

УДК 669.543.423.1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФАКТОРОВ, ВЛИЯЮЩИХ НА КАЧЕСТВО

ИЗМЕРЕНИЙ ПРИБОРА МАЭС

**ЯХНЕНКО М.С., НОВОКРЕЩЁНЫХ А.М., ШИШЕЛОВА Т.И., СОЗИНОВА
Т.В.**

Иркутский государственный технический университет

Подробная информация об авторах размещена на сайте

«Учёные России» - <http://www.famous-scientists.ru>

Существующие методы атомной эмиссионной спектроскопии для исследования состава металлов и сплавов используются во всех отраслях машиностроения. По мнению авторов, современные методы уже не обеспечивают необходимых точностей измерений. В данной работе авторами проведены исследования влияния внешних факторов на точность измерений прибора атомно-эмиссионной спектроскопии.

В современной науке и технике методы спектроскопии занимают одно из ведущих мест [4, 5]. Особое значение для определения элементного состава металлов и сплавов при их производстве имеет атомный эмиссионный спектральный анализ [1, 2, 6].

В спектральных приборах спектрографах используются фотографические и фотоэлектрические методы регистрации. На Иркутском авиазаводе (ИАЗ) такие приборы используются для контроля производства разнообразных металлов.

Использование фотографических и спектрографических приборов очень трудоёмко [3].

Для решения этих проблем при оценке качества сплавов используется многоканальный анализатор атомно-эмиссионных спектров (МАЭС), предназначенный для проведения анализов элементного состава веществ путем одновременной регистрации и компьютерной обработки атомно-эмиссионных спектров. В ООО «Оптоэлектроника» отработана технология фотодиодных линеек со встроенными усилителями сигналов. Разработан последовательно параллельный интерфейс (ППИ), позволяющий передавать цифровые потоки из анализатора МАЭС в компьютер и обратно по одному кабелю. Программный пакет АТОМ выполняет всю обработку регистрируемых спектров и осуществляет вычисление концентраций. Для получения электрической дуги используется генератор «Шаровая молния».

В спектральной лаборатории ИАЗа разработаны методики спектрального анализа алюминиевых и магниевых сплавов, легированных сталей [3].

В связи с тем, что в цехе металлургического производства при изготовлении отливок из магниевого сплава повышенной чистоты с ноября 2002 года по настоящее время имеют место отклонения содержания железа от ГОСТа, лабораторией спектрального анализа проводится работа по выявлению причин наблюдаемой нестабильности при помощи прибора МАЭС. Появилась необходимость выявления стабильности результатов измерений самого прибора.

Цель работы: выявление наилучших условий определения концентрации железа в магниевых сплавах спектральным методом.

Задачи: определить и рекомендовать режимы работы прибора МАЭС для улучшения качества измерений.

Материал и методы

При проведении анализа использовались эталоны предприятия (СОП) производства ВИАМа, содержание определённых элементов в которых установлено с доверительным интервалом значительно более узким, чем требуемый при данной методике анализа.

При измерениях с помощью СОП возможно установить соответствие интенсивности спектральных линий исследуемых образцов и образцов с известной интенсивностью.

Точность спектрального анализа определялась величиной систематических и случайных погрешностей.

Воспроизводимость спектрального анализа характеризуется величиной относительного стандартного отклонения единичного определения концентрации. В нашем случае – при наличии железа оно составляет 0,001-0,01 %.

Поверхность образцов затачивалась на плоскости со снятием слоя 0,5 мм по ГОСТ 2789-79. Использовались электроды из углерода (ГОСТ 7728-79).

Содержание железа в сплаве магниевого сплава повышенной чистоты проводилось согласно ГОСТа 7728-79. При проведении спектрального анализа использовали длины волн спектральных линий:

Fe I 302,0639 нм

Fe I 302, 0639 нм (2) (с фоном)

Fe I 302,1073 нм

Для решения поставленной цели выбрано пять направлений исследований:

I. Способы обработки поверхности.

II. Форма заточки электродов.

III. Охлаждение, обезжиривание образца.

IV. Измерение концентраций на различных участках поверхности.

V. Изменение режима работы генератора.

Результаты исследования и их обсуждение

I. Способы обработки поверхности

Влияние шероховатости поверхности на качество измерений проводили на образце магниевого сплава повышенной чистоты и СОП. Изучены образцы, заточенные на токарном станке, с помощью напильника и на шлифовальном станке.

