

Добавление магния от 0.1 % до 0.15 % способствует образованию чугуна с шаровидной структурой. Около 50% этого количества выгорает во время процесса модифицирования.

Таким образом, во время плавки концентрация магния в расплаве продолжает снижаться. Настоятельно рекомендуется избегать во время этого процесса снижения концентрации магния до уровня 0.03 %. Содержание магния в 0.03% и менее в жидком металле препятствует образованию графита шаровидной структуры. Таким образом, для производства шаровидного чугуна необходим контроль содержания магния.

Высоколегированный чугун

Большие количества хрома или никеля обеспечивают стабильную аустенитную структуру. Углерод в высоколегированном чугуне может иметь в зависимости от химического состава слоистую или шаровидную структуру. Характерное применение легированного хромом белого чугуна – производство шаров, используемых для измельчения при добыче руд. “Никеле-стойкие сплавы” могут содержать до 36% никеля. Этот тип чугуна температурно- и коррозионноустойчивый и используется, например, как немагнитный материал в судостроении.

Несмотря на то, что чугуны используются за их физические свойства, необходимо также оценивать их химический состав. Наряду с результатами механических испытаний химический состав часто является важным фактором для определения пригодности материала для конкретной области применения. Искровая эмиссионная спектрометрия – наиболее популярный метод определения химического состава металлов, метод, обеспечивающий как быстрый, так и надежный анализ.

Аппаратура

Анализатор металлов PDA-7000 – высокоэффективный оптико-эмиссионный спектрометр с явным преимуществом одновременного многоэлементного определения. Спектрометр PDA-7000 со встроенным продуваемым аргоном искровым штативом и высокопроизводительным искровым источником был разработан для точного количественного анализа низко- и высоколегированных чугунов. Одновременный анализ до 32 элементов, включая микропримеси и газы выполняется за 11 секунд. Оборудованный спектрометром с фокусным расстоянием 600 мм, PDA-7000 имеет до 64 каналов. Анализ распределения импульсов (PDA) и спектроскопия с временным распределением (TRS) объединены в цикле измерения. Сочетание данных двух методов улучшает аналитическую точность при определении микроследов элементов, таких как Al, S, Pb, B, Ca, способных образовывать осадки в материалах. Улучшение точности, пределов обнаружения, воспроизводимости, возможность ввода больших образцов логично приводит к еще большей продуктивности метода.

Образцы и пробоподготовка

Для анализа плавки необходимо, чтобы малое количество расплава было взято из ванны с расплавленным металлом и вылито в медную изложницу. Медная изложница гарантирует высокую скорость охлаждения, необходимую для получения гомогенных образцов. Гомогенность образцов – основное требование для избежания ошибок во время анализа с помощью оптико-эмиссионного оборудования. Быстрое охлаждение в специальной форме препятствует образованию осадков и разделению фаз. Образец с белой кристаллической микроструктурой и хорошей гомогенностью (мелкозернистая и гомогенная кристаллическая структура) обеспечивает хорошую воспроизводимость и точность анализа.

Аргон

Чистота аргона: 99.999 % (рекомендуется)

Кислород: < 2 ppm

H₂O: < 3 ppm (точка росы < -70°C)

Азот: < 10 ppm

Для определения азота, аргон должен содержать менее 3 ppm азота.

По желанию заказчика Shimadzu может поставить очистители аргона.

Аналитические данные / Точность

В следующей таблице приведены данные по точности при анализе чугунов. Данные определены с помощью соответствующих стандартных образцов. Эти образцы покрывают диапазоны всех концентраций интересующих элементов в чугунах.

