

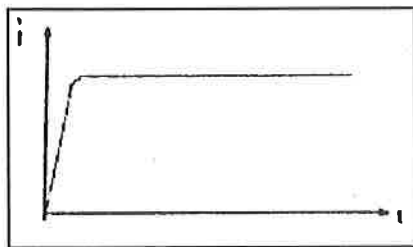
Oldott és nem oldott Al és B optikai emissziós spektrometriás meghatározása acélokban csúcsintegrálás módszerével

Dr. Gh. Vlaicu – F. Pirsan – P. Nicolae*

Elméleti alapok

Az argonközegben megvalósított szikragerjesztéses optikai emissziós spektrometria a fémanalitikában széles körben elterjedt eljárás. A módszer alapját az a feltételezés adja, miszerint a mintából kipárolgó egyes komponensek arányosak az átlagos kémiai koncentrációval, amiáltal a plazma összetétele arányos a mintáéval.

Az esetben, ha egy elem (pl. az Al) teljesen oldott állapotban van egy másik anyagban, mátrixban (pl. a vasban) akkor az idő függvényében ábrázolt spektrális intenzitás görbéje, a gerjesztési görbe, az 1. ábra szerinti alakú.



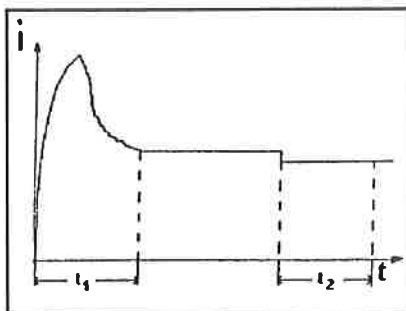
1. ábra A szilárd oldatban lévő elem gerjesztési görbéje

Ha egy adott kémiai elem csak részben oldott, illetve egy része nem alkot szilárd oldatot a mátrixanyaggal, a szikrázási folyamat elején a kisülés kitüntetett helye a fémszárvány és a mátrixanyag határfelületén van. A zárványok szétrombolásával és az anyag elpárolgásával, a zárványban lévő elemek esetében, a kisülés nagyobb spektrális intenzitást eredményez mint a stacionárius fázisban kapott átlagintenzitás. Mindez addig érvényes, amíg a zárványok térfogata jelentősen kisebb, mint a kisülési kráterből összesen kipárolgott anyag térfogata.

A szikrázási folyamat további részében a zárványok az újraolvasztott rétegben apró, finom zárványokra bomlanak ($<0.1 \mu\text{m}$), amelyek vagy egyenletesen oszlanak el, vagy feloldódnak. Ebben az állapotban a spektrális intenzitás független attól, hogy a kémiai elemek milyen formában vannak összekapcsolódva, és arányos a minta átlagos koncentrációjával.

Megfigyelhető a gerjesztési görbe tanulmányozása során, hogy egy nem oldott elem esetében egy csúcs jelenkezik, ami hiányzik egy teljesen oldott elem esetében (2. ábra).

A HEPS-technika, valamint az adatok feldolgozásának segítségével lehetséges a csúcs intenzitásának mérése és korrelálása a stacionárius szakasz intenzitásával, ami lehetővé



2. ábra A kiválásokban lévő elem gerjesztési görbéje

teszi egy-egy kémiai elem oldott és nem oldott részének a meghatározását.

Analitikai program – kísérleti eredmények

Az acélokban lévő oldott illetve nem oldott komponensrészek számítására használt összefüggések a következők:

$$EL_{sol} = F \cdot EL_{tot} \quad (\%) \quad (1)$$

$$F = [I_{nor} \cdot a + b] / I_{en} \quad (2)$$

$$EL_{ins} = EL_{tot} - EL_{sol} \quad (3)$$

amelyekben:

EL_{sol} egy adott elem oldott részének %-os koncentrációja,

EL_{tot} az adott elem %-os összkoncentrációja,

EL_{ins} az adott elem nem oldott részének %-os koncentrációja,

I_{en} a szikraforrás maximális energiatétele mellett (0 kondíció) t_1 időben kapott $[I(EL) / I(Fe)]_0$ spektrális intenzitás arány,

I_{nor} a szikraforrás normál energiatétele mellett (2 kondíció) t_2 időben kapott $[I(EL) / I(Fe)]_2$ spektrális intenzitás arány,

a, b a szikraforrás két kondíciója közötti kapcsolati együtthatók.

