

ЭКСПЛУАТАЦИЯ ГАЗОАНАЛИЗАТОРОВ ФИРМЫ LECO® НА ОАО «ЗЛАТОУСТОВСКИЙ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЙ КОМБИНАТ»

А.В.Путенихина, Л.В.Можерина, Н.Н.Пекишева
ОАО «Златоустовский металлургический комбинат»
456203, Златоуст Челябинской обл.
lesk@zlatoust.ru

Описан опыт эксплуатации анализаторов: азота (TN-14, TN-114), кислорода (RO-116), водорода (RH-2), углерода и серы (CS-300) фирмы LECO®. Оценены эксплуатационные и метрологические характеристики приборов при использовании их для анализа материалов металлургического производства.

Путенихина Анастасия Васильевна – начальник отделения аналитического контроля ЦИОТП ОАО «ЗМК»

Можерина Людмила Васильевна – зам. начальника отделения аналитического контроля ЦИОТП ОАО «ЗМК»

Пекишева Надежда Николаевна – начальник группы газового анализа ЦИОТП ОАО «ЗМК»

В 2002 году комбинат отметил свой столетний юбилей. За этот период освоено производство более тысячи марок сложнолегированных специальных сталей и сплавов на никелевой и железоникелевой основах. Определение химического состава металлопродукции производится автоматизированными химическими и физико-химическими методами.

В 1974 году был получен первый анализатор для определения азота марки TN-14. С его внедрением, производительность труда по сравнению с химическим методом увеличилась в четыре раза, повысилась точность анализа, расширился диапазон определяемых концентраций ($>0.005\%$), улучшились условия труда лаборантов.

В 1983 году были получены и внедрены анализаторы кислорода RO-116, азота – TN-114, водорода – RH-2.

Особенностью применения анализаторов фирмы LECO® на ОАО «ЗМК» является использование их для определения газообразующих элементов в легированных сталях и сплавах, содержащих Mo, W и другие тугоплавкие элементы, а также в сталях и сплавах, содержащих Al, Ti, Zr, Cr, Nb и другие элементы, образующие прочные оксиды и нитриды, обладающие высокой сорбционной активностью по отношению к кислороду.

С целью полного выделения газообразующего элемента из пробы металла подбирали условия проведения анализа: соответствующую ванну для разбавления пробы и соотношение массы пробы к массе ванны.

При определении азота и кислорода на анализаторах фирмы LECO® использовали графитовые тигли фирмы LECO®, Новочеркасского электродного завода, Челябинского предприятия ХРЦНТУ (1989-1990 гг.). С точки зрения результатов качество тиглей перечисленных производителей является удовлетворительным. Графитовые тигли как импортного, так и отечественного производства использовали дважды, а иногда и три раза.

Для градуировки анализаторов использовали государственные стандартные образцы (ГСО) производства ЗАО «Институт стандартных образцов», ГНЦ РФ ОАО «Уральский институт металлов» и стандартные образцы предприятия (СОП, разработанные на ОАО «ЗМК», близкие по химическому составу к производственным пробам).

Результаты оценки метрологических характеристик методик, полученные путем выполнения не менее 50 серий измерений массовой доли газообразующих элементов в стандартных образцах по двум измерениям в каждой серии, приведены в табл. 1.

Таблица 1

Точностные характеристики методик КХА газообразующих элементов в материалах черной металлургии

