

DOI: <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2023-89-2-II-49-52>

РАСШИРЕНИЕ И ОПТИМИЗАЦИЯ НОМЕНКЛАТУРЫ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА ЧУГУНА

© Мария Викторовна Третьякова*, Елена Альбертовна Лащенко, Елизавета Васильевна Кочергина

Закрытое акционерное общество «Институт стандартных образцов» (ЗАО «ИСО»), Россия, 620057, г. Екатеринбург, Уль-
яновская ул., д. 13-а; *e-mail: spectral@icrm-ekb.ru

*Статья поступила 10 декабря 2022 г. Поступила после доработки 20 декабря 2022 г.
Принята к публикации 28 декабря 2022 г.*

ЗАО «ИСО» традиционно выпускает стандартные образцы для спектрального анализа чугуна. За последние пять лет выпущены наборы ИСО ЧГ24/1 – ИСО ЧГ28/1, ИСО ЧГ35/1 – ИСО ЧГ40/1, ИСО ЧГ41/1 – ИСО ЧГ45/1, а также два новых стандартных образца чугуна ИСО ЧГ56 и ИСО ЧГ57. Для установления аттестованных значений содержания элементов использовали как химические, так и инструментальные методы (ИК-спектрометрия, атомно-эмиссионная спектрометрия с различными источниками возбуждения спектра, рентгенофлуоресцентный анализ и др.). В наборе ИСО ЧГ35/1 – ИСО ЧГ40/1 дополнительно аттестованы Co, Nb и Se, последний также аттестован в образцах ИСО ЧГ24/1, ИСО ЧГ26/1 (0,021 и 0,017 % Se соответственно). Показана возможность совместного применения новых комплектов с выпущенными ранее. В соответствии с запросами потребителей во второй половине 2023 г. ЗАО «ИСО» планирует выпуск образца нодулярного чугуна с большим числом аттестованных примесей, суммарное содержание которых не превышает 0,30 %.

Ключевые слова: сертифицированный стандартный образец; чугун; атомно-эмиссионная спектрометрия; рентгенофлуоресцентный анализ.

EXPANSION AND OPTIMIZATION OF THE NOMENCLATURE OF CERTIFIED REFERENCE MATERIALS FOR SPECTRAL ANALYSIS OF CAST IRONS

© Maria V. Tretiakova*, Elena A. Lashchenova, Elizaveta V. Kochergina

The Institute for Certified Reference Materials (ICRM), 13-a, Ul'yanovskaya ul., Yekaterinburg, 620057, Russia;
*e-mail: spectral@icrm-ekb.ru

Received December 10, 2022. Revised December 20, 2022. Accepted December 28, 2022.

Certified reference materials are an integral part of laboratory metrological support. They are used in spectral analysis for calibration of measuring instruments, quality control of measurement results, in verification and ensuring the traceability of measurement. The interchangeability between sets, samples of new and earlier issues is rather important. The Institute for Certified reference materials maintains the current nomenclature of certified reference materials for spectral analysis of cast irons. New samples are developed not only to reproduce the previously available characteristics, but also to expand them by increasing the number of certified characteristics or ranges of certified values. The possibility of joint use of the new and previously released sets is shown. To comply with consumer demands, we are going to produce in the second half of 2023 CJSC ISO nodular cast iron with a large number of certified impurities, the total content of which does not exceed 0.30%.

Keywords: certified reference material; cast iron; atomic-emission spectrometry; XRF-spectrometry.

Введение

Стандартные образцы являются неотъемлемой частью метрологического обеспечения лаборатории. Они необходимы для градуировки средств измерений и контроля качества результатов анализа, используются в поверочных схемах и обеспечивают прослеживаемость результатов измерений [1 – 3]. Необходимо и удобно иметь

возможность заменить израсходованный стандартный образец на аналогичный. Для этой цели Институт стандартных образцов стабильно выпускает действующие стандартные образцы, одновременно работая над расширением их перечня с учетом запросов потребителей.

