

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА СТАРТОВЫХ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ СМЕСЕЙ*Шеховцова Ю.С.^(1,2), Ролдугина В.А.⁽²⁾, Ермолаева Т.Н.⁽¹⁾*⁽¹⁾ Липецкий государственный технический университет

398055, г. Липецк, ул. Московская, д. 30

⁽²⁾ ПАО "Новолипецкий металлургический комбинат"

398040, г. Липецк, пл. Металлургов, д. 2

Стартовые смеси применяются в металлургии для теплоизоляции сталеразливочного и промежуточного ковшей, изложниц, заполнения выпускного канала сталеразливочного ковша. Методики многоэлементного анализа стартовых смесей в настоящее время отсутствуют.

Разработана методика рентгенофлуоресцентного анализа стартовых смесей ССТ-Х, ССТ-2, Vorstart, Interfull CR 33С, Start-RMK-SSC, Theramer Fill 135, наиболее часто используемых на металлургическом производстве. Изучены условия пробоподготовки стартовых смесей методами прессования пробы на подложке из борной кислоты (гидравлический пресс Herzog НТР 40, Германия) и сплавления (печь Katanax X-300 X-FLUXER, Канада). Определены условия сплавления литых дисков: рассчитано оптимальное соотношение флюса, образца и окислителя. Показано, что полное сплавление происходит при 700-1050 °С в течении 40 мин с повторением программы после переворота диска. Сравнение результатов пробоподготовки показало преимущество метода сплавления.

Определение нормируемых компонентов (SiO_2 , Cr_2O_3 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 и MgO) в стартовых смесях осуществляли с применением рентгенофлуоресцентного волнодисперсионного спектрометра ZSX Primus II и ZSX Primus IV (Rigaku, Япония). Вследствие отсутствия стандартных образцов стартовых смесей для градуировки спектрометра и проверки правильности определения нормируемых компонентов использовали ГСО руды железной, шлака сталеплавильного и руды хромовой, имеющих близкий химический состав. Установлено, что вследствие значительного влияния матричных эффектов градуировочные зависимости для определения отдельных элементов индивидуальны для различных марок стартовых смесей. Диапазон линейности градуировочных зависимостей 5,00–50,0 % – для SiO_2 ; 0,100 до 50,0 % – для Cr_2O_3 ; 0,50 до 20,0 % – для Al_2O_3 ; 5,00 до 50,0 % – Fe_2O_3 ; 0,50 до 50,0 % – для MgO . Значения коэффициентов корреляции градуировочных функций для определяемых компонентов свидетельствуют о линейном характере зависимости в представленном диапазоне концентраций. Проверку правильности определения нормируемых компонентов в стартовых смесях по разработанной методике проводилась с применением ГСО и путем сравнения с результатами, полученными альтернативными методами анализа. Показано отсутствие систематической погрешности между концентрациями компонентов, установленными по разработанной и стандартной методикам, а также с аттестованными значениями в ГСО по критерию Стьюдента.