

# Application Note



## Анализ сталей и сплавов на ICPE-9000

Стали и сплавы относятся к группе материалов, используемых во всех отраслях народного хозяйства — от промышленных материалов до товаров ежедневного спроса. Существует большое количество различных сортов сталей и сплавов со специфическими характеристиками, такими как жаропрочность или сопротивляемость коррозии и т.д. В связи с этим требуется постоянный мониторинг производственного процесса и контроль качества продукции, поскольку технические характеристики непосредственно зависят от типа и количества компонентов, входящих в её состав. Диапазон концентраций входящих в состав компонентов существенно различается от уровня ppm до десятков процентов, таким образом, анализ компонентного состава требует инструмента, который помимо чувствительности, обладает широким динамическим диапазоном измерений.

В этой работе представлены результаты измерений стандартов сталей на эмиссионном спектрометре ICPE-9000 параллельного действия производства компании Shimadzu. ICPE-9000 является ИСП-ОЭС параллельного типа с полупроводниковым CCD-детектором. Оптический эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой ICPE-9000 с аксиальным и радиальным обзором обеспечивает одновременный анализ от микроэлементов, таких как фосфор и сера, до высоких содержаний никеля и хрома в нержавеющей сталях одновременно. Более того, такие сильно различающиеся по содержаниям, стали, как низколегированные и нержавеющей, могут быть проанализированы в одном потоке.

### ■ Настройки прибора

Спектрометр	ICPE-9000
Мощность RF	1.2 (кВА)
Плазмообразующий поток	14 (л/мин)
Вспомогательный поток	1.2 (л/мин)
Несущий поток	0.70 (л/мин)
Система ввода пробы	Коаксиальный распылитель
Распыление пробы	1.0 (мл/мин)
Распылительная камера	Циклонного типа
Плазменная горелка	Горелка для образцов с высоким содержанием солей
Направление обзора	Аксиальное/Радиальное

### ■ Образцы

Использованные материалы сертифицированы Японской Федерацией Сталеваров.

- JSS154-12 (низколегированная сталь)
- JSS650-5 (SUS430, ферритовая нержавеющая сталь)
- JSS651-12 (SUS304, специальная нержавеющая сталь)

### ■ Подготовка пробы

- (1) Взвесьте 1 грамм пробы в мерный стакан, добавьте 10 мл  $\text{HNO}_3$  и 30 мл  $\text{HCl}$  и нагревайте до растворения.
- (2) Отфильтруйте раствор.
- (3) Нерастворимый осадок озолите, затем сплавьте его с 2 граммами смеси ( $\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{Na}_2\text{BO}_4=2:1$ ). Растворите сплав в небольшом количестве воды и 5 мл 6M  $\text{HCl}$ .
- (4) Слейте вместе растворы полученные на стадии (2) и (3), добавьте 30 мл 5.4 вес.% винной кислоты, добавьте 2 мл 10 мг/мл иттрия, доведите раствор до 200 мл и проанализируйте полученный раствор.

\*Технология подготовки пробы и стандартные образцы предоставлены

лабораторией по изучению сталей компании JFE.

#### ■ Растворы стандартных образцов для проведения калибровки

Растворите образец железа (чистотой 99.99 % и выше, губчатое железо) так же, как и образцы и используйте в качестве основы. Затем, последовательно добавьте стандартный раствор анализируемых элементов.

#### ■ Анализ

Количественные значения получены методом калибровочных зависимостей с использованием иттрия в качестве внутреннего стандарта.

Для сертификации, элементы, значения которых не совпали со стандартными значениями, были параллельно измерены на спектрометре высокого разрешения ICPS-8100 последовательного типа.

#### ■ Результаты

В таблице 1 показаны результаты анализа и пределы обнаружения.

Для всех элементов результаты анализа совпадают с сертифицированными значениями или с результатами, полученными на ICPS-8100.

**Таблица 1. Результаты измерения стандартных образцов чугуна и стали (%)**

Стандарт		JSS154-12			JSS650-5			JSS651-12		
Элемент	ПД	Измеренное значение	CO	Аттестованное значение	Измеренное значение	CO	Аттестованное значение	Измеренное значение	CO	Аттестованное значение
Si	0.0002	0.628	0.002	0.61	0.324	0.001	0.32	0.668	0.003	0.69
Mn	0.00001	1.157	0.002	1.16	0.441	0.001	0.44	1.320	0.002	1.33
P	0.001	0.004	0.001	0.0039	0.023	0.001	0.024	0.026	0.001	0.026
S*	0.001	0.006	0.0002	0.004 (0.006)	0.003	0.0002	0.0035	0.009	0.0003	0.0052 (0.009)
Cu	0.00005	0.205	0.001	0.20	0.0265	0.0001	0.026	0.0785	0.0003	0.076
Ni	0.0001	0.514	0.0006	0.51	0.206	0.0003	0.21	9.02	0.01	9.03
Cr	0.0001	1.93	0.008	1.93	16.3	0.04	16.18	18.3	0.04	18.26
Mo	0.0001	0.383	0.0005	0.38	0.0074	0.00006	0.008	0.056	0.0002	0.054
Ti	0.00001	0.0002	0.00001	(0.0002)	HO		(HO)	0.00114	0.00001	(0.00124)
V	0.00002	0.304	0.0004	0.30	0.0294	0.00005	(0.0302)	0.0677	0.0001	(0.0690)
Nb	0.00005	0.0006	0.00002	(0.0004)	0.0012	0.00004	(0.0016)	0.0030	0.0001	(0.0033)
Al	0.0001	0.0012	0.0001	0.001	0.0044	0.0001	0.005	0.0013	0.0001	0.003 (0.001)
Co	0.00005	0.0038	0.00003	(0.0034)	0.0337	0.0001	(0.032)	0.215	0.0003	0.22
As	0.0004	0.002	0.0003	(0.001)	0.006	0.0003	(0.005)	0.004	0.0003	(0.003)
Sn	0.0001	0.001	0.0001	(0.001)	0.003	0.0002	(0.002)	0.004	0.0002	(0.003)
Ce	0.00004	HO	—	(HO)	HO	—	(HO)	HO	—	(HO)
La	0.00001	HO	—	(HO)	HO	—	(HO)	HO	—	(HO)
Pb	0.0005	HO	—	(HO)	HO	—	(HO)	HO	—	(HO)
Sb	0.0007	HO	—	(HO)	HO	—	(HO)	HO	—	(HO)
Zn	0.00006	HO	—	(0.0001)	0.001	0.0001	(0.001)	0.001	0.0001	(0.001)
Zr	0.00003	0.0001	0.00002	(0.0001)	0.0002	0.00002	(0.0001)	HO		(HO)

ПД: Пределы детектирования (3s) получены по значению стандартного отклонения N=10 параллельных измерений с использованием калибровочной зависимости.

CO : Стандартное отклонение относительно N=10 параллельных измерений

HO : Не обнаружено

( ) : Результаты полученные на ICPS-81

S\* : Поскольку подготовка пробы не рассчитана на определение серы, в таблице приведено аттестованное значение по которому проводилось определение.