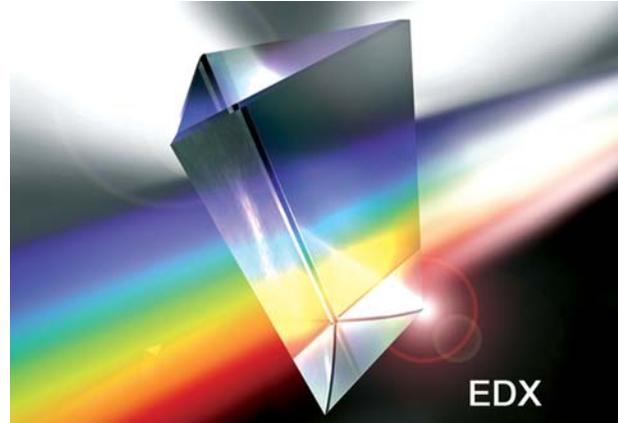


Application Note

Анализ сталей с помощью спектрометров серии EDX



Введение

Анализ сталей – удачный пример применения энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа (EDXRF). Анализуют массивный образец; поскольку анализируют поверхность, пробоподготовка зачастую несложна, либо вообще не требуется. Комплекс элементов, определенных методом EDXRF, очень важен для исследователя.

В каждом образце в той или иной степени проявляются матричные эффекты. Важно, чтобы рентгенофлуоресцентный спектрометр имел встроенный механизм коррекции, и такой механизм используется в спектрометрах серии EDX для учета матричных эффектов. Эти эффекты проявляются, когда одна спектральная линия находится близко к другой линии или к ее краю поглощения. Это приводит к тому, что одна спектральная линия усиливает другую, ослабляет ее, либо происходит наложение этих линий. В данном приложении будут продемонстрированы возможности спектрометров EDX в коррекции матричных эффектов и получении точных количественных данных. Образцы измерены методом бесстандартного анализа.

Полученные результаты

Ниже приведены полученные спектры стандартного образца низколегированной стали и результаты ее полуколичественного анализа.

