

DOI: 10.26896/1028-6861-2018-84-1(II)-38-41

УДК (UDC) 006.9:53.089.68:543.42:669.13

ИССЛЕДОВАНИЕ МАТЕРИАЛА НОВОГО КОМПЛЕКТА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55 ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА ЧУГУНОВ

© Мария Викторовна Третьякова, Елена Альбертовна Лащёнова

ЗАО «Институт стандартных образцов», г. Екатеринбург, Россия; e-mail: spectral@icrm-ekb.ru

Статья поступила 10 октября 2017 г.

В 2017 г. Институт стандартных образцов выпустил новый комплект стандартных образцов (СО) для спектрального анализа чугунов ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55. Образцы данного комплекта изготовлены по новой технологии, что позволит оптимально использовать объем материала СО. Для оценки вклада погрешности от неоднородности материала в общую погрешность СО провели специальный эксперимент по исследованию однородности. Оценили согласованность аттестованных характеристик нового комплекта СО чугуна со значениями для образцов из ранее выпущенных комплектов. Показана возможность применения комплекта ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55 для градуировки атомно-эмиссионных и рентгенофлуоресцентных спектрометров.

Ключевые слова: чугун; атомно-эмиссионный спектральный анализ; рентгенофлуоресцентный спектральный анализ; стандартные образцы; комплект стандартных образцов.

STUDY OF THE NEW SET OF CERTIFIED REFERENCE MATERIALS ICRM CHG50 – ICRM CHG55 FOR SPECTRAL ANALYSIS OF ALLOYED CAST IRONS

© Mariya V. Tretiakova and Elena A. Lashchenova

The Institute for Certified Reference Materials (ICRM), Yekaterinburg, Russia; e-mail: spectral@icrm-ekb.ru

Submitted October 10, 2017.

A new set of certified reference materials (CRM) of alloyed cast irons CHG50 – ICRM CHG55 has been developed in 2017 at the Institute for Certified Reference Materials. Novel technology thus used provided optimal use of the CRM volume. Special experiment was carried out to evaluate the contribution of heterogeneity to the total uncertainty of CRM. Study of the compatibility of the certified characteristics of the new set with the values of previously released cast irons sets revealed the possibility of using cast iron set CHG50 – CHG55 in x-ray fluorescence and atomic emission spectrometers.

Keywords: cast iron; atomic emission spectrometry; X-ray fluorescence spectrometry; certified reference materials; set of certified reference materials.

Система стандартных образцов для спектрального анализа, реализованная более сорока лет назад в нашей стране, до сих пор не утратила своей актуальности. Она продолжает жить и развиваться [1]. Требования к стандартным образцам становятся только выше, как с точки зрения их характеристики, так и с точки зрения экономической выгоды: любой потребитель заинтересован в использовании максимального объема материала стандартного образца.

Основу нового комплекта СО чугунов для спектрального анализа ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55, выпущенного в Институте стандартных образцов, составляют образцы передельного чугуна марок ПФЗ, П1, ПВКЗ, ПФ2. Для расширения диапазона определяемых содержаний элементов

комплект дополнен образцами чугуна марок АЧС-2, ЧХ1. Впервые в комплекте СО чугунов аттестованы кобальт, свинец, цинк и вольфрам. Аттестованные значения массовых долей элементов в образцах комплекта ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55 приведены в таблице.

Как правило, стандартные образцы чугунов для спектрального анализа имеют ограниченную по высоте рабочую зону с отбеленной структурой и усадочную раковину в верхней части образца [2].

Образцы нового комплекта выплавлены в Чехии. При их изготовлении была использована альтернативная технология разлива металла через дозатор в особые литейные формы, расположенные между двумя массивными водоохлаж-