В ЗАО «ИСО» активно ведется работа по выпуску стандартных образцов для спектрального

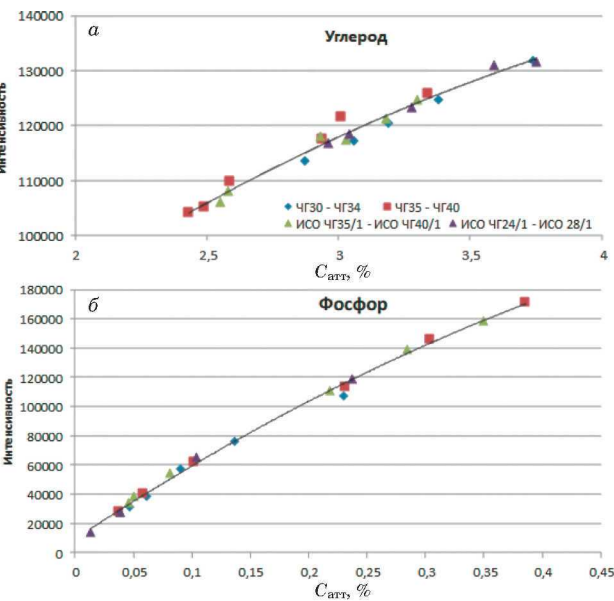


Рис. 1. Градуировочные зависимости для определения углерода (а) и фосфора (б), полученные с использованием спектрометра Q8 Magellan

Fig. 1. Calibration curves for carbon (a) and phosphorus (b) determination (Q8 Magellan spectrometer)

анализа чугуна. За последние пять лет выпущены наборы ИСО ЧГ24/1 – ИСО ЧГ28/1 (ГСО 11666–2020 – ГСО 11670–2020), ИСО ЧГ35/1 – ИСО ЧГ40/1 (ГСО 11875–2022 – ГСО 11880–2022), ИСО ЧГ41/1 – ИСО ЧГ45/1 (ГСО 11511–2020 – ГСО 11515–2020) взамен ранее выпущенных комплектов [4]. В дополнение к комплекту ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55 также выпущено два новых стандартных образца чугуна ИСО ЧГ56 и ИСО ЧГ57. Перечисленные образцы, за исключением ИСО ЧГ41/1 – ИСО ЧГ45/1, изготовлены по тех-

нологии, использованной при выпуске комплекта ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55 [5].

Материалы и методы исследования

Исследование однородности материала проводили методами атомно-эмиссионной спектроскопии и рентгенофлуоресцентного анализа в соответствии с методикой, разработанной в Институте.

Методы анализа химического состава чугуна разнообразны и хорошо известны, но до сих пор совершенствуются [6 – 8]. Для установления аттестованных значений массовых долей элементов использовали результаты, полученные методами классической «мокрой» химии, ИК-спектроскопии, атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой и искровым возбуждением спектра, рентгенофлуоресцентного анализа, электрохимические методы и др.

В новых комплектах аттестованные характеристики и диапазоны аналогичны предшествующим выпускам. Набор ИСО ЧГ35/1 – ИСО ЧГ40/1 выпущен взамен двух комплектов ЧГ30 – ЧГ34 (ГСО 9463–2009) и ЧГ35 – ЧГ40 (ГСО 9420–2009). Диапазоны содержаний элементов этих комплектов приведены в таблице. В новом наборе дополнительно аттестованы кобальт, ниобий, церий, последний также аттестован в образцах ИСО ЧГ24/1 и ИСО ЧГ26/1: значения массовой доли церия составляют 0,021 и 0,017 % соответственно.

