

*Костромин П.К., Шайкенов Б.А., Сабаев К.У., Джаманкызов Н.К.*

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА НОВОГО СПЛАВА  
ФЕРРОСИЛИКОАЛЮМИНИЯ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО  
СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА**

*P.K. Kostromin, B.A. Shaikenov, K.V. Sabaev, N.K. Zhamankyzov*

**DETERMINATION OF CHEMICAL COMPOSITION OF NEW FERRO-SILICA-  
ALUMINUM ALLOY BY ATOMIC EMISSION SPECTRAL ANALYSIS METHOD**

УДК: 537.523 (575.2) (04)

*В данной работе проведен атомно-эмиссионный спектральный анализ новых комплексных сплавов на основе ферросиликоалюминия на установке «НУР», созданной на базе двухструйного плазматрона.*

*Atomic emission spectral analysis of new complex alloys was conducted on the basis of ferro-silica-aluminum on installation «NUR» created on the basis of two-jet plasmatron.*

Технология выплавки новой группы комплексных сплавов ферросиликоалюминия, разработанная казахстанскими учеными и защищенная патентами РФ, РК и КР [1], основана на использовании высокозольного угля и отвальных высокозольных углистых пород. Исключение традиционных дорогостоящих коксовых методов, эффективное улучшение качества стали при его обработке новыми комплексными сплавами на основе ферросиликоалюминия придали данным технологиям высокую производственную привлекательность и как следствие, вызывают большой научный интерес к данным новым материалам.

Авторами изобретения установлено, что при обработке новыми сплавами качество стали повышается за счет:

- глубокого раскисления (снижения кислорода в объеме стали в 1,4-1,8 раза, что позволило повысить полезное использование ванадия до 90%, усвоения марганца до 98,8%, экранирования кислорода активными кальцием, барием, алюминием и кремнием и т.д.)
- модифицирования неметаллических включений микролегирования стали барием, титаном, ванадием, а также комплексом других механизмов.

Исследование спектрального состава новых комплексных сплавов ферросиликоалюминия представляется весьма интересной задачей, поскольку количественное содержание элементов микролегирования в составе раскислителей является важным параметром не только для раскисления, но и вследствие того, что они улучшают свойства стали в роли десурфураторов, дефосфораторов, модификаторов неметаллических включений (НВ). Некоторые примеси в составе сплава, модифицируя аналогично поверхностно-активным веществам строчечные включения и скопления остаточной серы и различные включения оксидов, дают равномерное распределение легкоплавких НВ, легко удаляемых из объема стали. Достижение устойчивого результата, дальнейшая оптимизация технологии требуют разностороннего изучения физических свойств данных, весьма перспективных для промышленного выпуска в Кыргызской Республике материалов. Более точное исследование спектрального состава, оптимизация микролегирования, влияния остаточных примесей на технологию также является весьма важным фактором. Авторы считают, что в частности, уменьшение концентрации кальция, бария, ванадия и титана ниже определенного предела в сплаве не обеспечивает при обработке стали желаемого эффекта раскисления, легирования и модифицирования остаточных неметаллических включений [1].

Сплав исследуемого в данной работе ферросиликоалюминия изготовлен в условиях, описанных в [1]. Объектом исследования явился сплав для раскисления, легирования и модифицирования стали, содержащий алюминий, кремний, кальций, углерод и железо, а также дополнительно наблюдались в составе барий, ванадий, титан при следующем соотношении компонентов масс %, результаты химического анализа, проведенного изготовителями, приводятся в табл. 1.

Таблица 1

Элементы %							
Si	Al	Ca	Ba	V	Ti	C	Fe
45,0-63,0	10,0-25,0	1,0-10,0	1,0-10,0	0,3-5,0	1,0-10,0	0,1-1,0	Ост-ные

О методике исследования. Изучение состава проводилось на двух струйном плазматроне со специальной модернизированной конструкцией, позволяющем проводить анализ с хорошей чувствительностью и воспроизводимостью при введении исследуемого вещества в виде порошка между струями плазмы [2, 3].

