



УКРАЇНА

(19) UA (11) 17226 (13) U
(51) МПК (2006)
G01N 21/71

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ АНАЛІЗУ МАТЕРІАЛІВ ЗА ДОПОМОГОЮ ОПТИЧНИХ ЗАСОБІВ

1

2

(21) u200603231

(22) 27.03.2006

(24) 15.09.2006

(46) 15.09.2006, Бюл. № 9, 2006 р.

(72) Шебаниць Едуард Миколайович, Сидоренко Андрій Іванович, Зорін Михайло Вікторович, Гладських Вікторія Іванівна, Логвінова Ольга Вікторівна

(73) ВІДКРИТЕ АКЦІОНЕРНЕ ТОВАРИСТВО "МАРІУПОЛЬСЬКИЙ МЕТАЛУРГІЙНИЙ КОМБІНАТ ІМ. ІЛЛІЧА"

(57) Спосіб аналізу матеріалів за допомогою оптичних засобів, що включає хімічне розчинення зразка аналізованого матеріалу, який **відрізняється**

тим, що спочатку здійснюють хімічне розчинення зразка аналізованого матеріалу за умови кількісного збереження всіх аналізованих елементів в одному розчині, після чого, використовуючи атомно-емісійний метод аналізу з застосуванням як джерела збудження індуктивно зв'язаної плазми, спочатку проводять якісний аналіз спектра отриманого розчину, а потім здійснюють кількісний аналіз спектра розчину шляхом підбору умов аналізу, наприклад потужності плазми, і побудови однієї чи декількох градувальних характеристик і, нарешті, здійснюють оцінку результатів аналізу зразка.

Корисна модель належить до аналітичної хімії і може бути використаною в чорній і кольоровій металургії, геології, хімічній промисловості, екології та інших галузях промисловості, пов'язаних з аналізом різних матеріалів.

Зокрема запропоноване рішення може використовуватися для визначення вмісту кальцію, магнію, алюмінію, марганцю, кремнію, титана, калію і натрію, наприклад, у силікатних матеріалах, рудах і залізрудній сировині; для визначення низьких вмістів хрому, міді, нікелю, свинцю, титану, ванадію, цинку і фосфору в залізрудній сировині. Крім того, спосіб може бути використаний для визначення концентрацій миш'яку, алюмінію, срібла, кобальту, кадмію, хрому, бора, вісмуту, міді, заліза, магнію, марганцю, нікелю, свинцю, сурми, олова, фосфору, сірки, титана, ванадію і цинку у феросплавах, алюмінієвих, мідних сплавах і чистій міді.

Відомі способи прямого визначення вмісту компонентів хімічними методами [наприклад, ГОСТ 21876.1-76 - 21876.5-76 Ферромарганец. Методы химического анализа; ГОСТ 23581.1-81 - 23581.22-81 Руды железные, концентраты, агломераты; ДСТУ 3563-97 Шлаки металлургического

производства. Методы определения фосфора; ГОСТ 13938.1-78 - 13938.12-78 Медь. Методы анализа та ін.].

Недоліками даних способів є:

- визначення кожного з компонентів з окремої наважки;

- визначення декількох компонентів проби з одної наважки за допомогою класичного хімічного аналізу, що є дуже тривалим у часі, досить трудомістким і вимагає великих економічних витрат у вигляді використовуваних реактивів, хімічного посуду тощо.

Відомий також спосіб рентгенофлюоресцентного аналізу силікатних матеріалів [ДСТУ 3564-97 Шлаки металлургического производства. Метод рентгенофлуоресцентного анализа].

Недоліками способу є:

- необхідність використання великої кількості стандартних зразків (економічні витрати);

- відносно низька точність;

- робота обслуговуючого персоналу відбувається в умовах укр. шкідливих для здоров'я.