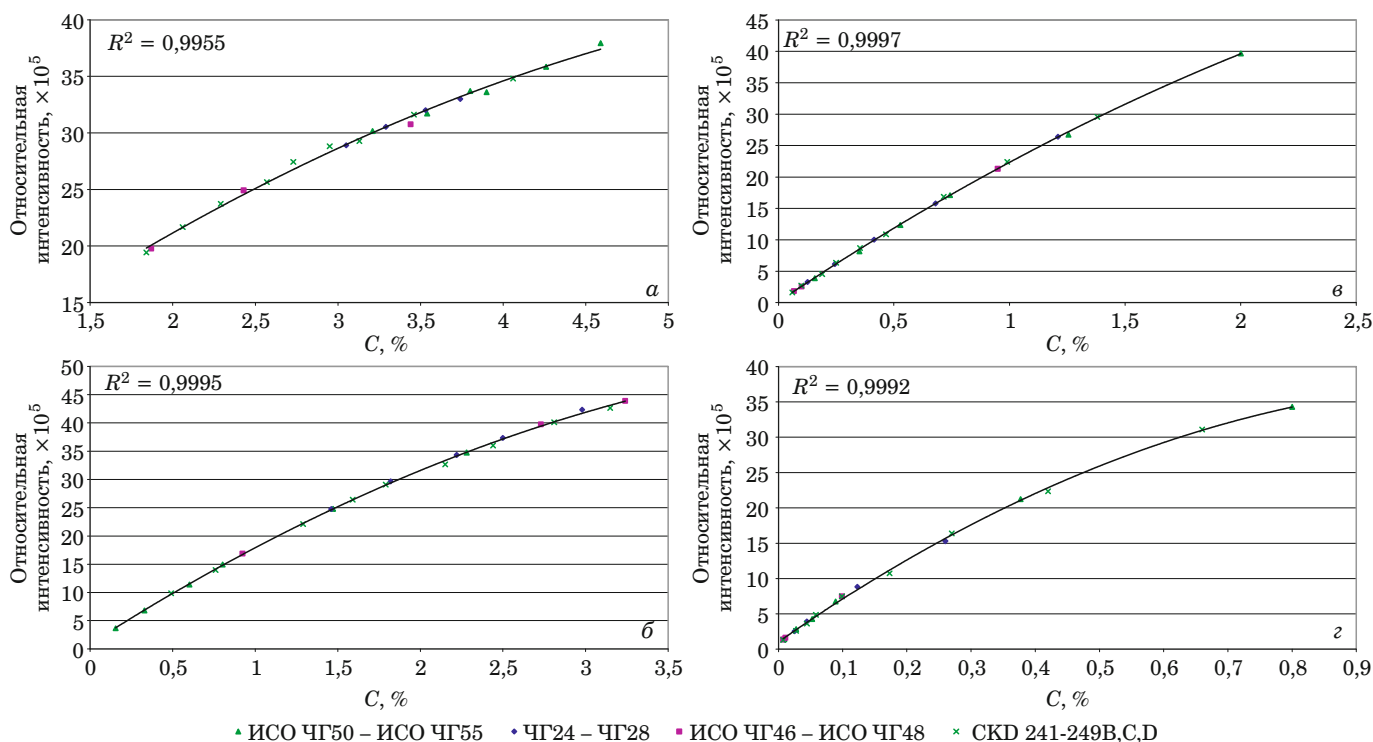


Рис. 1. Градуировочные характеристики для атомно-эмиссионного определения углерода (а), кремния (б), марганца (в) и фосфора (г), полученные с использованием спектрометра SPECTROLAB M11 (SPECTRO, Германия)

Аттестованные значения массовой доли элементов, %

Индекс СО	Элементы									
	C	Si	Mn	Cr	Ni	S	P	Cu	Al	Mo
ЧГ50	3,54	1,47	0,351	0,085	0,146	0,0840	0,0087	0,175	0,0282	0,0077
ЧГ51	4,26	0,329	0,743	0,193	0,093	0,0348	0,377	0,072	0,0275	0,0377
ЧГ52	3,90	0,802	1,255	0,0150	0,0079	0,0134	0,0522	0,0065	0,113	0,0020
ЧГ53	4,59	0,154	2,001	0,031	0,047	—	0,0273	0,0080	0,0056	0,0021
ЧГ54	3,80	0,601	0,157	0,250	0,221	0,0385	0,79	0,350	0,0603	—
ЧГ55	3,21	2,28	0,528	0,735	0,052	0,0041	0,089	0,0246	0,0240	0,0133