A kísérleti eredményeket egy ARL 3460-as OES spektrométerrel nyertük. Az elemek összkoncentrációja ismert, mert a spektrométert már kalibráltuk.

Kísérletileg meghatároztuk Al és B esetében a t_1 idő az a és b együtthatók értékeit.

Ezen értékek meghatározásához az MBH 2181–2186 spektrometriai hiteles anyagminta-sorozatot használtuk, amelyekben nedves-kémiai módszerekkel lettek meghatározva az Al illetve a B oldott és nem oldott koncentrációi.

A hiteles anyagmintákat szilíciumkarbid-alapú csiszolópapírral készítettük elő, hogy a fémfelület esetlegesen Al_2O_3 -dal való szennyeződését elkerüljük.

Végül csúcsintegrációs módszerrel kiszámítottuk az Al és a B oldott és nem oldott részének koncentrációit az adott hiteles anyag-

minta-sorozatra, és az eredményeket összehasonlítottuk a bizonyított értékekkel, amelyekkel ezek nagyon jó egyezőséget mutattak.

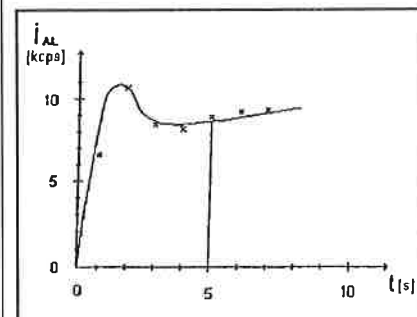
A t_1 idő meghatározása

Felépítettük a t_1 -es analitikai programot, amelynek segítségével megkaptuk az Al és B gerjesztési görbéjét, magas nem oldott Al- és B-tartalmú minták esetében (2181-es a B-hoz, 2182-es az Al-hoz).

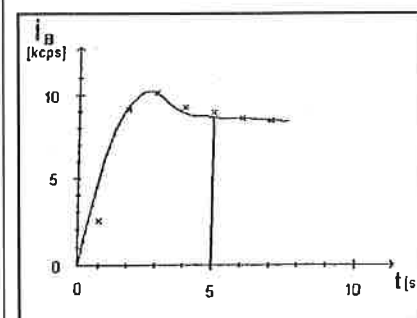
Az integrációs idő 1 s, a 0 kondíció mellett az előszikráztatási idő növekvő sorrendben 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 s.

Az Al és B esetében kapott gerjesztési görbék a 3. és 4. ábrán láthatók.

Mindkét esetben, $t_{1Al} = 5$ s, és $t_{1B} = 5$ s.



3. ábra Az alumínium gerjesztési görbéje



4. ábra A bór gerjesztési görbéje

Az a és b együtthatók meghatározása

Felépítettük az ab analitikai programot, amelynek segítségével a 2181–2186-os sorozat minden egyes hiteles anyagmintáján (h.a.m.) két-két integrálást végeztünk.

Az első integrálást az alábbi szikráztatási paraméterekkel végeztük:

- a szikrakamra öblítése argonnal: 3 s
- előintegrálási idő: 15 s
- integrálási idő: 5 s
- a szikraforrás az előintegrálás és az integrálás alatt 0 kondíciójú.