Известно, что искровой разряд образуется на дефектах поверхности. Если будут отсутствовать поверхностные неровности (шероховатость), то искровой разряд образуется на дефектах кристаллической решётки. В нашем опыте не ставился вопрос о полном удалении или измерении шероховатости, так как это крайне трудоёмкая процедура.

Применялись общепринятые методы. Образцы зачищались на станке. Так же производилась зачистка грубым напильником. Оба варианта позволяют снять требуемую толщину материала, но получается различная шероховатость поверхности. Предполагалось что стабильность дугового разряда на заготовке, очищенной станком, будет выше. В ходе опыта исследовались 3 СОПа. Первый для корректировки (как всегда образец был зачищен на станке). На образцах, заточенных напильником, разброс результатов больше. Ожидаемый результат обнаружен только на первой линии, что не является нарушением, однако этот результат менее точен по отношению к эталонному измерению. Вторым образцом так же был заточен напильником. Однако измерения шли при меньшем расстоянии между электродами.

Полученные в стандартной форме МАЭС, результаты свидетельствуют о большей стабильности измерений, однако на разных линиях Fe результаты так же различаются (сильнее, чем в первом опыте) и несколько занижены. На шлифовальном станке зачищали образцы в опыте по определению влияния положения обыскриваемой поверхности. Результаты показали большую точность и стабильность определения.

Проведённые эксперименты показали, что:

- заточка напильником, несмотря на простоту обработки, не обеспечивает достаточной точности измерений,
- заточка на станке наиболее приемлема: колебания ОСКО незначительны,
- зачистка на шлифовальном станке обеспечивает наиболее стабильные результаты.

II. Форма заточки электродов

Влияние формы заточки электрода на качество измерений проводили на четырёх вариантах заточки (рис. 1): коническая (1), сферическая (2), сферическая с кратером (3), полусферическая (4).

Формы соответствовали требованиям ГОСТ.

Измерения проходили аналогично первому эксперименту.

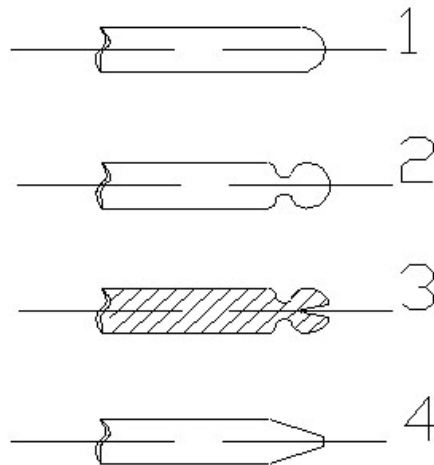


Рис. 1. Формы заточки электрода

Результаты эксперимента (рис. 2) показали, что:

- полусферическая форма обеспечивает наилучшее качество измерений и наименее сложна в изготовлении.
- коническая – хорошие результаты, но в сочетании с другими способами,
- сферическая – сложна в изготовлении, плохие результаты,
- сферическая с кратером – очень сложна в изготовлении, измерения не дали ожидаемого результата.