Для подтверждения взаимозаменяемости и обеспечения совместного применения различных комплектов, наборов, единичных стандартных образцов в ЗАО «ИСО» проводят специальный эксперимент, в котором проверяют возможность получения единой градуировочной зависимости с помощью исследуемых образцов. На рис. 1 – 3

Диапазоны массовых долей элементов (%), аттестованных в комплектах ЧГ30 – ЧГ34, ЧГ35 – ЧГ40, ИСО ЧГ35/1 – ИСО ЧГ40/1

Ranges of mass fractions values (% wt.) certified in ChG30 – ChG34, ChG35 – ChG40, ICRM ChG35/1 – ICRM ChG40/1

Комплект	C	Si	Mn	Cr	Ni	S	P	V
ЧГ30 – ЧГ34	2,87 – 3,74	0,60 – 1,97	0,54 – 2,10	0,031 – 1,22	0,068 – 0,361	0,018 – 0,087	0,047 – 0,230	0,0035 – 0,294
ЧГ35 – ЧГ40	2,43 – 3,34	0,617 – 2,30	0,302 – 1,56	0,233 – 1,98	0,162 – 2,15	0,021 – 0,088	0,038 – 0,386	0,043 – 0,325
ИСО ЧГ35/1 – ИСО ЧГ40/1	2,55 – 3,30	0,61 – 2,11	0,372 – 1,54	0,210 – 1,96	0,188 – 2,30	0,026 – 0,072	0,046 – 0,350	0,010 – 0,352
Комплект	Mo	Ti	Cu	Sn	Co	Nb	Ce	
ЧГ30 – ЧГ34	0,0061 – 0,201	0,0063 – 0,064	0,077 – 0,576	0,013 – 0,29	—	—	—	
ЧГ35 – ЧГ40	0,027 – 0,55	0,022 – 0,18	0,090 – 1,20	—	—	—	—	
ИСО ЧГ35/1 – ИСО ЧГ40/1	0,031 – 0,598	0,019 – 0,18	0,102 – 0,99	0,012 – 0,073	0,0061 – 0,017	0,003; 0,011	0,008; 0,011	

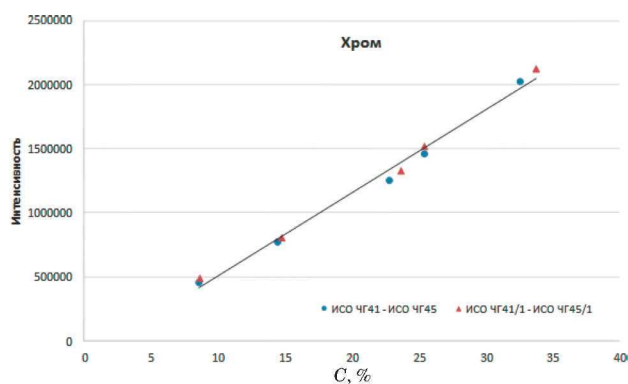


Рис. 2. Градуировочная зависимость для определения хрома, полученная с использованием спектрометра Spectrolab M11

Fig. 2. Calibration curve for chromium determination using a Spectrolab M11 spectrometer

приведены примеры градуировочных графиков для определения некоторых элементов, полученные с использованием атомно-эмиссионных и рентгенофлуоресцентного спектрометров. Все градуировочные зависимости построены в координатах «аттестованное значение массовой доли элемента — относительная интенсивность».

На рис. 4 приведен пример градуировочного графика для определения мышьяка, построенного с использованием комплекта ИСО ЧГ50 — ИСО ЧГ55, с расширенным диапазоном определяемых содержаний за счет применения образцов ИСО ЧГ56, ИСО ЧГ57.

Заключение

Работа по планированию и выпуску новых стандартных образцов чугуна показала необходимость поддерживать выпуск стандартных образцов из действующего перечня, а также осуществлять повторный выпуск востребованных комплектов (наборов) образцов. При этом проводят анализ образцов разных комплектов (наборов) в целях оптимизации их номенклатуры, исключения повторов в композиции стандартного образца.

Одновременно с поддержанием действующей номенклатуры развитие металлургии [9, 10] формирует запрос на новые образцы, позволяющие определять большее число элементов в более широком диапазоне содержаний.

Во второй половине 2023 г. запланирован выпуск стандартного образца нодулярного чугуна, который характеризуется низким содержанием серы, фосфора, кремния, марганца.

В нодулярном чугуне необходимо контролировать большое число примесей, суммарное содержание которых не должно превышать 0,30 %.

