

УДК 543.42.

КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ПРОДУКЦИИ ОАО «УРАЛРЕДМЕТ» НА СПЕКТРОМЕТРЕ CIROS^{CCD} ФИРМЫ SPECTRO

А.В.Антонов, О.В.Ловыгина, А.Н.Рылов, П.К.Спицын
ОАО «Уралредмет»
624092, Верхняя Пышма Свердловской обл., Петрова, 52
urmet@vpcit.ru

Приведена краткая информация о внедрении на предприятии спектрометра с ICP-плазмой CIROS^{CCD} фирмы SPECTRO и проводимых аналитических определениях в ряде продукции предприятия.

Антонов Аркадий Владимирович - начальник ИЦЗЛ, кандидат химических наук.

Область научных интересов: использование методов аналитической химии в количественном химическом анализе.

Автор 30 печатных работ, 8 авторских свидетельств.

Ловыгина Ольга Владимировна - начальник группы атомно-эмиссионных методов с ICP-плазмой.

Рылов Александр Николаевич - начальник производственно-технического отдела.

Область научных интересов: металлургические способы получения чистых тугоплавких металлов и их соединения.

Автор 7 печатных работ и 18 изобретений.

Спицын Павел Капитонович - зам. начальника ИЦЗЛ, доктор химических наук, член Нью-Йоркской академии наук.

Область научных интересов: внедрение инструментальных методов анализа и их использование для проведения научных исследований и контроля качества продукции.

Автор 171 печатной работы, 21 изобретения и патента РФ.

Атомно-эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой метод анализа используется на предприятии с 1984 года. В работе находился спектрометр Labtest фирмы Labtam (Австралия-Германия). К концу 90-х годов прибор выработал имеющиеся в нем возможности и физически прекратил функционировать. Попытки реанимирования не позволили получить положительные результаты, и прибор был выведен из системы аналитического контроля качества продукции. Поскольку спектр охватываемых объектов анализа и определяемых элементов с использованием атомноэмиссионного метода с индуктивно-связанной плазмой был достаточно широк (скорость выполнения анализов, диапазон определяемых концентраций, надежность получаемой информации, гибкость адаптации к новым объектам анализа, простота эталонирования) заставили нас провести работу по замене вышедшего из строя спектрометра на новый. Рассматривались приборы трех фирм: Perkin Elmer, Intertech и SPECTRO. После изучения технических характеристик рассматриваемых приборов, аналитических возможностей, сервисного обслуживания предпочтение было отдано спектрометру CIROS фирмы SPECTRO. В приборе используются CCD-детекторы нового поколения с высочайшей скоростью считывания - до 10000 спектральных линий за 10 секунд. Простая конфигурация оптической системы Пашена-Рунга с CCD-детекторами, установленными на «круге Роуланда», по-

зволюли использовать наиболее интенсивные линии 1-го порядка в диапазоне длин волн от 120 до 800 нм. Такой диапазон спектра не охватывает ни один из выпускаемых в мире ICP-спектрометров. Область спектра от 180 до 120 нм еще мало изучена, и здесь ожидаются интересные результаты. Уже сегодня можно говорить, что наиболее «чистые» линии As, B, Al, Ga, Ge, Pt, Au, Pb, Bi, Ni, Sn, Te, Tl, P, S, Cl, Br, I, N и др. находятся именно в этой области спектра.

В программу персонального компьютера введены данные по линиям всех химических элементов. В процессе работы с реальным образцом ведутся постоянные «подсказки» о возможных наложениях линий элементов на аналитическую линию того или иного определяемого элемента и оператор быстро принимает решение о выборе наиболее оптимальной аналитической линии. Прибор CIROS имеет осевой (аксиальный) способ измерения интенсивности плазмы – горизонтальное расположение горелки – для обеспечения максимальных возможностей чувствительности определения элементов. Введение в конструкцию прибора запатентованного оптического плазменного интерфейса позволило использовать все преимущества наблюдения характеристической эмиссионной энергии от атомов образца напрямую из известной «зоны эмиссии» плазмы.

Прибор CIROS был внедрен на ОАО «Уралредмет» 27 декабря 2000 года. Обучение сотрудников лаборатории проведено непосредственно при запуске прибора и в процессе эксплуатации специалистами Екатеринбургского филиала фирмы SPECTRO. Кроме того, ведущим специалистом фирмы SPECTRO были проведены две инспекционные проверки прибора с одновременным разбором имеющихся аналитических проблем. Эффект от таких контактов непосредственно у функционирующего спектрометра крайне высок.

* * * * *

QUALITY CONTROL ON JSC URALREDMET BY SPECTRO CIROS
A.V.Antonov, O.V.Lovygina, A.N.Rylov, P.K.Spitsyn

Concise information about using ICP-spectrometer SPECTRO CIROS and analytical applications is considered in the publication.

Имеющийся опыт работы со спектрометром Labtest позволил достаточно быстро адаптировать спектрометр CIROS в систему аналитического контроля продукции предприятия. К настоящему времени нами отработаны методики определения:

- примесей Fe, Cr, Cu, Mn в сложных лигатурах, содержащих ванадий, молибден, цирконий, алюминий, титан, ниобий (в ряде лигатур проводится определение и основных элементов);

- примесей Fe, Cr, Cu, Mo, V, Y, Bi, Zn, Sn, Cd, Sb в лигатурах ванадий-алюминий;

- основных компонентов (Al, Nb) и примесей (Fe, Cr, Cu, Mn, Zr, Mo) в лигатурах Al-Nb-Si;

- основных компонентов (Al, Cr, Mo) и примесей в лигатурах Al-Cr-Mo-Si.

Большая работа проведена по отработке методики определения примесей Al, Cr, Cu, Fe, Cd, Co, Hf, Mg, Mo, Nb, Ta, W с $1 \cdot 10^{-3}$ мас. % в ванадии электронно-лучевого переплава.

Отработаны методики и проводится ежедневный контроль за содержанием Au, Ag, Pt и Pd в техногенных отходах.

С целью оценки надежности получаемой аналитической информации с прибора «CIROS» мы приняли участие в аттестации государственных стандартных образцов черновой меди на содержание элементов-примесей Au, Ag, Pt, Pd, Ru, Os, Fe, Sn, Sb, Ni. Результаты аттестационных анализов приняты разработчиком стандартных образцов с первого предъявления и вошли в совместную статистическую обработку, проведенную совместно со всеми участниками межлабораторного эксперимента.

Таким образом, спектрометр CIROS задействован в общую систему аналитического контроля, получаемая аналитическая информация - высокого уровня и позволяет эффективно решать многие вопросы качества продукции предприятия.