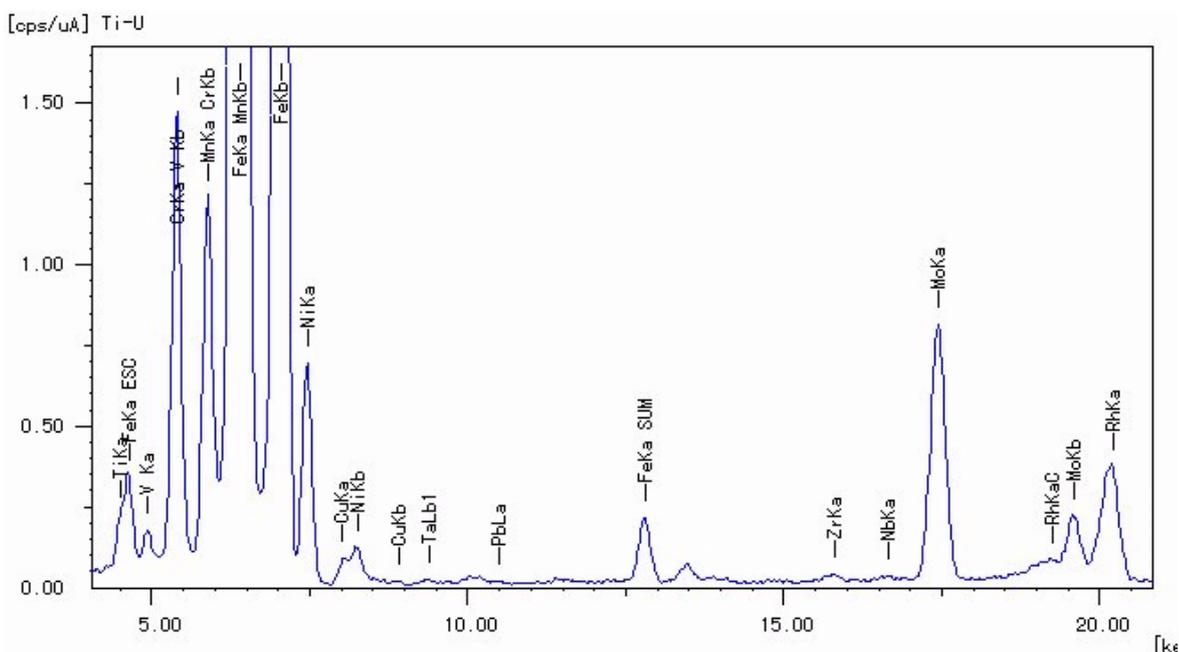


Рис. 1. Обзорный спектр стали (в диапазоне энергий от Ti Ka до Mo Kb)

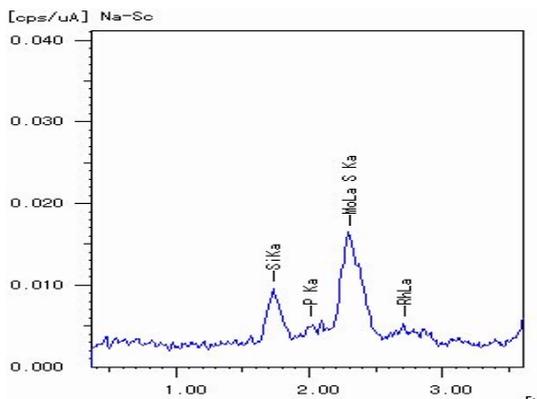


Рис. 2. Спектр в диапазоне энергий от Na до Sc

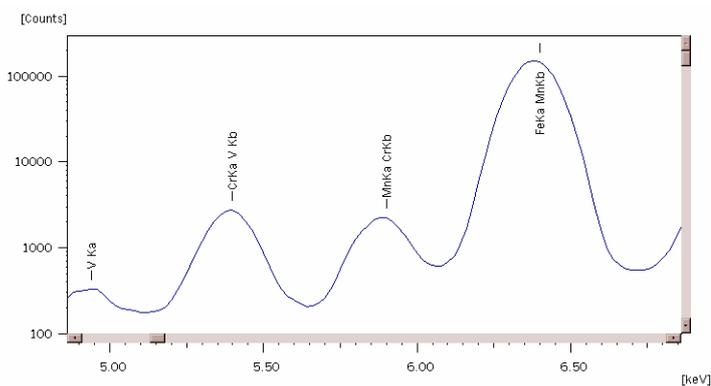


Рис. 3. Увеличенный участок спектра от V до Fe. Обратите внимание на наложение пиков. Программное обеспечение спектрометра позволяет провести разрешение этих пиков и правильно провести количественное определение.

Рис. 1-3 Результаты качественного анализа стали

Таблица 1 Результаты нестандартного количественного анализа сертифицированного образца стали методом фундаментальных параметров (FP)

	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>Cr</i>	<i>Mn</i>	<i>Mo</i>	<i>Ti</i>	<i>Si</i>	<i>Cu</i>
<i>Измеренное значение (%)</i>	94.47	1.78	1.15	1.02	0.46	0.25	0.25	0.19
<i>Сертифицированное значение (%)</i>	--	2.02	0.98	1.01	0.59	0.17	0.38	0.20

	<i>S</i>	<i>Ta</i>	<i>V</i>	<i>Pb</i>	<i>P</i>	<i>Zr</i>	<i>Nb</i>
<i>Измеренное значение (%)</i>	0.12	0.12	0.094	0.048	0.033	0.016	0.008
<i>Сертифицированное значение (%)</i>	0.025	0.068	0.10	0.010	0.033	0.010	0.008