Ezen integrálás eredményeként az Al és B esetében is megkapjuk az:

* COST SA Targoviste, Románia

$I_{en\ Al} = (I_{Al} / I_{Fe})_0$, illetve az $I_{en\ B} = (I_B / I_{Fe})_0$ intenzitás arányokat, valamennyi hiteles anyagmintára.

Ez után került sor a második integrálásra az alábbi szikráztatási feltételek mellett:

- argonöblítés: 3 s
- előintegrálási idő: 0 s
- integrálási idő: 5 s
- a szikraforrás az előintegrálás és az integrálás alatt 2. kondíciójú.

Ekkor minden egyes hiteles anyagmintára megkapjuk az:

$I_{norAl} = (I_{Al} / I_{Fe})_2$, illetve az $I_{norB} = (I_B / I_{Fe})_2$ intenzitás arányokat.

Figyelembe véve az $I_{en\ Al} = a \cdot I_{norAl} + b$ és $I_{en\ B} = a' \cdot I_{norB} + b'$ összefüggéseket, a legkisebb négyzetek módszerét alkalmazva a mérésorozat eredményeire, kiszámítottuk az a és b valamint a' és b' együtthatókat. Az eredményeket az alábbi táblázat tartalmazza:

h.a.m. neve	$I_{en\ Al}$	I_{norAl}	$I_{en\ B}$	I_{norB}
2181	0.072	0.130	0.0584	0.0423
2182	0.105	0.196	0.0652	0.0520
2183	0.114	0.217	0.0864	0.0788
2184	0.083	0.156	0.0906	0.0828
2185	0.177	0.349	0.0809	0.0625
2186	0.228	0.467	0.1074	0.1016

$$a = 0.4658804 \quad a' = 0.8257227 \quad (4)$$

$$b = 0.01219852 \quad b' = 0.0233494 \quad (4a)$$

Az oldott és nem oldott Al és B számítása

Felépítettük az Al_{sol} és B_{sol} analitikai programokat, amelyekkel a 2181–2186-os jelű hiteles anyagminta-sorozat minden egyes tagján két-két integrálást végeztünk.

Az első integrálás szikráztatási paramétereit az alábbiak:

- argonöblítés ideje: 3 s
- előintegrálás ideje: 0 s
- integrálás ideje (t_1): 5 s
- a szikraforrás az előintegrálás és az integrálás alatt 0 kondíciójú.

Ezen integrálások alapján kapjuk az $I_{en\ Al}$ és $I_{en\ B}$ intenzitás arányokat minden egyes hiteles anyagmintára.

A következő, második, integrálás szikráztatási paramétereit:

- argonöblítés ideje: 0 s
- előintegrálás ideje: 11 s
- integrálás ideje (t_2): 5 s
- a szikraforrás az előintegrálás és az integrálás alatt 2. kondíciójú.

Ezen integrálások alapján pedig az I_{norAl} és I_{norB} intenzitás arányokat kaptuk.

A (2) és (1) képletek alkalmazásával, felhasználva a (4) és (4a) eredményeket, kiszámítottuk az oldott Al- illetve B-koncentrációkat minden egyes hiteles anyagmintára. A nem oldott Al és B koncentrációit a (3) képlet segítségével számítottuk ki.

Az eredményeket a következő táblázat tartalmazza:

h.a.m. neve	oldott Al (%)		oldott B (%)	
	számított	bizonylatolt	számított	bizonylatolt
2181	0.061	0.066	0.0060	0.0061
2182	0.099	0.106	0.0017	0.0018
2183	0.130	0.128	0.0039	0.0041
2184	0.082	0.082	0.0036	0.0037
2185	0.199	0.197	0.0017	0.0016
2186	0.282	0.276	0.0009	0.0007

Kiszámítottuk az általunk számított valamint a bizonylatolt értékek közötti korrelációs együtthatókat, melyek értékei:

$$r_{Al} = 1.01955, \quad \text{valamint} \quad r_B = 0.99942$$

Következtetések

A korrelációs együtthatók egyhez igen közeli értékei mutatják, hogy a számított és bizonylatolt oldott Al- és B-tartalmak között jó egyezés van, tehát a csúcsintegrálás módszere jó eredményekkel alkalmazható az acélok oldott Al-, illetve B-tartalmának meghatározására.

