



УДК 669.187.2

## СПЕКТРО xSORT — РУЧНОЙ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ СПЕКТРОМЕТР ДЛЯ БЫСТРОГО И ТОЧНОГО АНАЛИЗА МЕТАЛЛОВ НА ИЗДЕЛИИ

М. М. Ливицкий, Я. П. Грыцкий

Исследованы технические возможности портативного рентгенофлуоресцентного спектрометра SPECTRO xSORT для анализа химического состава сплавов на основе железа, титана, меди. Полученные с помощью спектрометра xSORT результаты анализа химического состава сплавов сравниваются с данными испытаний этих образцов, выполненных на лабораторных установках ИЭС им. Е. О. Патона НАН Украины. Показаны возможности использования портативного спектрометра для сортировки и предварительного анализа металлов на изделиях.

Technical capabilities of a portable X-ray fluorescent spectrometer SPECTROxSORT for analysis of chemical composition of alloys on the base of iron, titanium and copper are investigated. Results of analysis of chemical composition of alloys, obtained using spectrometer SPECTROxSORT, are compared with data of testing these specimens, carried out in laboratory equipment of the E.O.Paton Electric Welding Institute of NASU. The feasibility of application of the portable spectrometer for sorting and preliminary analysis of metals on products is shown.

**Ключевые слова:** рентгеноспектральный анализ; компактный энергодисперсионный анализатор; сплавы железа, титана, меди; сортировка и анализ на изделиях

Приборы с маркой SPECTRO во всем мире рассматриваются как эталон мобильного, портативного инструмента для анализа металлов. Ни одна другая компания не имеет сравнимых ноу-хау или столь полного и всестороннего опыта в этой области. С момента основания фирмы в 1979 г. приоритетом выпускаемых ею приборов были мобильные и малогабаритные аналитические спектрометры для анализа химического состава металлических изделий без отбора лабораторной пробы. Это хорошо зарекомендовавшие себя в промышленности SPECTROPORT I, SPECTROPORT II, SPECTROPORT F, SPECTROTEST и SPECTROTEST JR модификаций L, M, F, SPECTROSORT<sup>CCD</sup> и, наконец, особо облегченные модели SPECTRO iSORT и SPECTROTEST.

Мощные лабораторные рентгеновские спектрометры тоже являются важным направлением поставляемого аналитического оборудования фирмы SPECTRO.

Новейшей моделью SPECTRO xSORT фирма «SPECTRO A.I.» представляет компактный энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный спектрометр для непрерывного и продолжительного анализа и сортировки металлов на изделиях. В нем использованы эффективные инновационные компо-

ненты для возбуждения и детектирования. Вместе с другими высококачественными модулями они являются основой для обеспечения уникальной точности, скорости и безопасности этой системы, объединяющей возможности анализа металлов на изделии с требованиями к качеству измерений в лабораторных условиях.

Прибор оснащен миниатюрной маломощной рентгеновской трубкой, которая по конструкции очень близка к моделям трубок, используемых в приборах SPECTRO более высокого класса. Это гарантирует стабильность мощности установленного ионизирующего возбуждения. Специально разработанная технология детектирования, основанная на SDD, позволяет обрабатывать аналитические сигналы до 10 раз быстрее, что в результате приводит к уникальной аналитической гибкости.

Портативный SPECTRO xSORT дает возможность получать близкие к лабораторным результаты измерения до 41 элемента (от магния до тория) за один цикл измерения, который длится всего 2 с. Только 10 с необходимо для сортировки различных сплавов легких металлов алюминия и магния. В процессе анализа даже легкие элементы, такие как магний, кремний, алюминий, фосфор, измеряются на воздухе без применения сложных технологий вакуумирования измерительной зоны или гелиевой продувки, что значительно упрощает конструкцию прибора, облегчает процесс анализа.



Нижние пределы обнаружения элементов в железной основе, полученные на подготовленных стандартных образцах с циклом измерения 10 с, следующие, мас. %: 1,80 Al; 0,03 Cd; 0,01 Co; 0,01 Cr; 0,01 Cu; 0,03 Mn; 0,01 Mo; 0,01 Nb; 0,02 Ni; 0,09 P; 0,03 Pb; 0,06 Sb; 0,50 Si; 0,04 Sn; 0,02 Ti; 0,01 V; 0,06 W; 0,01 Zn; 0,01 Zr.