Найбільш близьким до рішення, що заявляється, є спосіб аналізу різних матеріалів за допомогою оптичних засобів, що включає хімічне роз-

(13) U
17226
(11)
(19) UA

чинення зразка аналізованого матеріалу [ГОСТ 11739.1-90 - 11739.26-90 Сплавы алюминевые литейные и деформируемые]. Даний спосіб припускає використання атомно-абсорбційного аналізу.

Недоліками способу є:

- тривалість аналізу;
- необхідність застосування різних газових сумішей для різних аналізованих елементів;
- використання дорогих графітових кювет;
- наявність окремих ламп із порожнистим катодом для всіх елементів, які аналізують.

В основу корисної моделі поставлена задача підвищення експресності та економічності визначення вмісту елементів у матеріалах.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі аналізу різних матеріалів за допомогою оптичних засобів, що включає хімічне розчинення зразка аналізованого матеріалу, відповідають до корисної моделі, спочатку здійснюють хімічне розчинення зразка аналізованого матеріалу за умови кількісного збереження всіх аналізованих елементів в одному розчині, після чого, використовуючи атомно-емісійний метод аналізу з застосуванням як джерела збудження індуктивно зв'язаної плазми, спочатку проводять якісний аналіз спектра отриманого розчину, а потім здійснюють кількісний аналіз спектра розчину, шляхом підбора умов аналізу, наприклад, потужності плазми, і побудови однієї чи декількох градувальних характеристик, і, нарешті, здійснюють оцінку результатів аналізу зразка.

Нова сукупність обмежувальних і відмітних ознак є причиною, а технічний результат, що досягається, (підвищення експресності та економічності визначення вмісту елементів у матеріалах) - їхнім наслідком.

Сутність способу полягає в тому, що досліджуваний зразок, приготовлений відповідним чином, подають за допомогою перистальтичного насоса і потоку аргону в плазменний пальник, де під дією високих температур він розкладається і випромінює світло від атомів, що є присутнім у зразку елементів, на різних довжинах хвиль. Випромінювана кількість світла, пройшовши через оптичну систему, реєструється за допомогою матричного напівпровідникового детектора.

Очікуваний технічний результат досягається за рахунок:

1) експресності

Спосіб, що заявляється, дозволяє визначати масові частки всіх компонентів з одної наважки, тобто з одного розчину, що використовується при

аналізі. Не беручи до уваги час підготовки проби, безпосередньо аналіз займає від 1,5 до 3 хвилин.

Також скорочення часу аналізу при застосуванні описаного способу досягається за рахунок одночасного (паралельного) аналізу, тому що системі реєстрації спектра (CID-детектор) використовуваного обладнання, а саме атомно-емісійного спектрометра IRIS Advantage, аналізує будь-яку кількість спектральних ліній будь-якої кількості елементів одночасно.

2) економічність

При використанні даного способу помітно знижується споживання хімічних реактивів і стандартних зразків.

Крім того, завдяки економії часу підвищується продуктивність праці.

Приклад здійснення способу.

Спосіб, що заявляється, використовували для аналізу алюмінієвих сплавів.

Спочатку підготовляли зразок досліджуваного матеріалу. Для цього в скловуглецевий тигель поміщали наважку аналізованого зразка, розчиняли в невеликій кількості концентрованого лугу, з наступним прожарюванням при слабкому нагріванні. Потім додавали воду і соляну кислоту, нагрівали до повного розчинення навішення, отриманий розчин охолоджували і переводили в мірну колбу місткістю 100 см³, додавали розчин внутрішнього стандарту для мінімізації матричних впливів, акуратно доводили до мітки дистильованою водою, ретельно перемішували й відфільтровували через фільтр середньої щільності. Використання алюмінієвої матриці в розчинах для побудови градувальних характеристик, а також використання скандію в якості внутрішнього стандарту, дозволило знизити до мінімуму матричні впливи, а також максимально врахувати похибку приготування розчинів і створити єдине середовище для проб і стандартів.

