

УДК 543.42:389.6

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЗАИМНОЙ СОГЛАСОВАННОСТИ ОБРАЗЦОВ КОМПЛЕКТА РГ1-РГ23 НА РАЗЛИЧНЫХ ТИПАХ СПЕКТРАЛЬНЫХ УСТАНОВОК

А.Г.Трофимова, Г.А.Самарина, Т.И.Игнатенко  
 ЗАО "Институт стандартных образцов"  
 620219, Екатеринбург, ГСП 784, пр.Ленина, 101, кор. 2.

В ЗАО "ИСО" выпущено три комплекта государственных стандартных образцов для рентгеноспектрального анализа РГ1-РГ8, РГ10-РГ18 и РГ19-РГ23, позволяющие анализировать широкий круг марок сталей. Показана возможность использования этих комплектов как каждый комплект в отдельности, так и использование всех образцов как единого комплекта.

Оценена возможность применения комплекта РГ1-РГ23 для градуировки эмиссионных спектрометров.

**Трофимова Алевтина Григорьевна - старший научный сотрудник группы спектрального анализа ИЦ ЗАО "ИСО".**

**Область научных интересов: рентгеноспектральный анализ материалов черной металлургии. Исследование комплектов стандартных образцов для рентгеноспектрального анализа.**

**Автор 26 научных публикаций.**

**Самарина Галина Аркадьевна - зав. группой спектрального анализа ИЦ ЗАО "ИСО".**

**Область научных интересов: спектральный анализ материалов черной металлургии. Исследование комплектов стандартных образцов для спектрального анализа.**

**Автор 16 научных публикаций.**

**Игнатенко Татьяна Ивановна - старший научный сотрудник группы спектрального анализа ЗАО "ИСО".**

**Область научных интересов: эмиссионный спектральный анализ материалов черной металлургии. Исследование комплектов стандартных образцов для эмиссионного спектрального анализа.**

**Автор 14 научных публикаций.**

Существовавшая до настоящего времени номенклатура государственных стандартных образцов (ГСО) химического состава сталей предназначалась, в основном, для нужд химического и эмиссионного спектрального анализов. Для рентгеноспектрального анализа был выпущен только один комплект ЛРГ1-ЛРГ12, который позволяет получить монотонные градуировочные зависимости в широком диапазоне контролируемых элементов, однако недостатком этого комплекта является малое число аттестованных характеристик, что затрудняет его применение при работе на современных рентгеновских установках. Поэтому потребовался иной подход при разработке комплектов для рентгеноспектрального анализа.

В результате исследований, проведенных институтом стандартных образцов и лабораторией РФА Иркутского государственного университета, был предложен способ формирования комплектов ГСО для рентгеноспектрального анализа сталей, основанный на учете взаимных влияний элементов с использованием метода теоретических поправок. Полный комплект состоит из 35 образцов и позволяет анализировать более 400 различных марок сталей. При разработке композиции комплекта исходили из реальных условий контроля стали на промышленных предприятиях, т. е. при минимальном числе образцов были получены градуировочные характеристики в достаточно широких диапазонах для 14 элементов.

В настоящее время ЗАО ИСО выпущено три

комплекта ГСО для рентгеноспектрального анализа сталей: РГ1 - РГ8 (7 СО) для анализа низко- и среднелегированных сталей, РГ10 - 18 (9 СО) для анализа быстрорежущих сталей, комплект РГ19 - РГ23 (5 СО) для анализа марганцовистых сталей. Оставшиеся образцы из группы высоколегированных сталей пока не планируются к выпуску в связи с резким снижением потребности в образцах высоколегированных сталей.

Для того, чтобы оценить возможность использования полного комплекта РГ1 - РГ23 для градуировки рентгеноспектральных установок в ЗАО "ИСО" была проведена совместная съемка образцов ком-

плекта с ранее выпущенным комплектом ЛРГ1в-ЛРГ12в на рентгеновском спектрометре СРМ-25.

Для всех элементов были построены градуировочные зависимости в диапазонах аттестованных содержаний. Для большинства элементов получены единые монотонные зависимости незначительным отклонением точек относительно установленной линии регрессии. Для хрома, вольфрама и марганца (в области малых содержаний) наблюдается существенный разброс точек относительно линии регрессии. На рис. 1 приведена градуировочная зависимость для хрома без учета взаимного влияния элементов.