На специально подготовленных, аттестованных образцах высоколегированной аустенитной стали X18H10T и высокопрочного литейного поршневого алюминиевого сплава АК12ММгН (АЛ30) фирмой «SPECTRO F.I.» проведены испытания аналитических возможностей спектрометра SPECTRO xSORT. Результаты испытаний приведены в табл. 1, где измеренные значения легирующих химических элементов и примесей в сплавах получены при одновременном определении и усреднении пяти параллельных опытов с расчетом среднеквадратичной погрешности измерений.

Результаты, показанные в табл. 1, свидетельствуют о хорошей сходимости данных анализа сплавов, полученных на приборе SPECTRO xSORT с аттестованными значениями концентраций хими-

ческих элементов, полученных на лабораторных спектрометрах высокого класса точности.

SPECTRO xSORT — компактный прибор. Масса его не превышает 1,5 кг при габаритах 333×84×314 мм. Аккумулятор и компактный персональный компьютер (КПК) собраны с измерительным устройством в одном надежном пластмассовом корпусе, защищающем элементы конструкции от ударов и вибрации. Литий-ионная аккумуляторная батарея обеспечивает непрерывную работу устройства в течение не менее 3 ч. Потребляемая мощность во время измерения составляет 15 Вт, в режиме ожидания — 6 Вт. Зарядное устройство позволяет работать от сети переменного напряжения 100...240 В без ограничения во времени.

Защитный чехол делает прибор SPECTRO xSORT не чувствительным к влиянию погодных условий. Для свободного перемещения оператора с прибором в сложных производственных условиях последний фиксируется в набедренном чехле. При транспортировке на дальние расстояния и для хранения предусмотрен удобный бокс.

Особо следует отметить устройство автоматизированной заслонки, открывающей измерительное окно перед пробой на время выполнения анализа. Одна ее функция заключается в защите зоны измерения с расположенными в ней устройствами (источника первичного рентгеновского излучения — рентгеновской трубки и детектора) от загрязнений и повреждений, другая — в использовании ее поверхности в качестве контрольного образца для калибровки измерительного устройства прибора после каждого анализа пробы при закрытии заслонки.

Система диагностики работоспособности прибора после выполнения каждого измерения пробы проводит измерение рентгеновского спектра от заслонки, а затем выполняет сравнение и корректировку его по образцу спектра, хранящемуся в памяти интеллектуальной калибровочной логики ICAL. Полученные таким образом возможные отклонения системы измерения немедленно определяются и корректируются. Поэтому все калибровки прибора всегда готовы к использованию, а результат анализа пробы отличается высокой точностью.

Для предотвращения повреждения детектора при открытой заслонке во время измерения применяется защитная пленка толщиной 75 мкм, установленная в измерительном окне между пластиной адаптера и заслонкой. Если прибор используют в основном для анализа легких сплавов с измерением содержания магния, алюминия, кремния, то применяют тонкую защитную пленку толщиной 4 мкм.

Стандартное входное окно адаптера SPECTRO xSORT рассчитано для анализа деталей с поверхностью более 8 мм в диаметре, для меньших размеров или искривленной поверхности образцов применяют специальные адаптеры.

Особое внимание в конструкции SPECTRO xSORT уделено обеспечению высочайшего уровня защиты оператора от попадания под рентгеновское

**Таблица 1. Результаты аттестационных испытаний прибора SPECTRO xSORT на фирме «SPECTRO F.I.», мас. %**

Химический элемент	Измеренное среднее значение концентрации	Среднеквадратичная погрешность измерения	Аттестованное значение концентрации
<i>Высоколегированная сталь аустенитного класса X18H10T (ГОСТ 5632-72), 2 с</i>			
Ti	0,63	0,02	0,63
V	0,12	0,02	0,13
Cr	17,64	0,10	17,45
Mn	1,38	0,05	1,52
Fe	69,6	0,2	69,4
Ni	9,5	0,1	9,42
Cu	0,24	0,03	0,30
Nb	0,04	0,01	0,04
Mo	0,35	0,01	0,36
<i>Алюминиевый литейный сплав АК12ММгН (АЛ30) (ДСТУ 2839-93), 10 с</i>			
Al	85,9	0,2	84,8
Si	11,5	0,2	11,4
Ti	0,070	0,002	0,057
V	0,023	0,002	0,020
Cr	0,036	0,004	0,031
Mn	0,035	0,002	0,033
Fe	0,484	0,005	0,47
Ni	0,931	0,003	0,97
Cu	1,033	0,006	0,94
Zn	0,020	0,002	0,033
Zr	0,007	0,001	0,008
Pb	0,023	0,003	0,027



