

УДК 543.423

ПРИМЕНЕНИЕ МНОГОКАНАЛЬНЫХ АНАЛИЗАТОРОВ АТОМНО-ЭМИССИОННЫХ СПЕКТРОВ МАЭС НА ПРЕДПРИЯТИЯХ ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ ВОСТОЧНОГО КАЗАХСТАНА

*Л.И.Василенко, Н.Г.Пелевина**
Металлургический комплекс АО «Казцинк»,
492020, Усть-Каменогорск, Промышленная, 1
uk_office@kazzinc.com

**Дочернее Государственное Предприятие «ВНИИцветмет»,
492020, Усть-Каменогорск, Промышленная, 1
vcm_onti@ukg.kz*

Обсуждены результаты внедрения оборудования ООО «ВМК-Оптоэлектроника» в практику работы предприятий цветной металлургии Восточного Казахстана. После модернизации аналитических установок анализаторами МАЭС и генераторами «Везувий» и «Шаровая молния» значительно сократилось время выполнения анализов, расходы на приобретение фотопластинок, химреактивов и стандартных образцов.

Василенко Людмила Ильинична - начальник спектральной лаборатории Аналитической лаборатории Усть-Каменогорского металлургического комплекса АО «Казцинк».

Область научных интересов: атомно-эмиссионный анализ металлов, металлов высокой чистоты и продуктов цветной металлургии.

Пелевина Наталья Геннадьевна - старший научный сотрудник Восточного горно-металлургического научно-исследовательского института цветных металлов.

Область научных интересов: атомно-эмиссионный анализ металлов, металлов высокой чистоты и продуктов цветной металлургии.

Автор более 30 научных трудов.

Нормативная документация на испытания продукции, выпускаемой предприятиями цветной металлургии, до настоящего времени регламентирует в качестве основного метода контроля атомно-эмиссионную спектроскопию с дуговым (искровым) возбуждением и фотографической регистрацией спектра [1-5].

Бесспорно, атомно-эмиссионный метод анализа имеет ряд преимуществ (многоэлементность, высокая чувствительность, умеренная стоимость оборудования) и занимает ведущее место в аналитических лабораториях предприятий цветной металлургии. Основным недостатком его является трудоемкая процедура фотографирования и обработки полученных спектров на фотопластинке. Кроме того, при фотографической регистрации спектров линейный динамический диапазон измерения интенсивности аналитических линий ограничен сверху насыщением фотоэмульсии и, как правило, не превышает двух порядков величины, что усложняет процесс градуировки приборов. Практически 100 %-ный износ имеющихся в наличии микрофотометров и микроденситометров, снятых с производства, снижает качество проводимых анализов.

Применение спектрометров с фотоэлектронными умножителями, которое допускается требованиями нормативной документации, устраняет недостатки фотопластинок, но ограничивает аналитика в выборе спектральных линий.

Перечисленные выше недостатки, а также необходимость контролировать выпускаемую продукцию на уровне Евростандартов, побудили руководителей аналитических служб предприятий цветной металлургии Восточного Казахстана (Металлургического комплекса АО «Казцинк» в городах Усть-Каменогорск, Риддер, Зыряновск) провести модернизацию имеющегося оборудования. Только в аналитической лаборатории Усть-Каменогорского МК АО «Казцинк» установлено 3 анализатора МАЭС в комплекте с генераторами «Везувий» и «Шаровая молния» на спектрографах ДФС-458, ИСП-30 и квантометре МФС-8. В связи с этим возникла необходимость ввода изменений, обусловленных внедрением анализаторов МАЭС и аналогичных устройств, в нормативную документацию (НД) методик. Отраслевой институт - Дочернее Государственное Предприятие (ДГП) «ВНИИцветмет», который многие годы занимается разработкой методов анализа продукции предприятий свинцово-цинковой подотрасли, не имел возможности приобрести такое оборудование. В 2002 г. ООО «ВМК-Оптоэлектроника» предоставило для испытаний в ДГП «ВНИИцветмет» анализатор МАЭС, что позволило модернизировать установку на основе квантометра МФС-8. По результатам исследований, проведенных на этом приборе, вносятся изменения в НД в соответствии с планом Межгосударственной стандартизации.

В настоящее время с помощью анализаторов спектров МАЭС контролируют практически всю товарную продукцию, выпускаемую Усть-Каменогорским Metallургическим комплексом - металлические цинк, свинец, кадмий, теллур, селен, индий, таллий, а также поступающее сырье и продукты переработки.

Применение анализатора МАЭС позволило не только автоматизировать отдельные операции анализа, но и в несколько раз его ускорить. Так, при регистрации спектров на фотопластинках на анализ одной пробы цинка (8 элементов) требовалось 2 ч, а с использованием анализатора МАЭС - 30 мин, на анализ пробы свинца соответственно 1,5 ч и 20 мин, на анализ индия по трем методикам ранее требовалось затратить около 8 ч, а с анализатором МАЭС - не более 1,5 ч.