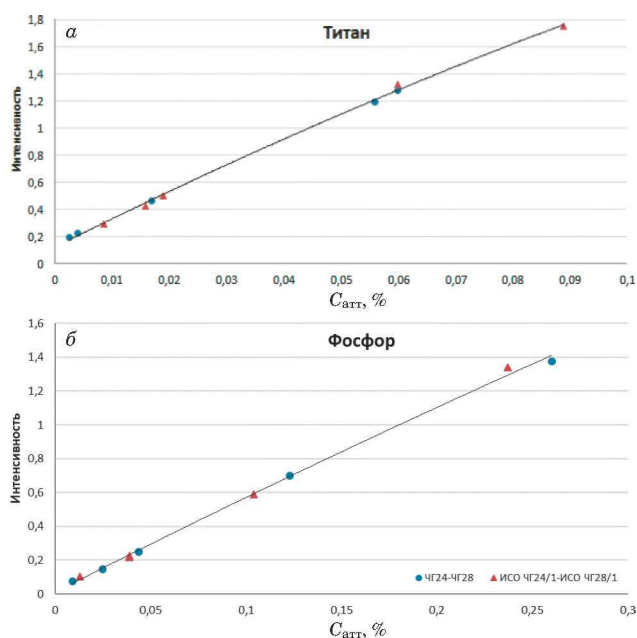


Рис. 3. Градуировочные зависимости для определения титана (а) и фосфора (б), полученные с использованием спектрометра ARL 9900

Fig. 3. Calibration curves for titanium (a) and phosphorus (b) determination using an ARL 9900 spectrometer

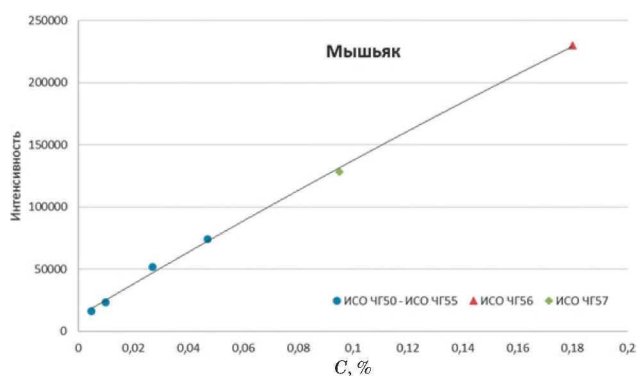


Рис. 4. Градуировочная зависимость для определения мышьяка, полученная с использованием спектрометра Spectrolab M11

Fig. 4. Calibration curve for arsenic determination using a Spectrolab M11 spectrometer

Этот тип чугуна является основой для выплавки высокопрочных чугунов, используемых в автотранспортном машиностроении, в производстве прокатного, кузнечнопрессового и другого промышленного оборудования.