Таблица 2. Результаты сравнительного анализа низколегированных сталей, мас. %

Метод анализа	Шифр пробы	Mn	Cr	Ni	Mo	W	V	Nb	Cu
Эмиссионный спектрометр	Деталь	0,47	0,90	2,91	0,04	–	–	–	0,25
xSORT		0,43	0,86	2,85	0,03	–	–	–	0,20
Эмиссионный спектрометр	Лист	0,86	0,04	0,06	0,04	<0,010	<0,020	0,028	<0,010
xSORT		0,88	0,05	0,023	0,028	<0,017	<0,018	0,029	<0,013
Эмиссионный спектрометр	ХГ2ВМ	1,88	1,72	0,17	0,52	0,80	0,13	–	–
xSORT		1,86	1,66	0,19	0,60	1,05	0,18	–	–
Эмиссионный спектрометр	ХВГ	0,94	1,20	0,20	<0,1	1,06	<0,10	–	–
xSORT		0,82	1,10	0,18	0,017	1,23	0,025	–	–
Эмиссионный спектрометр	Х2Н2М	0,46	2,04	2,05	0,36	–	–	–	0,29
xSORT		0,53	2,01	1,94	0,34	–	0,038	–	0,29
Эмиссионный спектрометр	Х4ВМФ	0,35	3,66	0,25	1,20	1,00	0,74	–	0,14
xSORT		0,27	3,32	0,26	1,31	0,99	0,75	–	0,18
Эмиссионный спектрометр	Х4ВМ6	0,30	3,60	0,20	1,48	0,96	0,90	–	–
xSORT		0,22	3,30	0,20	1,43	1,01	0,93	–	–
Эмиссионный спектрометр	Р3АМ3	0,39	3,60	0,21	2,90	2,70	2,00	0,110	–
xSORT		0,20	3,40	0,21	2,70	2,60	2,30	0,120	0,14
Эмиссионный спектрометр	Х5МФ	0,41	4,90	0,18	1,30	–	0,45	–	0,15
xSORT		0,32	4,70	0,17	1,40	–	0,41	–	0,08

излучение. По двум светодиодам, расположенным на боковой стенке прибора, оператор и другие участники испытаний в пределах видимости могут определить, когда рентгеновская трубка активна и проводится измерение.

Еще два светодиода, отражающие состояние прибора и статус измерения, находятся непосредственно под панелью КПК, где обычно сосредоточено внимание оператора. Кроме того, имеется специальный защитный модуль, предотвращающий

возможность случайного неконтролируемого старта измерения. В начале анализа SPECTRO xSORT за доли секунды определяет, установлен ли образец перед окном измерения. Если образец не перекрывает окно, заслонка мгновенно закрывается, и измерение прекращается.

Управление работой прибора SPECTRO xSORT осуществляется посредством кнопки старта измерения, находящейся на ручке, и КПК, вмонтирован-

Таблица 3. Результаты сравнительного анализа высоколегированных сталей, мас. %

Метод анализа	Шифр пробы	Mn	Cr	Ni	Mo	W	V	Cu	Ti
Эмиссионный спектрометр	Cr3Ni9	0,28	2,7	9,6	–	–	0,40	–	–
xSORT		0,23	2,65	9,0	–	–	0,37	0,17	–
Эмиссионный спектрометр	Х11НВ	–	11,8	1,7	0,50	1,85	0,30	–	–
xSORT		0,20	10,7	2,1	0,45	1,70	0,25	–	0,11
Эмиссионный спектрометр	Х12МФ	0,27	13,3	0,28	0,52	–	0,34	–	0,02
xSORT		0,19	12,8	0,19	0,50	–	0,37	–	0,07
Эмиссионный спектрометр	40Х13	0,68	14,0	0,35	<0,10	–	<0,10	–	0,08
xSORT		0,68	14,9	0,33	0,026	–	0,064	–	0,15
Эмиссионный спектрометр	Эт.363	0,42	12,95	0,19	0,38	–	0,31	–	–
xSORT		0,43	13,8	0,20	0,35	–	0,36	–	0,08
Эмиссионный спектрометр	Cr16Ni3	0,90	15,5	3,4	1,80	–	–	1,30	<0,10
xSORT		0,91	16,0	3,0	1,67	–	–	1,34	0,058
Эмиссионный спектрометр	ХН35ВТ	0,45	14,5	34,5	–	2,8	–	–	3,2
xSORT		0,24	12,9	35,0	–	2,87	–	–	2,9