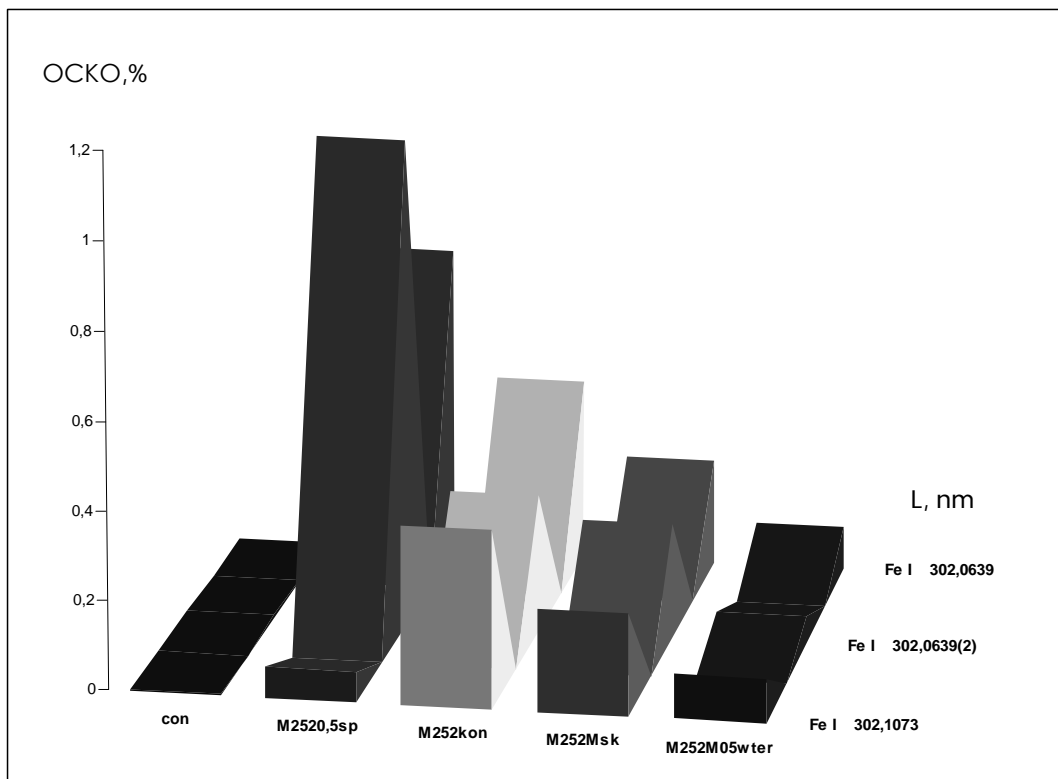


Рис. 2. Диаграмма зависимости относительного среднеквадратичного отклонения ОСКО(%) на разных линиях (частотах) Fe от метода охлаждения заготовки

III. Влияние охлаждения и обезжиривания заготовки

Эти факторы обычно не учитывают, так как не применяют само охлаждение. Авторы предположили, что для избегания перегрева заготовки во время измерений необходимо охлаждать заготовку перед каждым прожигом. Обезжиривание планировалось применять для снижения влияния жировой плёнки и нагара от обыскривания на поверхности заготовки. Оба способа привели к завышению результатов. Возможно из-за горения спирта и соединения его железа с железом исследуемого образца.

Охлаждение водой даёт хорошие результаты только в сочетании с электродами, заточенными в виде конуса.

Обезжиривание дало завышенные результаты.

IV. Измерение концентраций на различных участках поверхности. Влияние положения обыскиваемой площадки

Известно, что при литье в формы застывание происходит неравномерно. Поскольку СОП изготавливается в условиях, близких к идеальным, одним из требованиям к нему является равномерность структуры и состава по объему образца. Производственные отливки, как правило, не идеальны. Предполагалось обнаружить большую неравномерность по концентрации Fe в заводских отливках.

1 Образец №1 - СОП прожигали для проверки неравномерности.

2 Образец №2. Зачищенный наждачной бумагой электрод ставился в середину образца. Анализ средних значений, а также ОСКО данного образца и СОП показывает, что они схожи.

3 Образец №3. Тот же что и №2 но охлажденный водой перед опытом, исследовался по краям (по периметру). Полученные данные свидетельствуют о менее точных измерениях

4. Ход опыта аналогичен опыту №2, но поверхность образца №4 зачищена на шлифовальном станке. По различным линиям железа замечены значительные колебания параметров концентрации, ОСКО также выше, чем в опыте 2.

5. Условия опыта №3, но с проведением измерений на заготовке, зачищенной на шлифовальном станке. Картина та же, что и в опыте №3. Выявлены более высокие ОСКО, однако отмечены низкие концентрации Fe.

Необходимо отметить, что во всех опытах на линии Fe1 302,0639(2) концентрации магния мало различаются, при нагреве фон возрастает, а на линии магния (Fe1 302,0639(2)) это не отражается, так как содержание магния в образце достигает 90%. Имеет смысл сравнивать ОСКО по этой линии.

В центре заготовки - большая точность, большие колебания измеряемых параметров.

По периметру заготовки - меньшая точность измерений, меньшие колебания значений концентраций Fe.

Во всех опытах на линии Fe1 302,0639(2) концентрации мало различаются.