ЗАО «ИСО» делает все необходимое, чтобы выпуск новых стандартных образцов отвечал актуальным запросам потребителей.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Осинцева Е. В., Медведевских С. В.** Тенденции в области стандартных образцов в России / Стандартные образцы. 2015. № 4. С. 3 – 21.
2. **Студенок В. В., Кремлева О. Н.** Стандартные образцы в системе метрологического обеспечения количественного анализа / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2019. Т. 85. № 1. Ч. II. С. 130 – 134. DOI: 10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-130-134
3. **Барановская В. Б., Медведевских М. Ю., Карпов Ю. А.** Актуальные проблемы качества химического анализа / Аналитика и контроль. 2021. Т. 25. № 4. С. 273 – 279. DOI: 10.15826/analitika.2021.25.4.005
4. **Самарина Г. А., Игнатенко Т. И.** Разработка новых комплектов стандартных образцов для спектрального анализа чугунов / Стандартные образцы. 2012. № 4. С. 28 – 32.
5. **Третьякова М. В., Лашенова Е. А.** Исследование материала нового комплекта стандартных образцов ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55 для спектрального анализа чугунов / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018. Т. 84. № 1. Ч. II. С. 38 – 41. DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-38-41
6. **Mendez S., Lopez D., Asenjo I., et al.** Improved Analytical Method for Chemical Analysis of Cast Irons Application to Castings with Chunky Graphite / ISIJ Int. 2011. Vol. 51. N 2. P 242 – 249. DOI: 10.2355/isijinternational.51.242
7. **Калинин Б. Д.** Рентгенофлуоресцентное определение содержания элемента в многокомпонентных образцах / Аналитика и контроль. 2019. Т. 23. № 4. С. 476 – 482. DOI: 10.15826/analitika.2019.23.4.006
8. **Knapik P.** Application of ICP-OES spectrometry for determination of high concentrations of silicon in cast iron and steel / J. Metal. Mater. 2021. Vol. 73. N 3. P 29 – 32. DOI: 10.32730/imz.2657.747.91.3.4
9. **Vaško A., Belan J., Tillová E.** Static and dynamic mechanical properties of nodular cast irons / Arch. Metall. Mater. 2019. Vol. 64. N 1. P 185 – 190. DOI: 10.24425/amm.2019.126236
10. **Dwulat R., Janerka K.** Evaluation of the Metallurgical Quality of Nodular Cast Iron in the Production Conditions of a Foundry / J. Manuf. Mater. Process. 2023. Vol. 7. N 1 : 18. DOI: 10.3390/jmmp7010018

REFERENCES

1. **Osintseva E. V., Medvedevskikh S. V.** Trends in field of reference materials in Russia / Standart. Obraztsy. 2015. N 4. P 3 – 21 [in Russian].
2. **Studenok V. V., Kremleva O. N.** Reference materials in the system of metrological assurance of quantitative analysis / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2019. Vol. 85. N 1. Part II. P 130 – 134 [in Russian]. DOI: 10.26896/1028-6861-2019-85-1-II-130-134
3. **Baranovskaya V. B., Medvedevskikh M. Yu., Karpov Yu. A.** Current quality issues in chemical analysis / Analit. Kontrol'. 2021. Vol. 25. N 4. P 273 – 279 [in Russian]. DOI: 10.15826/analitika.2021.25.4.005
4. **Samarina G. A., Ignatenko T. I.** Elaboration of the new sets of certified reference materials of steels for spectrometry / Standart. Obraztsy. 2012. N 4. P 28 – 32 [in Russian].
5. **Tretiakova M. V., Lashchenova E. A.** Study of new set of certified reference materials ICRM ChG50 – ICRM ChG55 for spectral analysis of alloyed cast irons / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2018. Vol. 84. N 1. Part II. P 38 – 41 [in Russian]. DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-38-41
6. **Mendez S., Lopez D., Asenjo I., et al.** Improved Analytical Method for Chemical Analysis of Cast Irons Application to Castings with Chunky Graphite / ISIJ Int. 2011. Vol. 51. N 2. P 242 – 249. DOI: 10.2355/isijinternational.51.242
7. **Kalinin B. D.** X-ray fluorescent determination of an element in the multicomponent samples / Analit. Kontrol'. 2019. Vol. 23. N 4. P 476 – 482 [in Russian]. DOI: 10.15826/analitika.2019.23.4.006
8. **Knapik P.** Application of ICP-OES spectrometry for determination of high concentrations of silicon in cast iron and steel / J. Metal. Mater. 2021. Vol. 73. N 3. P 29 – 32. DOI: 10.32730/imz.2657.747.91.3.4
9. **Vaško A., Belan J., Tillová E.** Static and dynamic mechanical properties of nodular cast irons / Arch. Metall. Mater. 2019. Vol. 64. N 1. P 185 – 190. DOI: 10.24425/amm.2019.126236
10. **Dwulat R., Janerka K.** Evaluation of the Metallurgical Quality of Nodular Cast Iron in the Production Conditions of a Foundry / J. Manuf. Mater. Process. 2023. Vol. 7. N 1 : 18. DOI: 10.3390/jmmp7010018