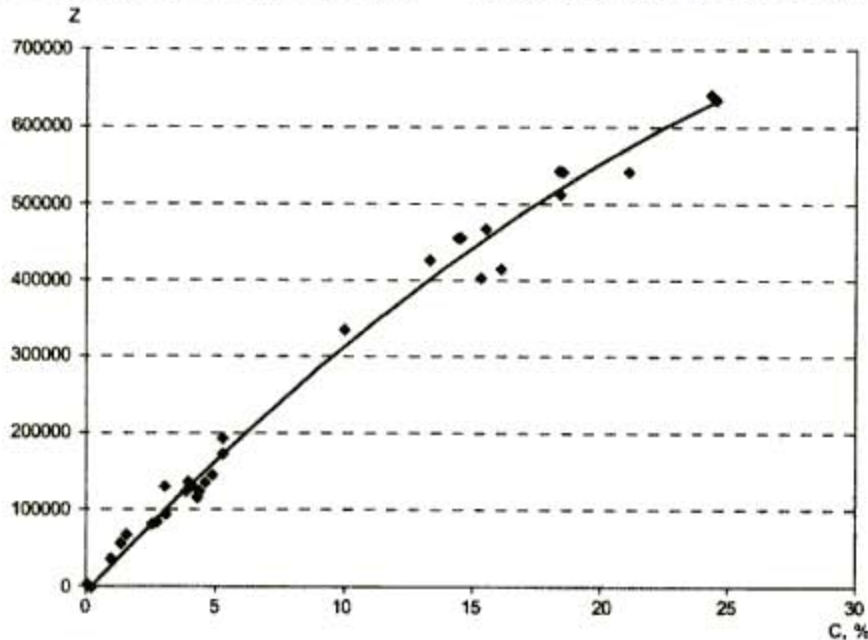


Рис.1. Градуировочная зависимость для хрома СРМ-25 без учета влияний

Использование метода теоретических поправок позволяет минимизировать разброс точек

для хрома (рис.2) и марганца.

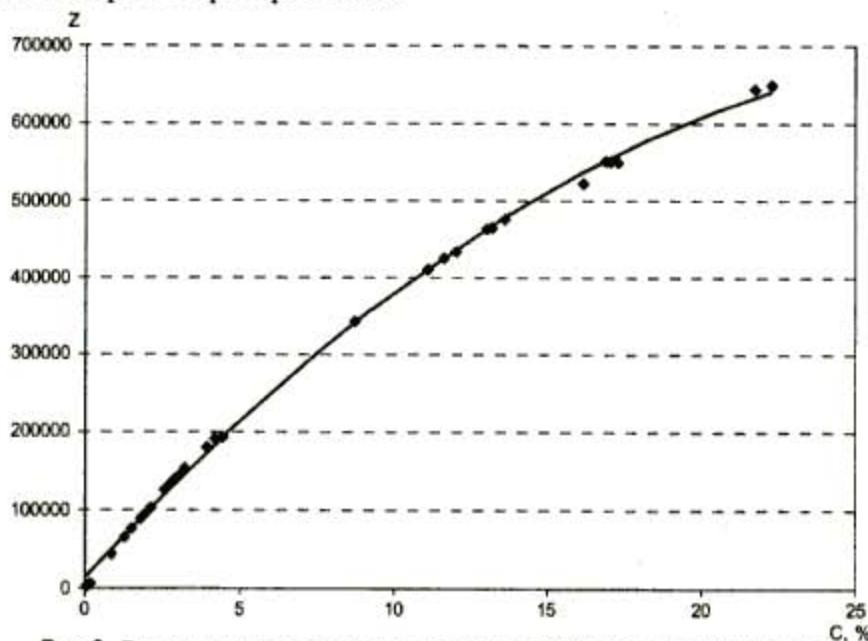


Рис.2. Градуировочная зависимость для хрома СРМ-25 с введением поправок



Для вольфрама не удалось минимизировать разброс точек относительно линии регрессии (рис.3), что, вероятнее всего, связано с разной структурой образцов комплекта.

Как показывает опыт применения ГСО на предприятиях отрасли, комплекты образцов

для спектрального анализа используют для градуировки различных типов спектральных установок, поэтому представляется целесообразным оценить возможность применения комплекта РГ1-РГ23 для градуировки эмиссионных спектрометров.