| Определяемый элемент | Диапазон измерений, % | Индекс СО | Материал СО | Аттестованное значение массовой доли, % | Среднее воспроизведенное значение массовой доли, % | Показатели | | |
|----------------------|-----------------------|-------------|--|---|--|--------------|-----------------|-----------------------|
| | | | | | | Точности, Пт | Сходимости, Псх | Воспроизводимости, Пв |
| Кислород | От 0,001 до 0,030 | СГ-9 | Сталь высоколегированная, типа 95Х18-ш | 0,0031 | 0,0031 | 0,41 | 0,18 | 0,48 |
| | | СГ-3 | Сталь кипящая, типа ЗКП | 0,0138 | 0,0146 | 0,40 | 0,17 | 0,35 |
| Азот | От 0,0010 до 0,50 | 7-2а | Сталь типа 10Г2Б, 16ГАФ | 0,0036 | 0,0038 | 0,20 | 0,19 | 0,20 |
| | | 7-3а | | 0,0124 | 0,0126 | 0,20 | ОД1 | 0,25 |
| | | С-31В | Сталь легированная типа 37Х12Н8МФБ | 0,033 | 0,034 | 0,31 | 0,30 | 0,36 |
| | | С-41Г | Сталь легированная типа 08Х19Н9Ф2С2 | 0,142 | 0,143 | 0,24 | 0,23 | 0,27 |
| | | С-44-1 | Сталь легированная типа О3Х23Н6 | 0,269 | 0,268 | 0,24 | 0,21 | 0,31 |
| Водород | От 0,0001 до 0,0040 | 28-Г-006-95 | Сталь легированная типа 12Х18Н10Т | 0,00020 | 0,00021 | 0,29 | 0,17 | 0,34 |
| | | СГ-16 | | 0,00032 | 0,00034 | 0,35 | 0,11 | 0,36 |
| | | ВТ-16 | Сплав титановый | 0,0023 | 0,0023 | 0,35 | 0,18 | 0,42 |
| Углерод | От 0,010 до 5,0 | УНЛ-1 | Сталь углеродистая типа 08КП | 0,0121 | 0,012 | 0,21 | 0,12 | 0,19 |
| | | С18В | Сталь легированная типа ХВ4Ф | 1,411 | 1,402 | 0,28 | ,24 | 0,35 |
| | | Н8Б | Сплав типа ХН70ВМТЮФ | 0,010 | 0,011 | 0,45 | 0,28 | 0,55 |
| | | Н5Б | Сплав на никелевой основе типа ХН78Т | 0,076 | 0,078 | 0,51 | 0,29 | 0,47 |
| | | Ч4Г | Чугун типа ЛР5 | 1,82 | 1,81 | 0,43 | 0,33 | 0,49 |
| | | Ч1Д | Чугун типа П2 | 2,74 | 2,73 | 0,43 | 0,28 | 0,50 |
| Сера | От 0,002 до 0,40 | УНЛ-1 | Сталь углеродистая типа 08КП | 0,0090 | 0,0089 | 0,23 | 0,15 | 0,22 |
| | | У2Д | Сталь углеродистая | 0,243 | 0,240 | 0,51 | 6,24 | 0,41 |
| Допускаемые значения | | | | | | 0,75 | 0,35 | 0,85 |

Экспериментальное исследование точности методик выполнено в соответствии с МУ МО 14-

1-3-90*. С приобретением газоанализаторов появилась возможность решать задачи по изуче-

нию поведения газов в жидким расплавах и в твердом металле, выявить зависимость между качеством металла и его газонасыщенностью, производить экспрессный контроль азота по ходу выплавки стали ЭП866, ШХ15, ЭП126, ДИ59 и др.

Результаты определения содержания газов использовались в исследовательских работах, направленных на усовершенствование технологии выплавки и передела металла, способствовали улучшению качества выпускаемой продукции.

В 1995 г. введен в эксплуатацию анализатор одновременного определения углерода и серы CS-300 для входного контроля чистых металлов, ферросплавов и текущего контроля металла, выплавляемого в мартеновском и электросталеплавильных цехах. Семилетний опыт круглогодичной эксплуатации показал высокую производительность установки (ежесменно выполняется более 250 измерений массовой доли углерода и серы), надежность (простои за счет профилактических и текущих ремонтов не более 3-х суток в квартал) и хорошие метрологические характеристики (табл. 1). В зависимости от состава анализируемых материалов были выбраны оптимальные условия анализа. При эксплуатации отмечено влияние загрязненности сетчатого фильтра на увеличение времени анализа и сходимость измерений. Применение дополнительной очистки фильтра с помощью ультразвука решило эту проблему.