Индекс СО	Элементы								
	V	Ti	Co	As	Sn	Sb	Pb	W	Zn
ЧГ50	0,0238	—	0,0172	0,0100	0,071	0,0067	0,0117	0,0092	0,0313
ЧГ51	0,293	0,113	0,052	0,027	0,039	0,0298	0,028	0,024	0,0184
ЧГ52	0,0049	0,0101	0,0015	—	0,0041	—	0,0135	—	—
ЧГ53	0,137	0,0136	0,0289	—	0,0015	—	—	—	—
ЧГ54	0,054	0,082	0,0074	0,047	0,0176	0,0098	0,0110	—	0,0113
ЧГ55	0,073	0,284	0,0246	0,0047	0,0093	—	—	—	—

даемыми плитами. Быстрое охлаждение отливок позволило получить структуру отбеленного чугуна с двух сторон заготовки. Затем для улучшения качества рабочих поверхностей металл подвергли механической обработке. В итоге были получены экземпляры материала стандартных образцов чугуна цилиндрической формы, имеющие две рабочие поверхности — сверху и снизу.

Маркировка с индексом СО нанесена на боковую поверхность.

В связи с тем, что образцы комплекта ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55 имеют две рабочие поверхности, объем эксперимента по исследованию однородности в лаборатории спектрального анализа ИЦ ЗАО «ИСО» пришлось увеличить. Исследование однородности проводили для материала каждого типа СО в соответствии с СТО

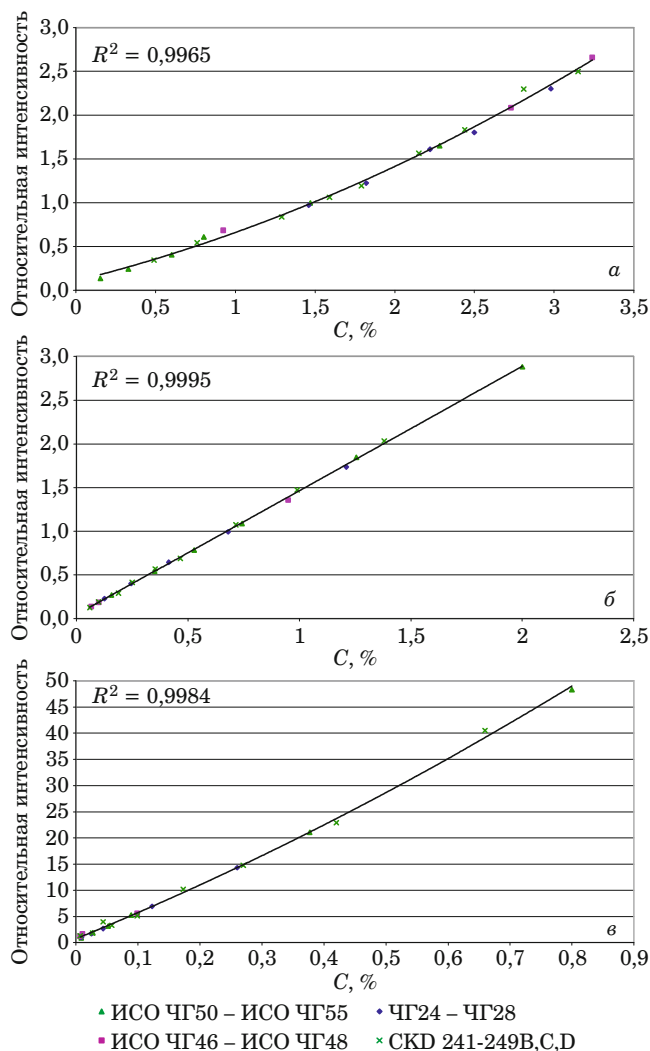


Рис. 2. Градуировочные характеристики для рентгенофлуоресцентного определения кремния (а), марганца (б) и фосфора (в), полученные с использованием спектрометра СРМ-25 (Научприбор, Россия)

20872050.СМК.ИЦ.08–2016 [3]. Для того, чтобы подтвердить незначимость неопределенности от неоднородности материала на фоне погрешности метода, сначала рассчитали показатели неоднородности для каждой рабочей поверхности, а затем — для обобщенного массива данных. По совокупности полученных результатов пришли к выводу об однородности материала и его дальнейшей пригодности для изготовления стандартных образцов утвержденного типа (ГСО). Однородность материала СО исследовали методами атомно-эмиссионной спектрометрии и рентгенофлуоресцентного анализа, что позволяет рекомендовать данные СО для каждого из указанных методов.