V. Изменение режима работы генератора

Подбор режима генератора производился с учётом особенностей помещения лаборатории. Отсутствие градуировочных графиков говорит о невозможности при измерении концентрации Fe одного образца изменять режимы генератора. Опыт по измерению Fe по различным местам заготовки производился на новом режиме генератора. Оценка ОСКО для этого опыта в сравнении с другими (рис.3) показала наименьшие отклонения концентрации C (%) среди всех проведённых ранее опытов.

Таким образом, выбранный режим 4 (рис. 3) обеспечивает наилучшую стабильность измерений. Влияние данного фактора самое значительное.

Изменения погоды и магнитных полей

Резкие изменения погоды (давления, температуры, магнитных полей, в том числе и в магнитные бури) во время измерений, ведут к необходимости более частой градуировки прибора, что увеличивает общую трудоёмкость при измерениях. Однако отсутствие надлежащего контроля за погодой может повлечь ошибки при измерениях.

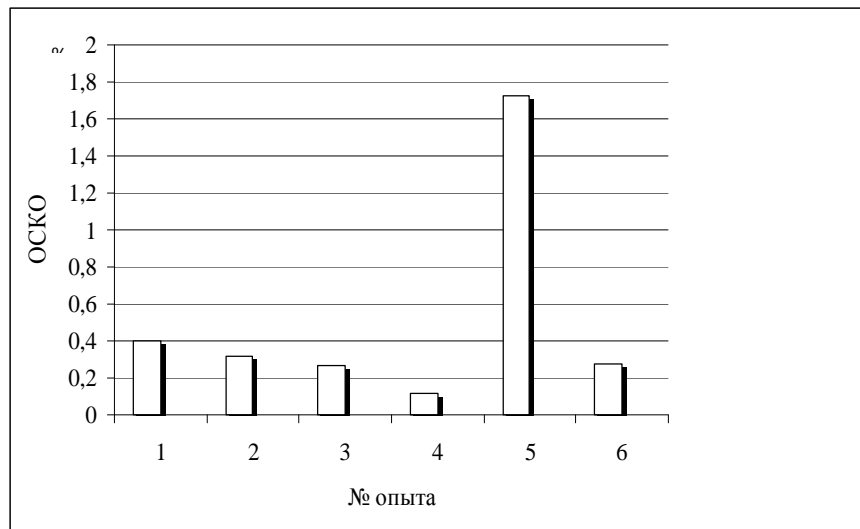


Рис. 3. Диаграмма зависимости среднего относительного среднеквадратичного отклонения, ОСКО (%) от разных режимов работы генератора

Рекомендации, принятые по результатам опытов

Использовать полусферическую заточку электродов.

Измерения проводить на равном расстоянии от центра отливки.

Использовать предложенный режим генератора.

Измерения проводить при отсутствии резких изменений погодных условий, магнитных бурь.

Рекомендации по проделанной работе приняты в лаборатории и используются на производстве ИАЗа.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Буравлев Ю.М., Замараев В.П., Милославский А.Г. и др. Тезисы 14 межд. конф. «Взаимодействие ионов с поверхностью». М.: МОПО РФ, 1990. С. 319.
2. Корицкий В.Г. Некоторые вопросы методики спектрального анализа сталей. Дисс.... канд. техн. наук. М., 1956. 137 с.
3. Никитина О.И. В кн.: Спектроскопия атомов и молекул. Киев: Наукова думка, 1969. С. 83.
4. Пантелеев В.В., Янковский А.А. В кн.: Применение спектрального анализа в народном хозяйстве и научных исследованиях. Минск: АН БССР, 1974. С.26.
5. Плинер Ю.Л., Свечников Е.А., Огурцов В.М. Управление качеством химического анализа в металлургии. М.: Металлургия, 1979. 208 с.
6. Райхбаум Я.Д. Физические основы спектрального анализа. М.: Наука, 1980.158 с.

**DEFINITION OF THE FACTORS INFLUENCING QUALITY OF MEASUREMENTS OF DEVICE
MAES**

Yakhnenko M.S., Novokreshchenykh A.M., Shishelova T.I., Sozinova T.V.

Irkutsk State Technical University

Existing methods of nuclear issue spectroscopy for research of structure of metals and alloys are used in all branches of mechanical engineering. In opinion of authors, modern methods any more do not provide necessary accuracy of measurement. In manuscript are resulted of research results of influence external factors on accuracy measurements of the device of nuclear issue spectroscopy.