Таблица 4. Результаты сравнительного анализа титановых сплавов, мас. %

Метод анализа	№ пробы	Al	Mn	Zr	Si	Fe	V	Mo
Эмиссионный спектрометр	301	0,71	2,31	0,095	0,056	0,53	–	–
xSORT		–	2,06	0,035	–	0,55	–	–
Эмиссионный спектрометр	305	6,74	0,20	0,34	0,40	0,092	–	–
xSORT		–	0,21	0,34	–	0,14	–	–
Эмиссионный спектрометр	311	2,21	–	–	0,064	0,14	5,59	5,85
xSORT		–	–	0,35	–	0,11	4,92	6,60
Эмиссионный спектрометр	312	3,09	–	0,12	0,078	0,24	3,56	4,46
xSORT		–	–	0,089	–	0,35	3,54	4,65
Эмиссионный спектрометр	313	3,90	–	0,29	0,14	0,34	1,55	2,90
xSORT		–	–	0,26	–	0,34	1,46	3,03
Эмиссионный спектрометр	314	5,30	–	0,31	0,10	–	3,92	–
xSORT		–	–	0,26	–	0,12	3,80	0,15
Эмиссионный спектрометр	315	7,49	–	0,043	0,21	0,41	0,91	1,78
xSORT		–	–	<0,003	–	0,46	0,76	2,05

Примечание. Основа сплавов – титан.

ного в заднюю стенку. КПК управляется стилусом или пальцем через чувствительный экран.

Для удобства чтения экран установлен под углом 45°. Если в лабораторных условиях необходимо проанализировать большое количество образцов, то прибор может быть установлен стационарно на предусмотренную для этого подставку. При этом КПК можно легко отсоединить от прибора, а с технологией «Bluetooth» он останется подключенным к прибору.

Соединение КПК с внешними устройствами, такими как принтер или компьютер, может быть установлено при помощи встроенного USB порта, а также соединения WLAN или «Bluetooth». Данные с него также могут передаваться на другие компьютеры при помощи карты памяти. SPECTRO xSORT может комплектоваться струйным принтером с аккумуляторным питанием и беспроводным подключением для распечатки результатов на месте проведения анализа.

Программное обеспечение SPECTRO XRF Analyzer CE базируется на операционной системе Windows Mobile и обеспечивает простой интерфейс работы на приборе SPECTRO xSORT при многочисленных возможных конфигурациях его использования. Экран анализа предоставляет оператору всю необходимую информацию и может выводить результаты измерений в различных видах. Быстрый

режим сортировки, при котором все испытываемые образцы сравниваются с первоначально измеренным образцом, доступен в дополнение к режиму анализа. Результаты измерений сохраняются и могут позже быть выведены на экран, принтер, а после переноса на внешний компьютер – обработаны при помощи входящей в комплект программы «Result Manager».

Система всестороннего мониторинга прибора, включающая ICAL калибровку с функциями диагностики аппаратного и программного обеспечения, гарантирует состояние готовности прибора к измерениям.

Прибор SPECTRO xSORT демонстрировали на многих машиностроительных предприятиях и предприятиях горно-металлургического комплекса Украины, где он получил положительные отзывы специалистов следующих предприятий: ОАО «Турбоатом», г. Харьков; ОАО «Котлотурбопром», г. Харьков; ЗАО «НКМЗ», г. Краматорск; ООО «КЗМО», г. Константиновка; ОАО «Днепроспецсталь», г. Запорожье; ОАО «Мотор Сич», г. Запорожье; Орджоникидзевский ГОК; Марганецкий ГОК; Марганецкий рудоремонтный завод; ЦГОК, г. Кривой Рог; ИнГОК, г. Кривой Рог; ОАО «Арселор Миттал», г. Кривой Рог; ОАО «РЕГОМ», г. Кривой Рог; Александровский рудоремонтный завод.

