

Метрологические характеристики эмиссионного спектрометра ИСКРОН-2

Все нижеприведенные измерения проводились на комплектах ГСО сталей углеродистых и легированных УГ0д – УГ9д и УГ75 – УГ79. Усреднения и вычисления СКО проводились по 4-м обыскриваниям. Время накопления сигнала в одном кадре – 0.06 с. Число кадров за время одного обыскривания – 100 (т.е. время экспозиции – 6 с).

Аналитические линии и небольшое время накопления сигнала в одном кадре (0.06 с) выбраны из соображений обеспечить определение концентраций элементов во всех диапазонах значений, аттестованных в указанных комплектах ГСО, с относительными случайными погрешностями в интервале 0.1 – 40 % (последнее значение относится к минимальной концентрации серы 0.003 в образце УГ 77). Отдельные аналитические линии (например, Ni 339,104) не являются самыми "сильными" для данного элемента и, поэтому не обеспечивают самых низких из возможных пределов обнаружения соответствующих элементов. Кроме выбора более "сильных" аналитических линий, возможность дальнейшего понижения пределов обнаружения (в случае необходимости) заложена и в возможности установления большего времени накопления сигнала в одном кадре вплоть до нескольких секунд.

Пределы обнаружения ИСКРОН-2

| Элемент | Аналитическая линия, нм | ГСО | $C_{насп}, \%$ | Пределы обнаружения, % |
|---------|-------------------------|------|----------------|------------------------|
| Al | 394,401 | УГ9д | 0,017 | 0.00002 |
| C | 193,091 | УГ2д | 0,01 | 0.0001 |
| Cr | 286,765 | УГ2д | 0,039 | 0.00009 |
| Cu | 219,958 | УГ2д | 0,012 | 0.00009 |
| Mn | 404,136 | УГ2д | 0,008 | 0.00003 |
| Mo | 386,410 | УГ1д | 0,061 | 0.00008 |
| Nb | 319,498 | УГ4д | 0,053 | 0.0001 |
| Ni | 339,104 | УГ1д | 0,048 | 0.0008 |
| P | 178,283 | УГ78 | 0,0071 | 0.0002 |
| S | 180,731 | УГ75 | 0,0089 | 0.0002 |
| Si | 288,158 | УГ6д | 0,51 | 0.00002 |
| Ti | 368,521 | УГ1д | 0,045 | 0.00004 |
| V | 326,770 | УГ2д | 0,005 | 0.00005 |
| W | 202,999 | УГ6д | 0,16 | 0.0009 |

Пояснения:

Расчеты пределов обнаружения выше перечисленных элементов на соответствующих аналитических линиях проводились по критерию " $3\sigma_{фон}$ " по стандартной формуле:

$$C_{ПО} = \frac{3 \times \sigma_{фон} \times C_{насп}}{I_{ас}}$$

где: $\sigma_{фон}$ — СКО значения фона на длине волны аналитической линии, $C_{насп}$ — аттестованное значение массовой доли элемента в соответствующем ГСО, $I_{ас}$ — значение аналитического сигнала (за вычетом фона), соответствующее $C_{насп}$.

ПКГ «ГРАНАТ» Измерительные приборы и аналитическое оборудование

тел./факс (812) 323-96-60 (многоканальный), 251-48-64, 251-04-22
E-mail: info@granat-e.spb.ru www.granat-e.spb.ru

Погрешности измерений на ИСКРОН-2

Относительные случайные погрешности определения на ИСКРОН-2 массовых долей элементов в комплектах ГСО сталей углеродистых и легированных УГ0д – УГ9д и УГ75 – УГ79 в сравнении с требованиями ГОСТ 18895-97 "Сталь. Метод фотоэлектрического спектрального анализа":