Оптимизация условий анализа при определенном расположении плазменных головок осуществлялась изменением силы тока в дуге плазматрона и расхода рабочих газов на головках плазматрона. Установлено, что для

линий однократно ионизированных атомов элементов оптимальными являются силы тока 50А, так как при этих значениях силы тока обеспечиваются большие отношения сигнал/фон и низкие пределы обнаружения оптимальной области струи плазмы. Исследования показали, что разбавление анализируемой порошковой пробы графитовым порошком не менее чем 20 раз перед вдуванием в поток плазмы плазматрона ДГП-50М стабилизирует температуру плазмы, приводит к уменьшению концентрации атомов матрицы, влияющей во время возбуждения аналитических линий примесей и близкой по составу матрице анализируемой пробы и образца сравнения. Это создает реальные условия для проведения спектрального анализа различных проб с единым образцом сравнения при одном и том же режиме работы источника возбуждения спектров. Разработанная методика проведения эмиссионного спектрального анализа порошковых проб на плазматроне позволяет проводить анализы малых навесок (30 мг), разбавляя их графитовым порошком в 20 раз. [4,5]. В качестве образцов сравнения можно использовать особо чистый графитовый порошок марки ОСЧ-8-4 с введенными примесями. Образцы для исследования были приготовлены из стандартного образца, истертого в агатовой ступке, крупность частиц порошка <10 мкм, что исключало возможность влияния размеров частиц на интенсивность линий примесей. Образцы готовились последующим разбавлением особо чистым графитовым порошком марки ОСЧ-8-4 в процентных соотношениях 0,1%; 0,03%; 0,01%; 0,003%; 0,001%; 0,0003%; 0,0001%; 0,00003%.

Существующие конструкции плазменных аппаратов обладают различной потенциальной способностью обработки конкретных порошков, которые определяются в основном ресурсом непрерывной работы, свойствами генерируемого потока плазмы и условиями ввода порошка в высокотемпературные зоны.

Исследования, проведенные при токе 50А и расходе плазмообразующего газа 2,5 л/мин, показали, что максимальная интенсивность излучения атомных и ионных линий реализуется при расходе транспортирующего газа 0,2 л/мин (внутренний диаметр трубки для вдувания порошковой аэрозвеси составляет 0,8 мм). Эти условия признаны оптимально-компромиссными для многоэлементного анализа. Спектры фотографировали спектрографом ДФС-13 (дисперсия 4 А°/мм) при работе плазматрона в указанном оптимально-компромиссном режиме на фотопластинки ПФС-02 с чувствительностью 6 ед. ГОСТа (экспозиция 20с). На щель спектрографа (ширина щели 15 мкм) проецировали с помощью линзы с фокусным расстоянием 150 мм зону плазмы, находящуюся от среза сопел на расстоянии 6 мм. Вся процедура подготовки пробы и техника подачи ее в межэлектродный промежуток обеспечивают равномерное поступление разделенных друг от друга частиц, со скоростью, при которой мощность плазменной дуги обеспечивает довольно полное испарение всех частиц. О полноте испарения можно судить по достигаемой чувствительности обнаружения как легко летучих, так и труднолетучих элементов.

#### Обсуждение результатов

Исследование на двух струйном плазматроне обеспечили высокую чувствительность ряда элементов; предел обнаружения и одновременного определения большого комплекса элементов снижается на 1,5-2 порядка по сравнению с данными химического анализа. Спектроскопическим буфером служил спектрально чистый графитовый порошок, который смешивался с анализируемой пробой в соотношении 1:20. Градуировочные графики строились в координатах [AS, IgC],

После обработки спектрограмм каждого элемента получены количественные содержания анализируемых элементов в определенных процентных соотношениях. Авторы настоящей работы не ставили задачу количественного определения углерода в составе сплава стали, поскольку все анализируемые пробы были приготовлены на углеродосодержащей графитовой основе. Поэтому, с учетом естественно присутствующего углерода, необходимая калибровка для определения С не проводилась.

