



Application Note

Анализ высоколегированных сталей с использованием оптико-эмиссионного спектрометра модели PDA-7000 фирмы Shimadzu

C112-0512

Эмиссионная спектрометрия – основной метод определения химического состава высоколегированных сталей. Термин *высоколегированные стали* обычно используется для *нержавеющих сталей, быстрорежущих сталей и высокомарганцовистых сталей* и предопределяется их химическим составом. Такие характерные свойства высоколегированных сталей, как высокая пластичность (эластичная и пластичная деформация), высокая тепло- и электропроводимость, химическая стойкость и особые магнитные свойства служат причиной широкого применения таких сталей. Однако в целом ряде случаев специальные свойства сталей не могут быть выявлены без высокоточного контроля их химического состава. Добавление одного или более элементов позволяет модифицировать и оптимизировать свойства стали для конкретной цели.

- **Нержавеющие стали**

Стали с содержанием хрома более 12% носят название Нержавеющие стали. Нержавеющие стали делятся на две основные группы, хромовые и хромоникелевые стали. Хромовые стали имеют ферритовую структуру с содержанием хрома в диапазоне от 6 до 28%. Добавление молибдена, никеля, кремния, ниобия, ванадия, титана или алюминия стабилизирует ферритовую структуру и улучшает некоторые специальные свойства. Такие стали обычно используют в нефтехимической промышленности в производстве лопастей турбин, хирургических инструментов и т.д. Примерный химический состав такой стали приведен в нижеприведенной таблице.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0.22	0.59	0.74	0.014	0.012	16.50	1.10
%	%	%	%	%	%	%
Ni	V	Al	Nb	Cu	Ti	N
0.21	0.015	0.026	0.062	0.053	0.063	0.085
%	%	%	%	%	%	%

Хромо-никелевые стали имеют аустенитную структуру. Основной тип такой стали – сталь CrNi 18 10, содержащая 18% хрома и 10% никеля. Повышение содержания молибдена или меди улучшает ее нержавеющие и кислотоустойчивые свойства. Другие легирующие добавки – это обычно марганец, титан, кремний и ниобий, содержание углерода при этом обычно не выше 0.1%. Некоторые применяемые для специальных целей хромо-никелевые стали во избежание межкристалльной коррозии содержат менее 0.03% углерода. Другим способом противодействия межкристалльной коррозии является повышение содержания в стали титана или ниобия. В хромо-никелевых сталях в качестве легирующего компонента может быть использован азот. Азот увеличивает силу твердого раствора аустенитной структуры.

Содержание азота может достигать 0.2%. Обычно такие стали используются для изготовления ножевых товаров, болтов, валов, осей, а также в химической и пищевой промышленности. Примерный химический состав такой стали приведен в нижеследующей таблице.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0.01 %	0.35 %	1.5 %	0.015 %	0.008 %	17.85 %	2.3 %
Ni	Ti	Nb	Cu	N	Al	V
12.50 %	0.50 %	0.005 %	0.015 %	0.035 %	0.022 %	0.015 %

- Быстрорежущие стали

Быстрорежущие стали представляют собой сплавы сложного состава. Основные компоненты таких сталей – углерод, вольфрам, молибден, хром, кобальт и ванадий, иногда алюминий, ниобий и титан. Образование карбидов вольфрама, ванадия и хрома во время затвердевания придает этим сталям сверхтвердость. Такие стали применяют для обработки, резки разных материалов. Состав характерной быстрорежущей стали приведен в нижеследующей таблице.

C	Si	Mn	P	S	Co
1.12 %	0.154 %	0.265 %	0.023 %	0.012 %	4.97 %
Cr	Mo	V	W	Ni	Al
4.02 %	3.85 %	1.82 %	6.85 %	0.143 %	0.006 %

- Марганцовистые Стали

Марганцовистые стали подобны углеродистым, но содержат большое количество марганца (от 10 до 20% марганца и от 0.3 до 1.3% углерода). Марганцовистые стали немагнитные при условии что материал имеет стабильную аустенитную структуру (около 18 % марганца). Легирование хромом, никелем, молибденом и азотом в различных комбинациях оптимизирует строго определенные свойства сплавов. Марганцовистые стали используют для изготовления цепей, звеньев цепей, прессов или структурных компонентов в кораблестроении, машиностроении и т.д. В нижеследующей таблице приведен типичный химический состав марганцовистой стали.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0.355 %	0.224 %	18.25 %	макс. 0.043%	макс. 0.012%	1.37 %	0.522 %
Ni	V	Nb	Al	N	Cu	Sn
0.065 %	0.016 %	0.052 %	0.052 %	0.095 %	0.135 %	0.007 %

Несмотря на то, что высоколегированные стали используют за их физические свойства, необходимо оценивать их химический состав. Поэтому наряду с механическими испытаниями определение химического состава часто является важным фактором при определении пригодности материала для конкретного применения. Искровая эмиссионная спектрометрия – наиболее популярный метод

определения химического состава металлов. Данный метод обеспечивает очень быстрый и надежный анализ.

Аппаратура

Анализатор металлов PDA-7000 – высокоэффективный оптико-эмиссионный спектрометр. Одним из основных преимуществ является одновременное определение большого количества элементов. Спектрометр PDA-7000 со встроенным продуваемым аргоном искровым штативом и высокопроизводительным искровым источником применяется для точного количественного анализа низко- и высоколегированных сталей. Одновременный анализ до 64 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, способных образовывать осадки в сталях (например, Al, S, Pb, В, Са). Улучшение точности, пределов обнаружения, воспроизводимости, возможность ввода больших образцов выражается в большей продуктивности метода.

