

ОПЫТ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАЗОВ В МЕТАЛЛАХ С ПРИМЕНЕНИЕМ ГАЗОАНАЛИЗАТОРОВ ФИРМЫ LECO

М.Е.Трофимова, Т.А.Крылова, А.В.Долганин*, С.Б.Шубина
ГНЦ РФ ОАО «Уральский институт металлов»
620219, Екатеринбург, Гагарина, 14
uim@dialup.utk.ru
*ОАО «Верх-Исетский металлургический завод»
Екатеринбург

Поступила в редакцию 31 января 2002 г.

Обобщён опыт многолетней эксплуатации приборов фирмы LECO при определении газов в разнообразных материалах. Оцениваются эксплуатационные и метрологические характеристики приборов.

Трофимова Мария Евгеньевна – заведующая группой Государственного научного центра Российской Федерации ОАО «Уральский институт металлов» (ГНЦ РФ ОАО «УИМ»).

Область научных интересов: определение газов в металлах, разработка стандартных образцов.

Автор 31 печатной работы.

Крылова Татьяна Анатольевна – инженер ГНЦ РФ ОАО «УИМ».

Область научных интересов: определение газов в металлах, разработка стандартных образцов.

Автор 6 печатных работ.

Долганин Александр Владимирович – специалист Верх – Исетского металлургического завода по наладке и ремонту приборов.

Шубина Софья Борисовна – ведущий научный сотрудник ГНЦ РФ ОАО «УИМ», кандидат физико-математических наук.

Область научных интересов: спектральный анализ, определение газов в металлах, метрологические проблемы аналитического контроля, разработка стандартных образцов.

Автор 165 печатных работ.

Приборы фирмы LECO RO-116 (определение кислорода), TN-114 (определение азота) и RH-2 (определение водорода) поступили в Уральский институт металлов в 1985 году. были практически немедленно введены в действие и с того же времени RO-116 и TN-114 постоянно работают с большой нагрузкой. К сожалению, газоанализатор водорода RH-2, несмотря на предпринятые усилия, так и не удалось запустить для постоянной и стабильной работы.

За прошедший период на каждом из приборов выполнено до 100 000 определений газов (при односменной работе).

Особенностью деятельности института явля-

ется весьма большое разнообразие анализируемых материалов. Кроме естественных для института ранее и сейчас различных сталей и сплавов на основе железа и никеля большой объём анализов приходится на медь различных марок, от черновой до бескислородной, поскольку в данном случае содержание кислорода определяет марку металла. Существенную долю общего объёма определений составляет азот в ферросплавах (ферротитан, феррованадий, ферромарганец, марганец и др.). Трубные заводы (и другие предприятия) являются заказчиками определений азота, кислорода и водорода в титане.

Часть из перечисленных выше материалов

минимально метрологически обеспечена Государственными стандартными образцами (ГСО) или СО других категорий. Однако, нередко приходится анализировать материалы без соответствующих ГСО, пользуясь СО, близкими по физико-химическим свойствам или иными дополнительными критериями правильности анализа. К таким материалам относятся редкоземельные металлы, тугоплавкие металлы (молибден, ниобий и др.), ванадий, ванадий-алюминиевые сплавы, благородные металлы (паладий, золото и т.п.) и многие другие материалы, часто нестандартные, учитывая научные проблемы института. Для всех материалов подобраны условия, позволяющие достигать требуемой точности анализа при оценке технологических предложений. Надо заметить, что весьма нестабильным является напряжение внешнего питания приборов, что приводит к необходимости работать на верхней ступени нагрева, а также, к сожалению, использовать весьма малые навески проб (менее 100 мг). Естественно, что при этом требуется увеличение количества параллельных определений.

Наконец, и, вероятно, это самая важная сторона деятельности ГНЦ РФ ОАО «УИМ» в области определения газов в металлах – институт является единственным в России и СНГ разработчиком ГСО сталей и сплавов, а в настоящее время – и меди. Это обстоятельство определило и большой объем работы, и качество выполняемой работы по метрологическим показателям. Приборы фирмы LECO применялись для аттестации ГСО, начиная с 1975 года (в межлабораторном эксперименте), с их помощью получена доминирующая доля результатов, а средний результат для приборов LECO практически совпадает с аттестованным значением [1]. Можно без преувеличения сказать, что все аттестованные (действующие и израсходованные) ГСО сталей для определения

кислорода, азота и водорода методами восстановительного плавления базируются на результатах приборов LECO.

Важно отметить, что приборы снабжены блоком газовой градуировки. Это особенно существенно при анализе разнообразных объектов в отсутствие стандартных образцов. Принципиальным, на наш взгляд, является использование блока газовой градуировки при проведении межлабораторного эксперимента для аттестации ГСО.

Приборы, действующие до настоящего времени в ГНЦ РФ ОАО «УИМ» (RO-116 и TN-114), хотя и морально устарели, менее информативны*, чем новые модели фирмы LECO, однако обладают высокими эксплуатационными характеристиками: большой наработкой на отказ, ремонтпригодностью и, соответственно, низким временем простоя, что легко оценить по общему объему анализов и числу рабочих смен (см. выше). Достаточно отметить, что при весьма высокой нагрузке для ремонта приборов никогда не привлекались специализированные организации и специалисты фирмы LECO. Благодаря получению необходимых запасных частей ремонт приборов выполнялся всегда своими силами. Наиболее часто нуждаются в замене следующие детали: нижний сменный электрод, радиатор (для охлаждения), тиристоры. После 15-летней эксплуатации приборов требуется замена верхних электродов печей. Кроме того, при анализе порошковых материалов весьма велика потребность в никелевых тиглях (не корзиночках из проволоки!).

В целом, по опыту работы следует сказать, что имеющиеся в ОАО «УИМ» типы приборов отличаются высокой надежностью и, благодаря квалифицированному обслуживанию, пока пригодны к работе, однако, несомненно, новые задачи и проблемы в области определения газов требуют обновления парка приборов.

*) Отсутствует возможность наблюдения за процессом экстракции определяемого элемента и др.

ЛИТЕРАТУРА

1. Шубина С.Б. Применение анализаторов фирмы LECO при аттестации Государственных стандартных образцов для определения газов в металлах / С.Б.Шубина, М.Е.Трофимова, Т.А.Мельничук // Аналитика и контроль. 2000. Т.4, №3. С.266-268.

* * * * *

THE EXPERIENCE IN DETERMINATION OF GASES CONTENT IN METALS USING LECO'S GAS - ANALYSERS.

M.E.Trofimova, T.A.Krylova, A.V.Dolganin, S.B.Shubina

Many years experience in using of LECO's gas - analysers in determination of gases content in different materials has been generalized. The exploitation and metrological characteristics of the devices are estimated.