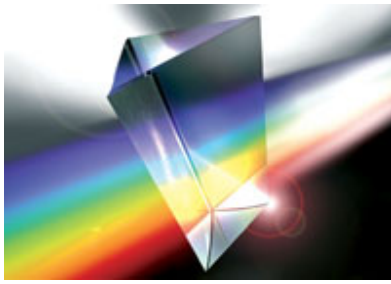

Application Note

Анализ низколегированных сталей с использованием оптического эмиссионного спектрометра Shimadzu PDA-7000

C112-0511

Анализ углеродистых и низколегированных сталей с целью определения химического состава выполняется с использованием искрового эмиссионного спектрометра модели PDA-7000. Эти стали характеризуются такими свойствами, как хорошая пластичность (эластичная и пластичная деформация), высокая тепло- и электропроводимость, химическая стабильность и характерные магнитные свойства. Добавление одного или более легирующих элементов модифицирует и оптимизирует свойства металла для конкретного применения из всей широкой гаммы применений.
Термин *Низколегированные стали* будет использован для нелегированных сталей, цементированных сталей, отпущенных сталей и низколегированных инструментальных сталей. В целом, сплав определяется как низколегированная сталь в случае содержания железа более 92%.

- **Нелегированные стали**
  (углеродистые стали, мягкие стали, листовые углеродистые стали, низкоуглеродистые стали, микролегированные стали)
  Внутри этой группы свойства материала определяются в основном содержанием углерода, соответствующей термообработкой и/или микролегирующими элементами, такими, как ванадий, ниобий или титан. Эти стали имеют большое практическое значение, особенно для больших сварных труб, сосудов высокого давления, сферических сосудов, мостов и т.д. Они характеризуются мелкозернистой структурой, хорошими сварочными свойствами и высокой прочностью. В следующей таблице приведен типичный состав микролегированной стали.

C	Si	Mn	P	S	Al	Cr
0.118 %	0.231 %	1.285 %	0.015 %	0.004 %	0.018 %	0.035 %
Cu	Ni	Mo	Nb	Ti	V	N
0.025 %	0.033 %	0.008 %	0.043 %	0.003 %	0.023 %	0.005 %

- **Цементированные стали / Нитридные стали**

  Цементированные стали (или цементационные стали) – конструкционные стали с относительно низким содержанием углерода. Используя специальную процедуру термообработки при контролируемой атмосфере, можно насытить поверхность металла углеродом. В зависимости от условий обработки, углерод может мигрировать в глубину на несколько миллиметров и достигать концентрации 2%. Этот процесс называется цементация и придает металлу необычные свойства, такие как очень высокая твердость на поверхности и нехрупкая структура в центре. Стали с такими свойствами очень полезны при производстве движущихся частей прочного оборудования. Следующая таблица иллюстрирует типичный химический состав цементированных сталей.

SHIMADZU
Solutions for Science
since 1875

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0.2%	макс. 0.4%	0.7 – 1.0%	макс. 0.035%	макс. 0.035%	0.3 -- 6%	0.4 -- 5%

Нитридные стали имеют перлитно-мартенситную структуру, способствующую обогащению азотом. Как и в случае цементации, процесс термообработки позволяет насытить азотом до 3% на глубину 0.75мм. Нитриды повышают твердость поверхности, износостойкость, сопротивление ползучести и коррозионную устойчивость. В состав нитридных сталей входят хром, молибден, алюминий и ванадий. Эти элементы обладают способностью поглощения азота во время процесса азотирования. Нитридные стали также имеют большую область применений. Типичные легирующие элементы и их концентрация показаны в следующей таблице.

C	Si	Mn	P	S
0.1 -- 0.4%	до 0.4%	0.4 -- 1.1%	макс. 0.025%	макс. 0.03%
Al	Cr	Mo	Ni	V
до 1.2%	1.0 -- 3.3%	0.1 -- 1.1%	до 1.2%	до 0.3%

- **Отпущенные стали**
  Отпущенные стали имеют повышенную твердость за счет процесса отпуска. Химический состав является определяющим для планирования процесса отпуска в нужном направлении. C, Si, Mn, P, S, Cr, Mo, Ni, V, Zr, Al, Ti, Co, V, Cu и Nb – основные легирующие элементы. Следы B, Ca, улучшают процесс отпуска. Напротив, присутствие Sb, Sn оказывает негативное влияние на отпуск. Азот в низколегированных сталях появляется в процессе обработки, выражается это в ухудшении вязкости и увеличивает количество межкристаллитных трещин. Поэтому знание химического состава таких типов сталей необходимо для использования их в правильном назначении. Область применения отпущенных сталей простирается от производства работающих при высоких температурах шарикоподшипников до оборудования для холодного прессования.

- **Нелегированные и низколегированные инструментальные стали**
  Добавление Cr, Mn, Ni, Mo улучшает мартенситную структуру, а добавление W и V благоприятствует образованию карбидов, увеличивающих твёрдость стали в поперечном сечении. Такие стали применяют для изготовления полотен пил, ножей различных типов, гравировальных инструментов и т.п.. Типичные легирующие элементы и их концентрационный диапазон приведены в следующей таблице.

C	Si	Mn	P	S
0.4 -- 1.5%	0.1 -- 1.0%	0.1 – 2.1%	макс. 0.035%	макс. 0.035%
Cr	Mo	Ni	V	W
0.5 -- 2.0%	до 1.0%	до 2.0%	до 0.6%	до 3.0%

Несмотря на то, что низколегированные стали используются за их физические свойства, необходимо оценивать их химический состав.
Поэтому наряду с механическими. испытаниями определение химического состава

SHIMADZU
Solutions for Science
since 1875

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 был применён 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, таких как Al, S, Pb, B, Ca, способных образовывать осадки в сталях. Улучшение точности, пределов обнаружения, воспроизводимости, возможность ввода больших образцов приводит к большей продуктивности метода.