Образцы и пробоподготовка

Образцы могут отбираться от расплавов, листов, полупродуктов, конечных продуктов. Получение образцов для анализа плавки требует того, чтобы малое количество расплава было взято из ванны с расплавленным металлом с использованием тестовой ложки и вылито в медную изложницу. Медная изложница гарантирует высокую скорость охлаждения для получения однородных образцов. Однородные образцы – основное требование для избежания ошибок во время анализа с помощью оптико-эмиссионного оборудования. Быстрое охлаждение в специальной форме предупреждает образование осадка и разделение фаз. Образец с белой кристаллической микроструктурой и хорошей однородностью (мелкозернистая и однородная кристаллическая структура) обеспечивает хорошую воспроизводимость и точность анализа. Для проведения анализа искровой эмиссионной спектрометрией поверхность готовят соответствующим образом. Лишние части отлитого образца срезают с помощью резака.

Аргон

Аргон должен иметь чистоту 99.999 % с содержанием кислорода менее 2 ppm, воды менее 3 ppm (точка росы < -70°C) и азота менее 10 ppm. В случае определения азота, его содержание в аргоне должно быть ниже 3 ppm. Shimadzu может поставить очистители аргона для улучшения степени чистоты.

Аналитические данные/ Точность

Данные по анализу высоколегированных сталей приведены ниже. Данные по точности оценены с помощью соответствующих стандартных образцов. Эти образцы перекрывают по содержанию элементов все виды высоколегированных сталей.

Элемент	Предел обнаружения ppm 3 sigma	Диапазон концентраций заводских калибровок %	Содержание %	Точность ±% 1 sigma
Al	2	0.001 -- 0.1	0.005 0.01 0.1	0.00012 0.00017 0.0011
As	4.5	0.0015 -- 0.1	0.01 0.05	0.00023 0.00055
B	0.3	0.0002 – 0.015	0.001 0.01	0.00002 0.0001
C	2.4	0.003 -- 2.0	0.01 0.05 0.5 1.0 2.0	0.00016 0.0005 0.0032 0.006 0.012
Ca	0.3	0.0005 -- 0.01	0.001 0.01	0.00006 0.00046
Co	2.4	0.0015 -- 10.0	0.01 0.05 0.5 1.0 5.0 10.0	0.00014 0.00038 0.003 0.006 0.03 0.06
Cr	4.5	0.003 -- 28.0	0.01 0.05 0.5 1.0 5.0 10.0 20.0 30.0	0.0002 0.0004 0.0023 0.003 0.009 0.017 0.032 0.047
Cu	0.9	0.0006 -- 3.5	0.01 0.05 0.5 1.0 3.0	0.00009 0.00033 0.0027 0.0052 0.015
Mn	1.5	0.003 -- 22.0	0.01 0.05 0.5 1.0 5.0 10.0 20.0	0.00009 0.00025 0.002 0.004 0.0016 0.03 0.06
Mo	3	0.003 -- 10.0	0.01 0.05 0.5 1.0 5.0 10.0	0.00017 0.00045 0.0025 0.0045 0.02 0.04

Элемент	Пределы обнаружения ppm 3 sigma	Диапазон концентраций заводских калибровок %	Содержание %	Точность $\pm\% 1 \text{ sigma}$
N	3	0.005 -- 0.2	0.005	0.00023
Nb	2	0.003 -- 2.0	0.01	0.00022
			0.05	0.00082
			0.1	0.0016
			0.5	0.0076
			1.0	0.015
			2.0	0.03
Ni	4.5	0.003 -- 40.0	0.01	0.0002
			0.05	0.00038
			0.5	0.0024
			1.0	0.004
			5.0	0.016
			10.0	0.03
			20.0	0.06
			30.0	0.09
P	0.9	0.0015 -- 0.1	0.005	0.00008
			0.01	0.00012
Pb	2	0.002 -- 0.05	0.01	0.00042
			0.05	0.0018
S	0.6	0.0006 -- 0.06	0.005	0.00014
			0.01	0.00026
			0.05	0.0012
Si	4	0.003 -- 1.5	0.01	0.00018
			0.05	0.00036
			0.5	0.0024
			1.0	0.0046
Sn	2	0.0015 -- 0.1	0.01	0.00014
			0.05	0.00042
			0.1	0.00077
Ti	0.9	0.0005 -- 2.0	0.01	0.0003
			0.1	0.002
			0.5	0.006
V	1.8	0.001 -- 4.5	0.01	0.00012
			0.05	0.00036
			0.5	0.003
			1.0	0.006
			5.0	0.03
W	9	0.005 -- 22.0	0.05	0.0006
			0.1	0.0009
			0.5	0.0033
			1.0	0.0063
			5.0	0.03
			10.0	0.06
			20.0	0.12
Zr	3	0.003 -- 0.1	0.01	0.0003
			0.05	0.001
			0.1	0.002

Пределы обнаружения

Предел обнаружения определен как утроенное значение стандартного отклонения (σ), рассчитанное из фона, выраженное в частях на миллион (ppm). Значения справедливы для высоколегированных сталей.

Точность

Точность определена как стандартное отклонение по результатам 10 параллельных измерений. Точность имеет отношение к распределению элементов в образцах.

Калибровка

Могут быть проведены заводские калибровки спектрометра Shimadzu на высоколегированные стали. Заводские калибровки проводятся на сертифицированных образцах сравнения (ISO 9000) и обеспечивают высокую точность. Заводская калибровка обеспечивает более быстрое время инсталляции прибора, в результате чего спектрометр готов для контроля продукции сразу же после инсталляции. Для более детальной информации просьба контактировать с офисом Shimadzu или дилером.