За период работы выходили из строя два вентилятора, обеспечивающие вентиляцию воздуха в блоке ячеек, и генераторная лампа СВЧ печи,

которые были заменены. На аналитических весах «Леко-050» износилась большая «серыга», кнопки управления весами и измерительным блоком. Из-за отсутствия запчастей заказали новые весы.

Постоянно ведется работа по снижению затрат на расходуемые материалы. Импортный катализатор «Лекосель» заменен на отечественный вольфрам по ТУ 48-19-76-90, поступающий на завод в виде штапиков. Вольфрам дробили на пневмоступке или щековой дробилке, для анализа использовалась фракция размером не более 0,16 мм. Загрязненность приготовленного катализатора, так же как и фирменного не превышала по углероду $2 \cdot 10^{-3}\%$, по сере $1 \cdot 10^{-4}\%$. В течение года используется около 130 кг катализатора, разница в стоимости составила 200 тыс. рублей. Фарфоровые тигли, как фирменные, так и Домодедовского фарфорового завода используются, как правило, не менее 2-х раз. Экономический эффект от вторичного использования тиглей для определения углерода и серы в первых пробах по ходу плавки составил 280 тыс. рублей в год.

Внедрение анализатора CS-300 взамен 4-х кулонометрических установок типа АН 7529 и АС7932 позволило сократить расход электроэнергии в 10 раз, а продолжительность анализа снизить до 40 секунд.

С помощью анализатора было аттестовано 32 СОП различных материалов, получены данные для аттестации 10 ГСО. Результаты определения углерода и серы при аттестации ГСО приведены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты определения углерода и серы при аттестации ГСО. % на анализаторе CS-300

| № п/п | Индекс ГСО | Материал | Аттестованные характеристики, % | Средний результат ОАО «ЗМК», % |
|-------|------------|---|--|--------------------------------|
| 1 | ЧГ20 | Чугун легированный типа ЧНХМДШ | C $3,31 \pm 0,02$ | 3,32 |
| 2 | ЧГ23 | | S $0,041 \pm 0,001$ | 0,041 |
| 3 | ЛГ41 | Сталь легированная марки 20Х17Н2 | C $0,200 \pm 0,006$ | 0,195 |
| 4 | С41Д | Сталь легированная марки СВ-08Х19Н9Ф2С2 | C $0,085 \pm 0,001$ S $0,0069 \pm 0,0003$ | 0,084 0,0069 |
| 5 | С29Г | Сталь легированная марки 10Х11Н20Т3Р | C $0,017 \pm 0,001$ S $0,0026 \pm 0,0002$ | 0,017 0,0028 |

* Методические указания. Аттестация нестандартизированных методик количественного химического анализа. МУ-МО 14-1-3-90. Изд. ИСО ЦНИИЧМ. г. Свердловск, 1990.

Обслуживание газоанализаторов производят электромеханики группы средств автоматизации, входящей в состав отделения аналитического контроля. В настоящее время все установки находятся в рабочем состоянии, но новые задачи и технологии в области металлургии (AKOC,

установка вакуумирования стали) требуют обновления парка приборов. Получены коммерческие предложения и ведутся работы по заключению договора с фирмой LECO® на поставку газоанализаторов моделей: CS-200, TC-300, RH-402L

* * * *

**EXPLOITATION OF GAS-ANALYZERS (LECO®) AT «ZLAZOUST METALLURGICAL WORKS»
A.V.Putenikhina, L.V.Mozherina, N.N.Pekisheva**

Operating experience of gas-analyzers (LECO ®) for nitrogen (TN-14, TN-114), oxygen (RO-116), hydrogen (RH-2), carbon and sulfur (CS-300) is described. Operational and metrological characteristics of these instruments for analysis of metallurgical production materials are estimated.