

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 – началь-
ник 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 два-

ды, 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 03Х23Н6	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
		Ч5Г	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 жидких 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 круглосуточной 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 сходимости 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» изнашивалась большая «серьга», кнопки управления весами и измерительным блоком. Из-за отсутствия запчастей заказали новые весы.

Постоянно ведется работа по снижению затрат на расходные 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±0,02	3,32
			S 0,041±0,001	0,041
2	ЧГ23		C 2,82±0,02	2,82
			S 0,0038±0,0005	0,0041
3	ЛГ41	Сталь легированная марки 20X17H2	C 0,200±0,006	0,195
4	С41Д	Сталь легированная марки св-08X19H9Ф2С2	C 0,085±0,001	0,084
			S 0,0069±0,0003	0,0069
5	С29Г	Сталь легированная марки 10X11H20ТЗР	C 0,017±0,001	0,017
			S 0,0026±0,0002	0,0028

* Методические указания. Аттестация нестандартизованных 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 (АКОС,

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 «ZLATOUST 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.
