

АНАЛИЗ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ ФЕРРОСПЛАВОВ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Попкова Г. Н., Лузянина П. А., Шалыгина Л. В.
ЗАО «Институт стандартных образцов»

г. Екатеринбург, Россия, ул. Ульяновская, д. 13а, литер А. E-mail: analitik@icrm-ekb.ru

Ферросплавы представляют собой сплав железа с рядом компонентов, содержание которых фиксировано. Микропримеси, входящие в состав ферросплавов, способны изменить свойства продукта металлургического производства. В связи с этим необходима разработка как стандартных образцов (СО), так и методик для нормирования макро- и микрокомпонентов в ферросплавах. Решением данной задачи может служить применение метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП).

Цель данной работы – разработка методик определения алюминия, кальция, титана и бора в стандартном образце ферросиликомарганца ИСО Ф23-1; кальция, алюминия и бария в стандартном образце ИСО Ф51 модификатора комплексного SIBAR®4; алюминия, железа и титана в стандартном образце ИСО Ф53 ферросилиция азотированного методом АЭС-ИСП.

На первом этапе работы были выбраны способы пробоподготовки, определены оптимальные операционные параметры плазмы для анализа рассматриваемых элементов, изучены влияния основных элементов, входящих в состав ферросплавов. Результаты представлены в таблице 1.

Измерения проводили на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно-связанной плазмой **iCAP 6500 DUO (Thermo Scientific, США)**, снабженном оптической системой Эшелле, радиочастотным генератором, полупроводниковым CID-детектором с термоэлектрическим охлаждением, плазменной горелкой и системой ввода образца с перистальтическим насосом.

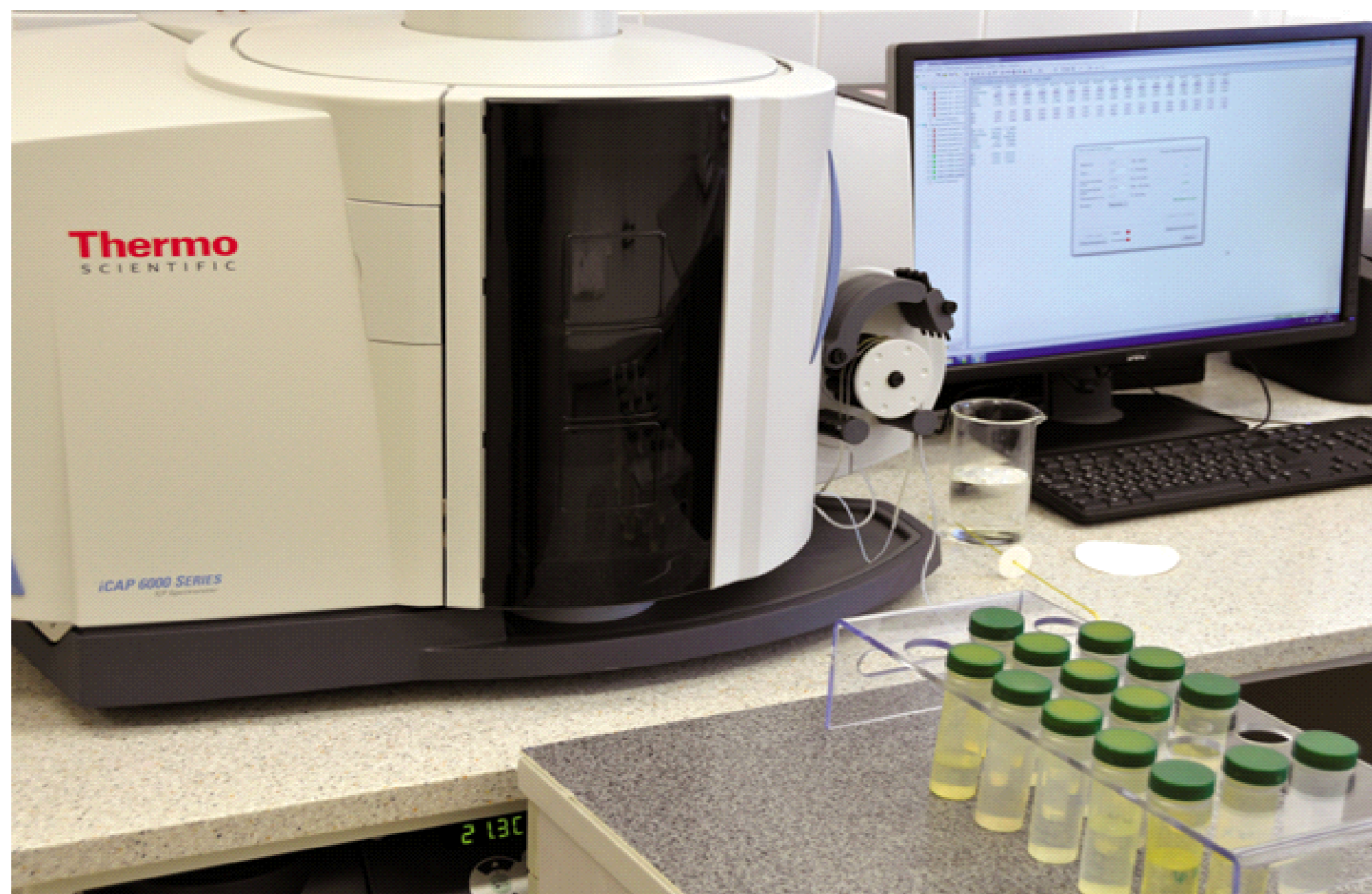


Рис. 1

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой iCAP 6500 DUO (Thermo Scientific, США)