В целом, в пределах погрешности, данные по основным элементам состава сплава стали, полученные авторами данной работы (таблица 2) и авторами [1] совпадают. Как видно из таблицы 2, основными элементами в исследуемом сплаве стали являются Si, Al, Fe. В месте с тем, по нашим результатам, железо составляет всего 16%, что является весьма важным обстоятельством. Таким образом, выводы [1] о том, что остаток составляет железо, не подтверждаются.

Сравнительная оценка коэффициента вариации химического и данного метода также приведена в таблице 2.

Таблица 2.

№	Элементы	Спектр, анализ.		Хим. анализ. С%
		Дл. волн. А°	С%	
1.	Si	2568	48	45-63
2.	Al	3051	20	10-25
3.	Fe	2599	16	-
4.	Ti	2841	5	1-10
5.	Ca	2564	4,8	1-10
6.	Mn	2933	2,5	-

7.	Cr	2843	1,65	-
8.	Ba	3071	1,05	1-10
9.	Cu	2824	0,7	-
10.	Ni	3050	0,7	-
11.	V	2924	0,65	0,3-5
12.	Mo	3170	0,4	-
13.	Co	3044	0,2	-
14.	Pb	2833	0,2	-
15.	Be	3131	0,065	-
16.	Sn	2840	0,006	-
17.	Sc	3353	0,004	-

Определенный интерес представляло сопоставление результатов химического и спектрального анализов сплава. Такое сопоставление результатов показало, что при химическом анализе некоторые элементы не были обнаружены. По результатам нашего исследования в состав сплава в пределах от 1% до 10% входят Ti, Ca, Mn, Cr, Ba. Также в незначительных количествах присутствуют такие химические элементы как Cu, Ni, V, Mo, Co, Pb, Be, Sn, Sc.

В методах химического и физико-химического анализа пределы обнаружения элементов (С%) находятся в рамках от  $n-1$  -  $n-10^{-6}\%$ . Вместе с тем, особенность атомно-эмиссионных спектральных методов заключается в том, что для измерения содержания элемента используют ниже пределы визуального обнаружения нескольких линий и на спектрограмме, снятых жестко фиксированных условиях. В этом случае ниже пределы одновременного определения нескольких десятков микроэлементов составляют (С%) от  $n-1$  -  $n-10^{-8}\%$ .

Вследствие того, что коэффициент вариации для большинства элементов для спектрального метода с использованием плазматрона значительно меньше по сравнению с химическим анализом, состав примесей в данном случае определен более подробно. Благодаря тому, что предел обнаружения одновременного определения большого комплекса элементов снижается на полтора-два порядка, результаты системных исследований спектрального анализа с применением плазматрона могут внести свой вклад для уточнения и коррекции технологии получения ферросиликоалюминия.

#### Литература:

1. Патент №19649 на изобретении. Сплав «казахстанский» для раскисления и легирования стали. Казахстан 05.05.2008.
2. Жеенбаев Ж.Ж., Энгельит В.С. Двухструйный плазматрон // Фрунзе: Илим. 1983.
3. Асаналиев М.К., Жеенбаев Ж.Ж., Самсонов М.А., Энгельит В.С. Структура потока плазмы двухструйного плазматрона // препринт. Фрунзе: Илим. 1980. - С.27.
4. Урманбетов К., Таштанов Р.А., Жеенбаев Ж.Ж. Усовершенствованный двухструйный плазматрон и его возможности в атомно-эмиссионном спектральном анализе // Аналитика и контроль. 2005. - Т.9. №1. - С. 89-94.
5. Р.А. Таштанов, К. Урманбетов Об устранении влияния состава проб на результаты атомно-эмиссионного спектрального анализа с вдуванием порошков в плазменную струю двухструйного плазматрона ДГП-50М. // Материалы международной конференции «телекоммуникационные и информационные технологии состояние и перспективы развития» Бишкек, Кыргызстан, 2008. - С 354-359.

Рецензент: д.тех.н., академик НАН КР Жумалиев К.М.