Образцы и пробоподготовка

Образцы могут отбираться от расплавов, листов, полупродуктов, конечных продуктов. Классический метод анализа плавки – отбор малого количества расплава. Используя тестовую ложку, отбирают из ванны с расплавленным металлом образец, который оператор быстро помещает в изложницу. Изложница из меди обеспечивает высокую скорость охлаждения, необходимую для получения гомогенных образцов. Она содержит некоторое количество алюминия и циркония во избежание образования точечных дефектов. В современной индустрии стали используют и более совершенные технологии пробоподготовки При анализе методом оптической эмиссионной спектрометрии требуется гомогенность образцов для достижения оптимальной точности и воспроизводимости Быстрое охлаждение в специальной изложнице предупреждает образованием осадков и разделение фаз. Образец с хорошей гомогенностью (мелкозернистая гомогенная кристаллическая структура) обеспечивает хорошую воспроизводимость и точность анализ. Для проведения эмиссионного спектрального анализа поверхность образца готовят соответствующим образом. Лишние части отлитого образца отрезают с помощью резака.

Аргон

Аргон должен иметь чистоту 99.999%, с содержанием кислорода менее чем 2 ppm, воды менее чем 3 ppm (точка росы < -70°C), азота менее чем 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 нелегированных и низколегированных сталей приведены ниже. Точностные характеристики определены с помощью соответствующих стандартных образцов. Эти образцы перекрывают по содержанию элементов все виды низколегированных сталей.

SHIMADZU
Solutions for Science
since 1875

Эле-мент	Пределы обнаружения ppm 3 sigma	Диапазон концентраций заводских калибровок %	Содержание %	Точность ±% 1 sigma
Al	2	0.001 -- 2.0	0.005 0.01 0.1 1.0	0.00012 0.00017 0.0011 0.009
As	4.5	0.0015 -- 0.1	0.01 0.05	0.00023 0.00055
B	0.3	0.0002 -- 0.01	0.001 0.01	0.00002 0.0001
C	2.4	0.002 -- 1.5	0.01 0.05 0.5 1.0 1.5	0.00016 0.0005 0.0032 0.006 0.009
Ca	0.3	0.0003 -- 0.01	0.001 0.01	0.00006 0.0005
Co	2.4	0.001 -- 0.3	0.01 0.05 0.1	0.00014 0.00038 0.00068
Cr	4.5	0.0015 -- 5.0	0.01 0.05 0.5 1.0 3.0	0.0002 0.0004 0.0023 0.003 0.006
Cu	0.9	0.0005 -- 1.2	0.01 0.05 0.5 1.0	0.00009 0.00033 0.0027 0.0052
Mn	1.5	0.001 -- 2.1	0.01 0.05 0.5 1.0 2.0	0.00009 0.00025 0.0021 0.004 0.007
Mo	3	0.001 -- 1.6	0.01 0.05 0.5 1.0	0.00017 0.00045 0.0025 0.0045
N	3	0.003 -- 0.03	0.003 0.005 0.015	0.0002 0.00023 0.00028
Nb	2	0.0015 -- 0.2	0.01 0.05 0.1	0.00022 0.00082 0.016
Ni	4.5	0.001 -- 4.5	0.01 0.05 0.5 1.0 3.0	0.0002 0.00038 0.0024 0.004 0.01

SHIMADZU
Solutions for Science
since 1875

(продолжение)

P	0.9	0.001 -- 0.1	0.005 0.01 0.05	0.00008 0.00012 0.0005
Pb	2	0.002 -- 0.1	0.01 0.05 0.1	0.0004 0.0018 0.0036
S	0.6	0.0006 -- 0.1	0.005 0.01 0.05	0.00014 0.00026 0.0012
Sb	9	0.0025 -- 0.1	0.01 0.05	0.0005 0.0013
Si	4	0.0015 -- 2.1	0.01 0.05 0.5 1.0 2.0	0.00018 0.00036 0.0024 0.0046 0.09
Sn	2	0.001 -- 0.1	0.01 0.05 0.1	0.00014 0.00042 0.0007
Ti	0.9	0.0002 -- 0.35	0.01 0.05 0.1	0.00033 0.0015 0.002
V	1.8	0.001 -- 1.0	0.01 0.05 0.1 0.5	0.00012 0.00036 0.00066 0.003
W	9	0.003 -- 3.0	0.05 0.1 0.5 1.0 3.0	0.0006 0.0009 0.0033 0.0063 0.018
Zr	3	0.001 -- 0.2	0.01 0.05 0.15	0.0003 0.001 0.003

Предел обнаружения

Предел обнаружения рассчитан как трёхкратное значение стандартного отклонения (σ), рассчитанное из фона и выраженное в частях на миллион (ppm). Приведенные значения справедливы для низколегированных сталей.

Точность

Точность определена как стандартное отклонение по результатам 10 повторных измерений. Точность связана с распределением элементов в образцах.

Калибровка

Спектрометр может быть откалиброван на низколегированные стали на заводе Shimadzu. Заводские калибровки выполняются на сертифицированных стандартных образцах (ISO 9000) и обеспечивают высокую точность. Заводская калибровка

SHIMADZU
Solutions for Science
since 1875

позволяет пользователю приступить к контролю качества продукции немедленно после короткого промежутка времени, необходимого на инсталляцию спектрометра.

SHIMADZU
Solutions for Science
since 1875