Таблица 5. Результаты сравнительного анализа медно-никелевых сплавов

Метод анализа	№ пробы	Ni	Fe	Mn	Zn	Si	Pb
Эмиссионный спектрометр	6024	29,4	0,63	0,96	0,33	0,09	0,010
xSORT		30,3	0,55	0,91	0,15	–	0,019
Эмиссионный спектрометр	6071	29,4	0,99	0,48	0,19	0,23	0,020
xSORT		31,1	0,58	0,89	0,19	–	<0,018

Примечание. Основа сплавов – медь.



Таблица 6. Результаты сравнительного анализа медно-цинковых сплавов

Метод анализа	№ пробы	Zn	Cu	Pb
Эмиссионный спектрометр xSORT	B1A	45,0	55,0	–
		44,4	55,6	–
Эмиссионный спектрометр xSORT	B2A	39,8	60,2	–
		39,3	60,7	–
Эмиссионный спектрометр xSORT	B3A	35,8	64,2	–
		35,6	64,4	–
Эмиссионный спектрометр xSORT	B4A	31,0	69,0	–
		31,4	68,5	–
Эмиссионный спектрометр xSORT	B5A	25,0	75,0	–
		23,6	70,6	–
Эмиссионный спектрометр xSORT	B6A	20,2	79,8	–
		19,2	74,1	–
Эмиссионный спектрометр xSORT	B7A	15,0	85,0	–
		14,1	79,8	–
Эмиссионный спектрометр xSORT	B8A	10,4	89,6	–
		10,8	88,9	–
Эмиссионный спектрометр xSORT	B9A	5,0	95,0	–
		5,7	94,0	–
Эмиссионный спектрометр xSORT	B18A	Остальное	58,6	0,97
		40,0	58,9	1,04
Эмиссионный спектрометр xSORT	B20A	Остальное	57,5	5,40
		35,6	58,5	5,48

В аналитической испытательной лаборатории отдела физико-химических исследований ИЭС им. Е. О. Патона НАН Украины проводили комплексные испытания прибора, включающие анализ образцов низко- и высоколегированных сталей, а также титановых, медно-никелевых и медно-цинковых сплавов.

В табл. 2 сравниваются результаты анализа низколегированных сталей, полученных на приборе

SPECTRO xSORT, с результатами анализа этих образцов, выполненного в лаборатории ИЭС им. Е. О. Патона на поверенных Держметртестстандартом вакуумных оптических эмиссионных спектрометрах с использованием аттестованных стандартных образцов.

В табл. 3 приведено сравнение результатов анализа высоколегированных сталей, полученных на приборе SPECTRO xSORT, с результатами анализа этих образцов в лаборатории ИЭС им. Е. О. Патона.

В табл. 4 дано сравнение результатов анализа титановых сплавов, выполненного на приборе SPECTRO xSORT, с результатами испытаний этих образцов в лаборатории ИЭС им. Е. О. Патона.

В табл. 5 и 6 сопоставляются результаты анализов сплавов на медной основе, выполненных на приборе SPECTRO xSORT, с результатами испытаний этих образцов, произведенными в лаборатории ИЭС им. Е. О. Патона.

Проведенные испытания свидетельствуют о том, что результаты анализа, полученные с помощью прибора SPECTRO xSORT, очень хорошо согласуются с результатами лабораторного анализа. Этот анализатор может быть незаменимым инструментом для сортировки и предварительного анализа сплавов в тех случаях, когда нельзя осуществить отбор проб и доставку их в лабораторию.

Следует отметить возможные перспективы использования прибора в полевых условиях для обзорного анализа, например рудных минералов, отдельных компонент шлаковых отвалов.

Более подробную информацию по этому и другим приборам можно получить в представительстве фирмы «Spectro Analytical Instruments GmbH» в Украине.

SPECTRO Analytical Instruments GmbH в Украине, г. Киев

Ин-т электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины

Поступила 17.03.2010