Таблица 1

Установленные условия проведения анализа СО ферросплавов методом АЭС-ИСП

Материал СО	Способ пробоподготовки	Определяемый элемент	Аналитические длины волн, нм	Параметры работы спектрометра
ИСО Ф23-1 ферросиликомарганец	Разложение в смеси кислот HNO ₃ + HF + HClO ₄	Al	396,152; 394,401	Мощность ВЧ-генератора 1150 Вт . Распылительный поток 0,5 л/мин . Вспомогательный поток 0,5 л/мин . Охлаждающий поток 12 л/мин .
	Сплавление с КОН	Ti	334,941; 337,280	
	Разложение в смеси кислот HNO ₃ + HCl + HF в системе HotBlok	Ca	317,933; 318,158; 396,847	
	Разложение с доплавлением нерастворимого остатка с Na ₂ CO ₃	B	249,678; 182,641	
ИСО Ф51 модификатор комплексный SIBAR®4	Разложение в смеси кислот HNO ₃ + HF + HClO ₄	Al	396,152; 394,401	
		Ca	317,933; 318,158; 396,847	
		Ba	455,403; 230,424	
ИСО Ф53 ферросилиций азотированный	Сплавление со смесью NaHCO ₃ + Na ₂ B ₄ O ₇	Al	396,152; 394,401	
		Fe	259,940; 275,547; 238,204	
		Ti	334,941; 337,280	

По результатам исследований в Аналитической лаборатории Испытательного аналитического центра ЗАО «ИСО» метрологической службой ЗАО «ИСО» проведена аттестация методик с применением СО утвержденных типов и аттестованных смесей, а также проведена метрологическая экспертиза технической документации. Разработанные методики зарегистрированы в федеральном реестре аттестованных методик (методов) измерений. Проведена аттестация значений СО при проведении межлабораторного эксперимента. Разработанные СО зарегистрированы в Государственном реестре. Результаты представлены в таблице 2.



Таблица 2

Результаты аттестации ГСО и методик анализа состава ферросплавов

Индекс ГСО Номер ГСО	Элемент	Аттестованное значение массовой доли элемента	Расширенная неопределенность аттестованных значений (P = 0,95)	Методика измерений	Диапазон измерений массовой доли элемента в методике
ИСО Ф23-1 ГСО 10809	Al	0,070	0,002	НДИ 01.04.154-2022 (ФР.1.31.2022.43393) «Силикокальций. Ферросиликомарганец. Определение массовой доли кальция, алюминия, титана, железа, фосфора, бора. Метод атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой»	от 0,05 до 0,10
	Ca	0,208	0,006		от 0,10 до 0,25
	Ti	0,137	0,005		от 0,10 до 0,20
	B	0,012	0,002		от 0,005 до 0,015
ИСО Ф51 ГСО 12226-2023	Al	1,00	0,02	НДИ 01.04.191-2022 (ФР.1.31.2022.4424) «Модификаторы комплексные. Определение массовой доли кальция, алюминия и бария. Атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой метод»	от 1,0 до 2,0
	Ca	1,30	0,02		от 0,5 до 2,0
	Ba	3,80	0,03		от 2,0 до 5,0
ИСО Ф53 в разработке	Al	—	—	НДИ 01.04.194-2023 «Ферросилиций, ферросилиций азотированный. Определение массовой доли алюминия, железа, титана. Атомно-эмиссионный с индуктивно связанной плазмой метод»	от 0,5 до 1,5
	Ti	—	—		от 10,0 до 20,0
	Fe	—	—		от 0,2 до 0,5

ВЫВОДЫ

Разработаны и аттестованы как ГСО, так и методики одновременного многоэлементного анализа ферросиликомарганца (СО ИСО Ф23-1), модификатора комплексного SIBAR®4 (СО ИСО Ф51), ферросилиция азотированного (СО ИСО Ф53 находится в разработке) методом АЭС-ИСП.

ЛИТЕРАТУРА

- Кудрин В. А. Теория и технология производства стали: учебник для вузов. М.: Мир, ООО «Издательство АСТ», 2003. 528 с.
- Пупышев А. А., Данилова Д. А. Использование атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой для анализа материалов и продуктов черной металлургии // Аналитика и контроль. 2007. Т. 11. № 2-3. С. 131–181.
- ГОСТ 14250.1–90 Ферротитан. Метод определения титана. М.: Издательство стандартов, 1991. С. 14.
- ГОСТ 16591.4–87 (ИСО 4158-78) Силикомарганец. Методы определения кремния. М.: Издательство стандартов, 1988. С. 9.
- ГОСТ 16591.5–94 Ферросиликомарганец. Метод определения фосфора. М.: Издательство стандартов, 1996. С. 6.
- ГОСТ 16591.3–94 (ИСО 4159-78) Ферросиликомарганец. Методы определения марганца. М.: Издательство стандартов, 1996. С. 9.
- Степин В. В., Курбатова В. И., Шашкова Н. В. и др. Химические и физико-химические методы анализа ферросплавов: Справоч. изд. М.: Металлургия, 1991. 282 с.
- Об обеспечении единства измерений: Федер. закон Рос. Федерации от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ: принят Гос. Думой Федер. Собрания Рос. Федерации 11 июня 2008 г.: одобрен Советом Федерации Федер. Собр. Рос. Федерации 18 июня 2008 г. (в редакции от 27 декабря 2019 г. № 496-ФЗ) // Рос. газета. 2019. 31 декабря.