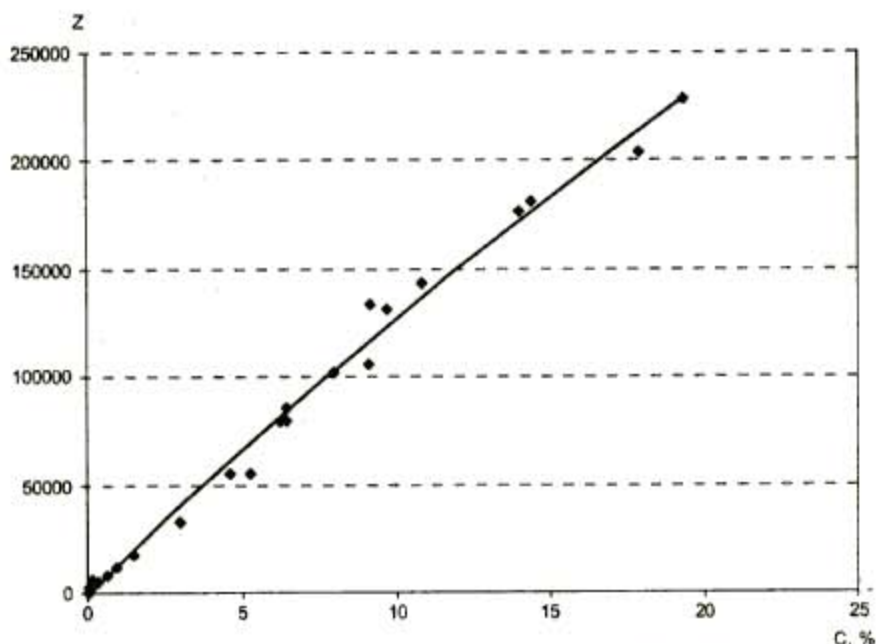


Рис.3. Градуировочная зависимость для вольфрама CPM-25 с введением поправок

В 2000 году в ЗАО "ИСО" был приобретен и введен в эксплуатацию эмиссионный спектрометр фирмы LECO SA-2000. Современное программное обеспечение прибора, а также использование в качестве источника возбуждения спектра тлеющего разряда позволяют получить единые градуировочные зависимости в широком диапазоне определяемых концентраций.

Была проведена совместная съемка ГСО РГ1-РГ23, ЛРГ1в-ЛРГ12в и ЛГ32в-ЛГ36в на спектрометре SA-2000. В качестве примера приведе-

ны градуировочные зависимости для хрома (рис.4) и вольфрама (рис.5). Как видно из рисунков, наблюдается хорошая взаимная согласованность образцов комплектов во всем диапазоне аттестованных содержаний, причем программа учета взаимных влияний элементов на спектрометре SA-2000, а также специфика способа возбуждения спектра позволяют получить градуировочные зависимости с минимальным разбросом точек относительно линии регрессии.

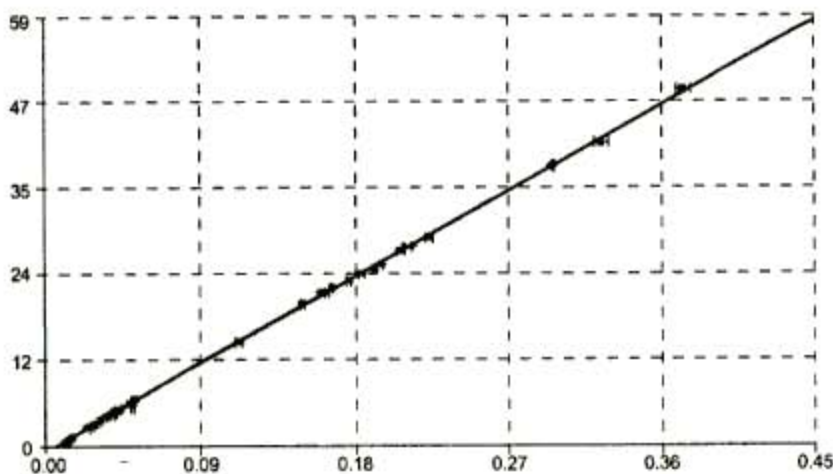


Рис.4. Градуировочная зависимость для хрома, полученная на спектрометре SA-2000 фирмы LECO

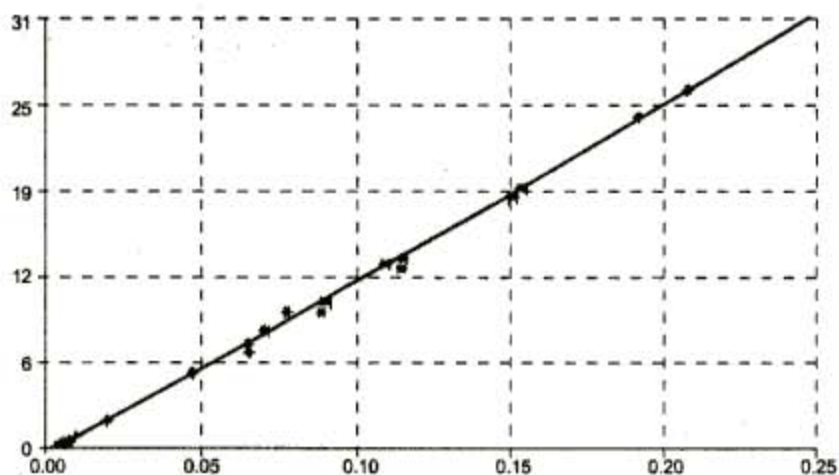


Рис.4. Градуировочная зависимость для вольфрама, полученная на спектрометре SA-2000 фирмы LECO

Таким образом, проведенные исследования показали, что образцы серии РГ могут использоваться для градуировки как рентгеновских, так и эмиссионных спектрометров, при этом возмож-

но использование как отдельных комплектов, соответствующих определенным маркам, так и полного комплекта РГО-РГ23.

• • • • •

12) RESEARCHES OF MUTUAL CO-ORDINATION BETWEEN CERTIFIED REFERENCE MATERIALS РГ1-РГ23 USING DIFFERENT TYPES OF SPECTRAL INSTRUMENTS

A.G.Trofimova, G.A. Samarina, T.I.Ignatenko

The Institute for Certified Reference Materials has produced three sets of CRMs for X-ray analysis РГ1-РГ8, РГ10-РГ18 and РГ19-РГ23B (for analysis of wide range of steel grades). Availability of using РГ1-РГ23 set for emissive spectrometers calibration is estimated.