Az oldott és nem oldott Al- és B-tartalom meghatározása acélokból fontos a gyártási folyamatban. A gyártástechnológia betartása esetén a nem oldott rész igen kicsi kell legyen. Ezért az acélokból a nem oldott rész meghatározása következtetési lehetőséget ad a gyártástechnológia betartására vonatkozóan. A nem oldott rész növekedésével romlik az acél szövetszerkezete és mechanikai tulajdonságai.

Az oldott és nem oldott részek koncentrációjának ismerete, illetve ennek ellenőrzése újdonság a Targoviste-i COST SA kémiai anyagvizsgálatában, és jelentős lépés az általunk gyártott acélok minőségének javításában.

HÍREK

Az ASM Hungary szakmai napja

A budaörsi Porkorít Szerszám és Porkohászati Rt vezetőinek, Sándor János ügyvezető igazgatónak és Senkariuk Sándor kereskedelmi igazgatónak szíves meghívására 1996. március 21-én oktatók, kutatók és egyetemi hallgatók több mint negyven fős csoportja tehetett szakmai látogatást a gyár üzemében és megismerkedhetett részleteiben is a Magyarországon különleges termékválasztékot kínáló gyár szerteágazó tevékenységével.

A szakmai nap kezdetén a Porkorít Rt. vezetői általános tájékoztató előadásokban ismertették a gyár alapítása (1952) óta és különösen az 1993. évi privatizáció után megélt történetüket.

Jelenlegi tevékenységük egyik fő eleme a keményfémgyártás. Ennek meghatározó részét képezik a különféle szerszámanyagok (keményfémlepkák, kopásálló alkatrészek, váltóélű lapkák, húzószerszámok, vonódugók és bányászati szerszámok) előállításai, amelyek közül egyedi szerszámok legyártására is vállalkoznak. A kobaltkötésű fémkarbidos porkeverékekből kiinduló porkohászati művelet sor (porelőkészítés, sajtolás, szinterelés, utólagos megmunkálás (kikészítés)) valamennyi fázisát részletesen bemutatták, rámutatva olyan sajátos és korszerű gyártástechnológiai elemekre is, mint pl. a keményfém-porelőkészítésben alkalmazott porlasztá-

sos szárítás, a váltólapkák automatákon való megmunkálása és a bevonatolási eljárás.

A gyár másik fontos tevékenységi köre a vas- és részben színesfém-porkohászati gyártmányok nagysorozatú előállítása, többek között gépkocsi alkatrészek (például a Suzuki gyár számára is), önkenő csapágyperselyek és más gépalkatrészek.

A gyár termékeinek felületkikészítése igényes és korszerű eljárásokkal történik, például a keményfém-váltólapkák jórészt CVD-eljárással bevonatoltan (TiC-Ti(C,N)-TiN stb.) kínálják. A vasporkohászati alkatrészeknél a vibrációs sorjatlantítás a gőzkéioxidálás és a gázközegben végzett felületi cementálás és olajedzés szerepel az utólagos kezelések között. A szolgáltatásaik kiterjednek bér-munkában vállalt szikraforgácsolós megmunkálásra, és a keményfém-hulladékok felvásárlására és újrahasznosítására is.

A gyár vezetői kifejezték készségüket és érdekltségüket abban, hogy a jövőben akár az ASM Hungary mérnökegyesületen keresztül, akár közvetlen csatornákon keresztül is szorosabbra fűzzék kapcsolatukat a műszaki egyetemen dolgozó mérnökökkel, professzorokkal és a mérnöki hivatásra készülő graduális és posztgraduális képzésben részt vevő mérnökhallgatókkal.

T. T.