Аналіз досліджуваного зразка з використанням атомно-емісійного методу аналізу з застосуванням як джерело збудження індуктивно зв'язаної плазми проводили на спектрометрі IRIS Advantage.

Аналітичні графіки, необхідні для оцінки концентрації компонентів проби будували в координатах "Відносна інтенсивність (IR) - Концентрація (C)". При побудові аналітичних графіків застосовували штучні еталонні суміші, що охоплюють вимірюваний діапазон концентрацій з використанням основи і середовища.

Результати аналізу представлені в таблицях 1-4.

Таблиця 1

Умови кількісного аналізу алюмінієвих сплавів

№ п/п	Апаратура і спосіб одержання спектра	Характеристика умов проведення аналізу
1.	Спектрометр	IRIS Advantage DUO з оптичною системою Ешелле
2.	Робоча область	160-1050нм
3.	Джерело збудження проби	аргонова плазма, що збуджується високочастотним розрядом
4.	Вагова кількість проби, що витрачається	0,1г
5.	Час експозиції:	
	короткі хвили	30с
	довгі хвили	20с
6.	Метод визначення концентрацій	Метод порівняння (градувальний графік)
7.	Координати побудови градувального графіка	IR - відносна інтенсивність С - концентрація
8.	Потужність, яка підводиться до плазми	1150Вт
9.	Час промивання пробю	30-40с
10.	Режим спостереження	аксіальний
11.	Транспортуючий пробу потік аргону	0,75л/хв.

Таблиця 2

Аналізовані елементи, аналітичні лінії, що використовуються

Елемент	Аналітична лінія, нм	Порядок лінії
1	2	3
Бор	249,773	(135)
Кадмій	228,802	(147)
Кобальт	228,616	(147)
	238,892	(141)
Хром	267,716	(126)
Мідь	224,700	(150)
	327,396	(102)
Залізо	234,349	(143)
	259,940	(129)
Магній	202,582	(166)
	280,270	(120)
	383,826	(087)
Марганець	260,569	(129)
Нікель	231,604	(145)
	341,476	(098)
Свинець	220,353	(152)
Сурма	206,833	(162)
	217,581	(154)
Кремній	212,412	(158)
	220,798	(152)
Олово	189,989	(177)
Титан	334,941	(100)
Ванадій	292,402	(115)
Цинк	202,548	(166)
	206,200	(163)
Скандій	255,237	(132)
	335,373	(100)

Таблиця 3

Склад синтетичних розчинів,
що використовуються для побудови градувальних характеристик

Елемент	Найменування розчину					
	STD0	1YMES	10YMES	ALSI50Y	ALSI100Y	ALSI150Y
	Конц-я ел-та, ppm	Конц-я ел-та, ppm	Конц-я ел-та, ppm	Конц-я ел-та, ppm	Конц-я ел-та, ppm	Конц-я ел-та, ppm
B	0	1	10			
Cd	0	1	10	-	-	-
Co	0	1	10	-	-	-
Cr	0	1	10	-	-	-
Cu	0	1	10	-	-	-
Fe	0	1	10	-	-	-
Mg	0	1	10	-	-	-
Mn	0	1	10	-	-	-
Ni	0	1	10	-	-	-
Pb	0	1	10	-	-	-
Sb	0	1	10	-	-	-
Si	0	-	-	50	100	150
Sn	0	1	10	-	-	-
Ti	0	1	10	-	-	-
V	0	1	10	-	-	-
Zn	0	1	10	-	-	-

Таблиця 4

Результати відтворюваності ГСО алюмінію
на спектрометрі з ICP у порівнянні з атестованими значеннями

Назва ГСО	Вміст елементів, %									
	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Ni	Pb	Si	Ti	Zn
A1856a										
заявлений спо- сіб	0,063	3,46	0,86	0,063	0,30	0,38	0,11	9,21	0,068	0,94
атестоване зна- чення	0,060	3,50	0,85	0,063	0,35	0,37	0,11	9,16	0,065	0,96