Согласно РМГ 56–2002 [4] целью взаимного сличения двух комплектов СО является оценка возможности их взаимной замены при построении градуировочных характеристик для средств

измерений конкретных типов. Для этого проводят взаимное сличение комплектов СО в случае выпуска очередной партии СО утвержденного типа или при утверждении нового типа СО взамен ранее утвержденного.

ЗАО «ИСО» ставит перед собой более широкую задачу — обеспечить не только взаимозаменяемость комплектов, но и возможность их совместного применения, т. е. показать, как один комплект дополняет другой. Кроме того, одновременное сопоставление (исследование согласованности) для большего числа комплектов позволит убедиться в том, что применение нового комплекта для градуировки спектрометров дает возможность дополнить градуировочные зависимости, построенные с использованием СО других комплектов. Поэтому эксперимент по исследованию согласованности построен иначе, чем описано в руководстве [4].

Так как комплект ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55 выпущен впервые, исследование согласованности проводили с ранее выпущенными комплектами СО чугунов ЧГ24 – ЧГ28 (ГСО 8887–2007) и ИСО ЧГ46 – ИСО ЧГ48 (ГСО 10850–2016), также изготовленными в Чехии. Дополнительно в исследование согласованности был включен комплект чугунов зарубежного производства СКД 241 – 249 В, С, D (Чехия). Исследование проводили с использованием атомно-эмиссионного спектрометра SPECTROLAB M11 (SPECTRO, Германия) и рентгенофлуоресцентного спектрометра СРМ-25 (Научприбор, Россия). Полученные градуировочные характеристики для определения ряда элементов приведены на рис. 1, 2.

Из рис. 1, 2 видно, что комплекты хорошо согласуются между собой, и при необходимости их можно использовать совместно для градуировки спектрометров.

Суммируя вышеизложенное, можно предположить, что выпущенный комплект ГСО чугунов ИСО ЧГ50 – ИСО ЧГ55 найдет широкое применение как для атомно-эмиссионного, так и рентгенофлуоресцентного анализа чугунов основных марок, а наличие двух рабочих поверхностей у каждого СО послужит наиболее эффективному использованию материала стандартного образца чугуна.

ЛИТЕРАТУРА

1. Козьмин В. А., Щукина М. Ю., Козьмин М. В. Совершенствование номенклатуры и выпуск новых стандартных образцов материалов черной металлургии / Стандартные образцы. 2012. № 4. С. 20 – 23.
2. Самарина Г. А., Игнатенко Т. И. Разработка новых комплектов стандартных образцов для спектрального анализа чугунов / Стандартные образцы. 2012. № 4. С. 28 – 32.

3. СТО 20872050.СМК.ИЦ.08–2016. Стандарт организации. Монолитные стандартные образцы. Способы оценивания однородности. — Екатеринбург: ЗАО «ИСО», 2016.
4. РМГ 56–2002 ГСИ. Комплекты стандартных образцов состава веществ и материалов. Методика взаимного сличения. — М.: ИПК изд-во стандартов, 2004. — 8 с.

REFERENCES

1. **Kozmin V. A., Shchukina M. Yu., Kozmin M. V.** Improvement of the assortment and production of the new reference materials for ferrous metallurgy / Standart. Obraztsy. 2012. N 4. P. 20 – 23 [in Russian].
2. **Samarina G. A., Ignatenko T. I.** Development of the new sets of certified reference materials for the spectral analysis of cast iron / Standart. Obraztsy. 2012. N 4. P. 28 – 32 [in Russian].
3. СТО 20872050.СМК.ИЦ.08–2016. Standard of organization Monolithic certified reference materials. Methods of homogeneity assessment. — Yekaterinburg: JSC “ISO”, 2016 [in Russian].
4. РМГ 56–2002. State system for ensuring the uniformity of measurements. Sets of reference materials of composition of substances and materials. Mutual comparison procedure. — Moscow: Izd. standartov, 2004. — 8 p. [in Russian].