Матричная коррекция

В любой многоэлементной матрице происходит взаимодействие вторичных рентгеновских лучей присутствующих в смеси элементов. Например, в стали рентгеновское излучение от Fe будет возбуждать флуоресценцию Cr, которая в этом случае будет выше, чем в случае отсутствия Fe. Это усиление флуоресценции как вторичный эффект служит хорошим примером необходимости матричной коррекции. Другие случаи межэлементного влияния включают в себя поглощение, и, что особенно важно в EDXRF, наложение пиков. Спектрометры серии EDX, содержащие встроенную программу матричной коррекции, быстро и легко проводят коррекцию данных количественного анализа на наложение пиков, эффекты поглощения и усиления флуоресценции. Ряд калибровочных кривых с соответствующим описанием приведен ниже.

●-- До матричной коррекции
○-- После матричной коррекции

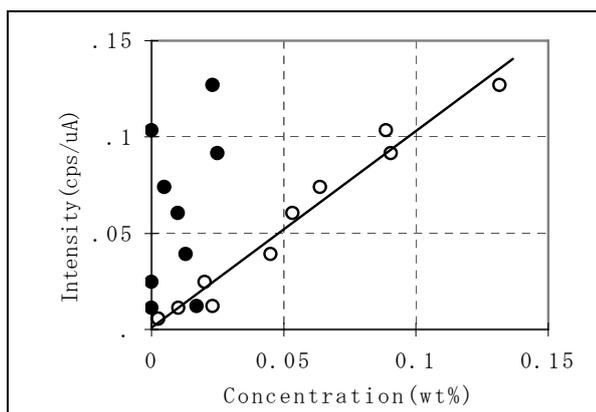


Рис. 4. Калибровочная кривая для S.