| Элемент | Аналитическая линия, нм | Массовая доля элементов % | ГСО с аттестованным значением массовой доли элемента | Относительная случайная погрешность определения массовой доли элемента, % | Относительная погрешность результата анализа по ГОСТ 18895-97, % |
|-----------|-------------------------|---------------------------|--|---|--|
| Al | 394,401 | 0,005-0,01 | УГ4д | 14 | 60 – 30 |
| | | 0,01-0,02 | УГ9д | 7 | 60 – 30 |
| | | 0,02-0,05 | УГ1д | 7 | 60 – 24 |
| | | 0,05-0,1 | УГ3д | 2 | 40 – 20 |
| | | 0,1-0,2 | УГ0д, УГ5д | 2 | 30 – 15 |
| C | 193,091 | 0,01-0,02 | УГ2д | 17 | 40 – 20 |
| | | 0,02-0,05 | --- | --- | 40 – 16 |
| | | 0,05-0,1 | --- | --- | 24 – 12 |
| | | 0,1-0,2 | УГ6д | 2 | 16 – 8 |
| | | 0,2-0,5 | УГ79 | 6 | 12 – 4,8 |
| | | 0,5-1,0 | УГ4д, УГ1д, УГ3д, УГ75, УГ76, УГ78 | 1 – 4 | 8 – 4 |
| | | 1,0-2,0 | УГ0д, УГ9д, УГ77 | 0,7 – 3 | 6 – 3 |
| Cr | 286,765 | 0,01-0,02 | --- | --- | 30 – 15 |
| | | 0,02-0,05 | УГ2д | 5 | 25 – 10 |
| | | 0,05-0,1 | УГ1д | 2 | 16 – 8 |
| | | 0,1-0,2 | УГ4д | 2 | 16 – 8 |
| | | 0,2-0,5 | УГ9д | 1 | 12 – 4,8 |
| | | 0,5-1,0 | УГ0д, УГ3д, УГ7д, УГ76, УГ77 | 0,5 – 2 | 8 – 4 |
| | | 1,0-2,0 | УГ5д, УГ6д, УГ75, УГ78, УГ79 | 1 – 3 | 8 – 4 |
| Cu | 219,958 | 0,01-0,02 | УГ2д | 12 | 40 – 20 |
| | | 0,02-0,05 | --- | --- | 40 – 16 |
| | | 0,05-0,1 | УГ78, УГ4д | 2 | 24 – 12 |
| | | 0,1-0,2 | УГ3д, УГ9д, УГ75, УГ76 | 0,8 – 2 | 20 – 10 |
| | | 0,2-0,5 | УГ0д, УГ5д, УГ6д, УГ77, УГ79 | 0,8 – 2 | 15 – 6 |
| Mn | 404,136 | 0,008 | УГ2д | 5 | нет в ГОСТ |
| | | 0,05-0,1 | --- | --- | 16 – 8 |
| | | 0,1-0,2 | --- | --- | 16 – 8 |
| | | 0,2-0,5 | УГ6д УГ9д, УГ75, УГ77 | 1 – 2 | 12 – 4,8 |
| | | 0,5-1,0 | УГ5д, УГ1д, УГ3д, УГ7д, УГ76, УГ79 | 1 – 3 | 8 – 4 |
| | | 1,0-2,0 | УГ4д, УГ78 | 1 – 3 | 8 – 4 |
| Mo | 386,410 | 0,02-0,05 | УГ2д, УГ3д | 2 | 40 – 16 |
| | | 0,05-0,1 | УГ1д, УГ4д | 0,5 – 3 | 24 – 12 |
| | | 0,1-0,2 | --- | --- | 16 – 8 |
| | | 0,2-0,5 | УГ7д, УГ9д, УГ5д | 0,5 – 2 | 15 – 6 |
| Nb | 319,498 | 0,01-0,02 | --- | --- | 40 – 20 |
| | | 0,02-0,05 | --- | --- | 40 – 16 |
| | | 0,05-0,1 | УГ4д, УГ1д | 8 – 10 | 32 – 16 |
| | | 0,1-0,2 | --- | --- | 24 – 12 |
| | | 0,2-0,5 | УГ3д | 6 | 20 – 8 |
| Ni | 339,104 | 0,01-0,02 | --- | --- | 40 – 20 |
| | | 0,02-0,05 | УГ1д | 3 | 40 – 16 |
| | | 0,05-0,1 | УГ2д | 6 | 24 – 12 |
| | | 0,1-0,2 | УГ9д, УГ78 | 2 – 3 | 16 – 8 |
| | | 0,2-0,5 | УГ0д, УГ5д, УГ75, УГ79 | 0,9 – 3 | 15 – 6 |
| | | 0,5-1,0 | УГ3д, УГ4д, УГ76, УГ77 | 0,5 – 1 | 12 – 6 |
| | | 1,0-2,0 | --- | --- | 8 – 4 |
| | | 2,0-5,0 | УГ7д | 0,5 | 6 – 2,4 |

| | | | | | |
|-----------|---------|---|---|---|---|
| P | 178,283 | 0,002-0,005 0,005-0,01 0,01-0,02 0,02-0,05 | --- УГ77, УГ78 УГ79, УГ75 УГ76 | --- 7 – 14 10 – 13 4 | 100 – 40 40 – 20 30 – 15 30 – 12 |
| S | 180,731 | 0,002-0,005 0,005-0,01 | УГ77, УГ76 УГ78, УГ79, УГ75 | 23 – 40 13 – 20 | 100 – 40 40 – 20 |
| Si | 288,158 | 0,01-0,02 0,02-0,05 0,05-0,1 0,1-0,2 0,2-0,5 0,5-1,0 1,0-2,5 | --- --- --- УГ5д УГ9д, УГ75, УГ77, УГ78, УГ79 УГ3д, УГ6д, УГ76 УГ1д, УГ4д | --- --- --- 2 0,6 – 2 0,8 – 1 0,9 | 40 – 20 40 – 16 24 – 12 20 – 10 15 – 6 12 – 6 8 – 3,2 |
| Ti | 368,521 | 0,005-0,01 0,01-0,02 0,02-0,05 0,05-0,1 0,1-0,2 0,2-0,5 | --- --- УГ1д --- УГ9д, УГ4д УГ3д | --- --- 10 --- 6 – 8 7 | 80 – 40 80 – 40 60 – 24 32 – 16 30 – 15 25 – 10 |
| V | 326,770 | 0,005-0,01 0,01-0,02 0,02-0,05 0,05-0,1 0,1-0,2 0,2-0,5 0,5-1,0 | УГ2д --- --- УГ4д, УГ1д УГ9д УГ7д, УГ5д, УГ6д УГ3д | 3 --- --- 2 2 2 – 3 2 | 40 – 20 40 – 20 40 – 16 24 – 12 16 – 8 15 – 6 10 – 5 |
| W | 202,999 | 0,02-0,05 0,05-0,1 0,1-0,2 0,2-0,5 0,5-1,0 1,0-2,0 | --- --- УГ4д, УГ6д УГ7д, УГ5д УГ3д УГ9д | --- --- 5 – 6 5 3 2 | 40 – 16 24 – 12 20 – 10 15 – 6 12 – 6 12 – 6 |

Пояснения:

Относительная случайная погрешность определения на ИСКРОН-2 массовых долей элементов оценивалась по формуле:

$$\varepsilon = 3.6 \times \sigma_{AC} / C_{пасп}$$

где: σ_{AC} — СКО значения аналитического сигнала на длине волны аналитической линии (за вычетом значения фона), $C_{пасп}$ — аттестованное значение массовой доли элемента в соответствующем ГСО.