Элемент	Предел обнаружения ppm 3 sigma	Диапазон концентраций заводских калибровок %	Содержание	Точность
			%	±% 1 sigma
Al	2	0.001 -- 0.5	0.005	0.00012
			0.01	0.00017
			0.1	0.0011
As	4.5	0.0015 -- 0.1	0.01	0.00023
			0.05	0.00055
B	0.3	0.0002 -- 0.1	0.001	0.00002
			0.01	0.0001
C	2.4	1.7 -- 4.5	2.0	0.012
			3.5	0.021
			4.0	0.024
Ca	<1	0.0003 -- 0.01	0.001	0.00006
			0.01	0.0005
Ce	4.5	0.003 -- 0.1	0.01	0.00045
			0.05	0.0017
Co	2.4	0.001 -- 0.3	0.01	0.00014
			0.05	0.00038
			0.1	0.00068
Cr	4.5	0.0015 -- 36.0	0.01	0.0002
			0.05	0.0004
			0.5	0.0023
			1.0	0.003
			5.0	0.009
			10.0	0.017
			20.0	0.032
			30.0	0.047
Cu	0.9	0.0005 -- 10.0	0.01	0.00009
			0.05	0.00033
			0.5	0.0027
			1.0	0.0052
			3.0	0.015
			5.0	0.025
Mg	2.4	0.001 -- 0.3	0.005	0.00023
			0.01	0.00038
			0.1	0.003
Mn	1.5	0.001 -- 6.0	0.01	0.00009
			0.05	0.00025
			0.5	0.0021
			1.0	0.004
			2.0	0.007
			5.0	0.016

Элемент	Предел обнаружения ppm 3 sigma	Диапазон концентраций заводских калибровок %	Содержание %	Точность ±% 1 sigma
Mo	3	0.001 -- 5.0	0.01 0.05 0.5 1.0 3.0	0.00017 0.00045 0.0025 0.0045 0.013
N	3	0.003 -- 0.01	0.003 0.005 0.01	0.00022 0.00023 0.00025
Nb	2	0.0015 -- 0.3	0.01 0.05 0.1	0.00022 0.00082 0.0016
Ni	4.5	0.001 -- 40.0	0.01 0.05 0.5 1.0 5.0 10.0 20.0 30.0	0.0002 0.00038 0.0024 0.004 0.016 0.03 0.06 0.09
P	0.9	0.001 -- 1.5	0.005 0.01 0.05 0.1	0.00008 0.00012 0.00048 0.00093
Pb	2	0.002 -- 0.1	0.01 0.05 0.1	0.00042 0.0018 0.0036
S	0.6	0.0006 -- 0.2	0.005 0.01 0.05 0.1	0.00014 0.00026 0.0012 0.024
Sb	9	0.0025 -- 0.2	0.01 0.05 0.1	0.0005 0.0013 0.0023
Si	4	0.1 -- 5.0	0.01 0.05 0.5 1.0 2.0 3.0	0.00018 0.00036 0.0024 0.0046 0.009 0.014
Sn	2	0.001 -- 0.5	0.01 0.05 0.1	0.00014 0.00042 0.00077

Элемент	Предел обнаружения ppm 3 sigma	Диапазон концентраций заводских калибровок %	Содержание %	Точность ±% 1 sigma
Ti	0.9	0.0002 -- 0.35	0.01 0.05 0.1	0.00033 0.0015 0.002
V	1.8	0.001 -- 0.5	0.01 0.05 0.1 0.5	0.00012 0.00036 0.00066 0.003
W	9	0.003 -- 0.2	0.01 0.05 0.1	0.00036 0.0006 0.0009
Zn	0.6	0.0015 -- 0.1	0.005 0.01	0.00007 0.00012
Zr	3	0.001 -- 0.1	0.01 0.05 0.1	0.0003 0.001 0.002

Пределы обнаружения

Предел обнаружения определен как трехкратное стандартное отклонение (σ), рассчитанное из фона, в единицах ppm (частей на миллион). Приведенные значения справедливы для низко- и высоколегированных чугунов.

Точность

Точность определена как стандартное отклонение по 10 измерениям. Точность связана с распределением элементов в образцах.

Калибровка

Могут быть проведены заводские калибровки на низко- и высоколегированные чугуны. Заводские калибровки выполняются на сертифицированных стандартных образцах (ISO 9000), и обеспечивают высокую точность анализа. Заранее установленная заводская калибровка гарантирует пользователю немедленный ввод в эксплуатацию спектрометра для контроля качества продукции непосредственно сразу после инсталляции оборудования. Для более детальной информации обращайтесь, пожалуйста, в региональный офис Shimadzu или к дилеру.