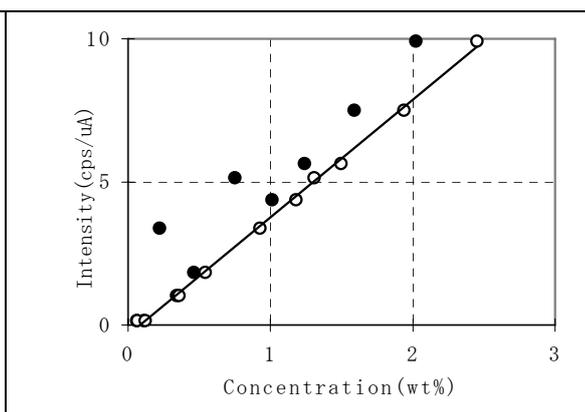


Рис. 5. Калибровочная кривая для Mn

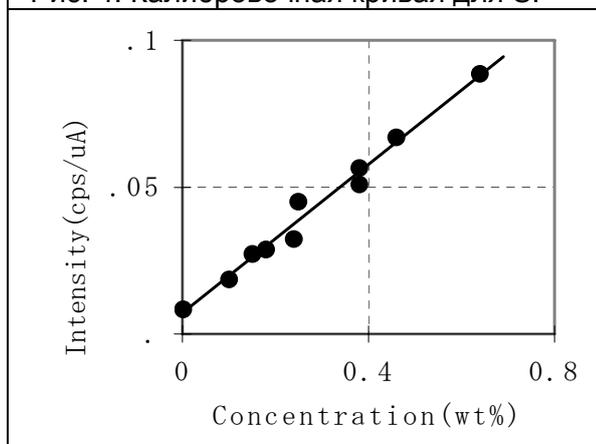


Рис. 6. Калибровочная кривая для Si

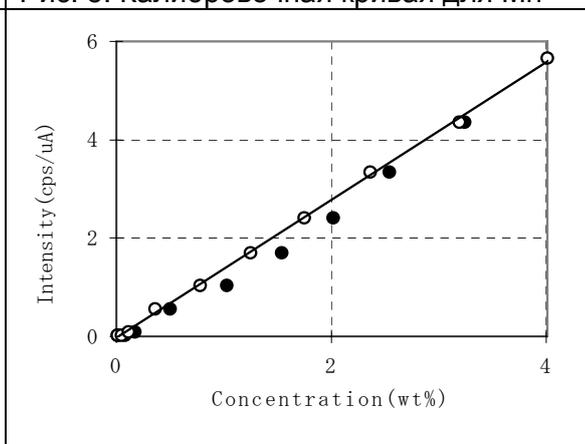


Рис. 7. Калибровочная кривая для Ni

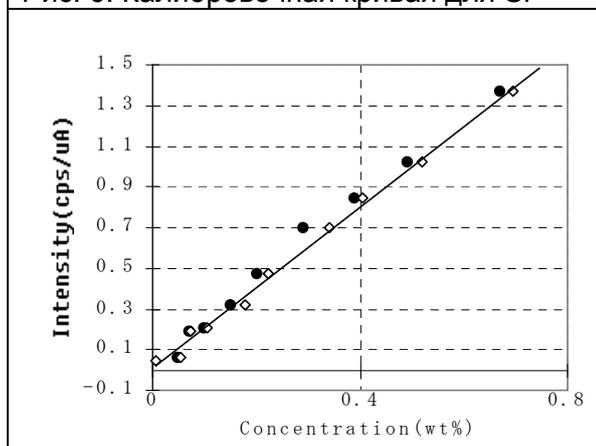


Рис. 8. Калибровочная кривая для Cu

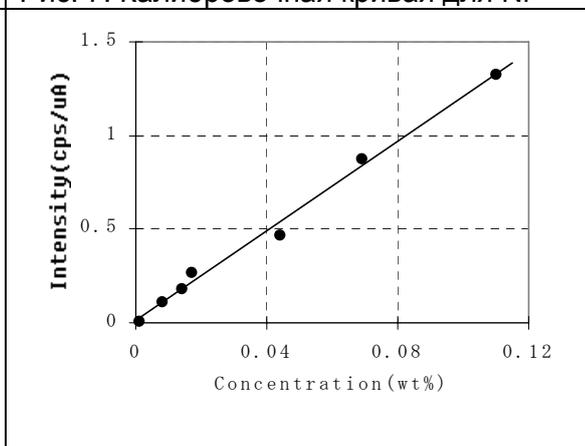


Рис. 9. Калибровочная кривая для Nb

Таблица 2. Межэлементные эффекты в сталях

Аналит	Mn	S	Cu	Ni
Влияющий элемент	Cr	Mo	Mo, Ni	Cr
Тип влияния	наложение	наложение	поглощение и усиление	поглощение и усиление

Обсуждение результатов

Как показано на рис. 4 – 9, матричные эффекты оказывают значительное влияние на линейность калибровочной кривой. Программное обеспечение спектрометров EDX легко устраняет все матричные эффекты, имеющие место в матрице на основе железа. Существует 4 общепризнанных способа матричной коррекции. Свой выбор исследователь делает, основываясь на типе интерференции (влияния) и диапазоне концентраций. Важно, что программное обеспечение для количественного анализа включает все виды коррекции, так что в каждом случае можно использовать больше одного типа коррекции.

Стандартное программное обеспечение EDX содержит четыре наиболее широко признанных алгоритма автоматической матричной коррекции. Кроме того, каждый элемент может иметь несколько калибровочных кривых, при этом в зависимости от диапазона концентраций (низкая или высокая) происходит обращение к конкретной кривой. Очень важно, что исследователь имеет это мощное программное обеспечение, позволяющее учесть все эффекты межэлементного влияния даже в случае рутинного анализа.

Условия анализа:

Спектрометр:	EDX
Трубка:	Rh-анод
Фильтр:	без фильтра
Атмосфера:	воздух
Мощность:	15 - 50 кВ, 15 - 200 мкА
Мертвое время:	25%
Измеряемый диаметр:	10 мм
Время измерения:	300 с