При регистрации спектров с применением анализатора МАЭС линейный участок градуиро-

вочных графиков значительно расширился. Так, при определении ртути в продуктах свинцово-цинкового производства по линии Hg 253,6 нм с использованием фотопластинок он составлял от 0,001% до 0,025%, а с применением МАЭС - от 0,0001% до 0,05%; при определении висмута в продуктах свинцово-цинкового производства (линия Bi 289,79 нм) - 0,001% - 0,015%, и 0,0008% - 0,4% соответственно.

В качестве примеров на рис. 1 - 4 представлены градуировочные графики и контуры аналитических линий Hg и Bi в спектрах стандартных образцов с наименьшими и наибольшими массовыми долями примесей этих элементов.

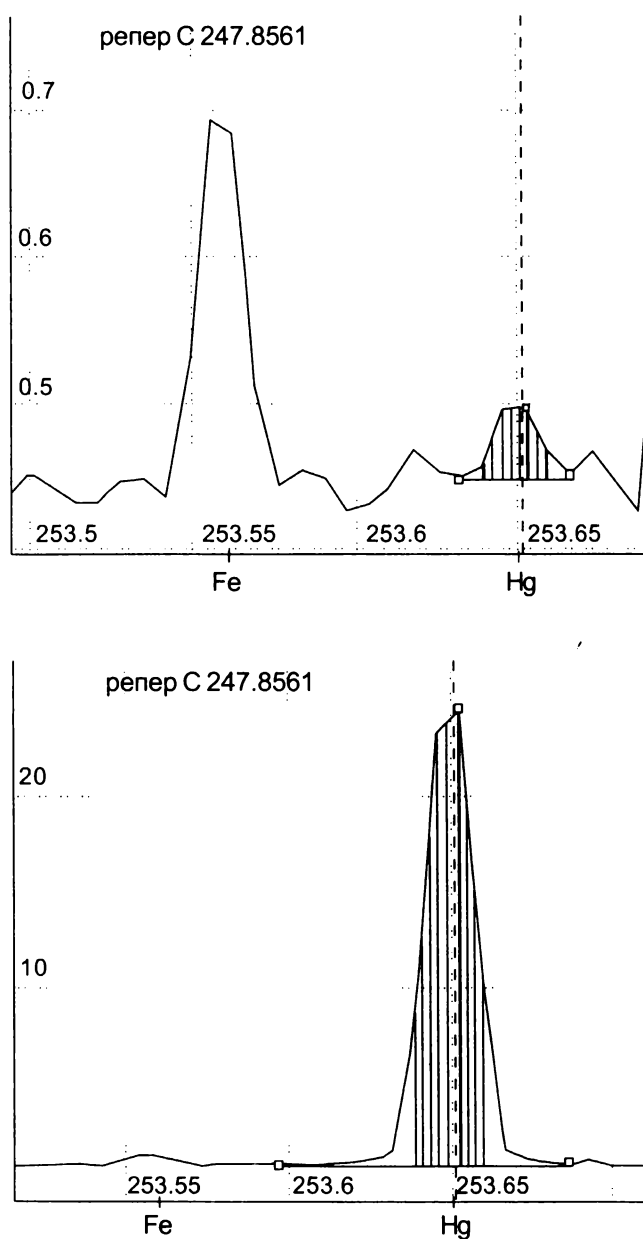


Рис.1. Контур аналитической линии Hg 253,6 нм при массовой доле 0,0001 % (а) и 0,05 % (б)

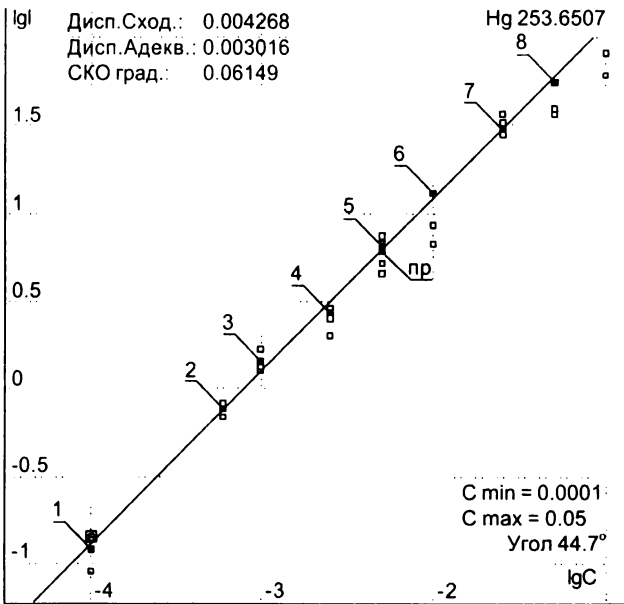


Рис.2. Градуировочный график для определения содержания ртути в продуктах металлургии (Hg 253,6 нм)

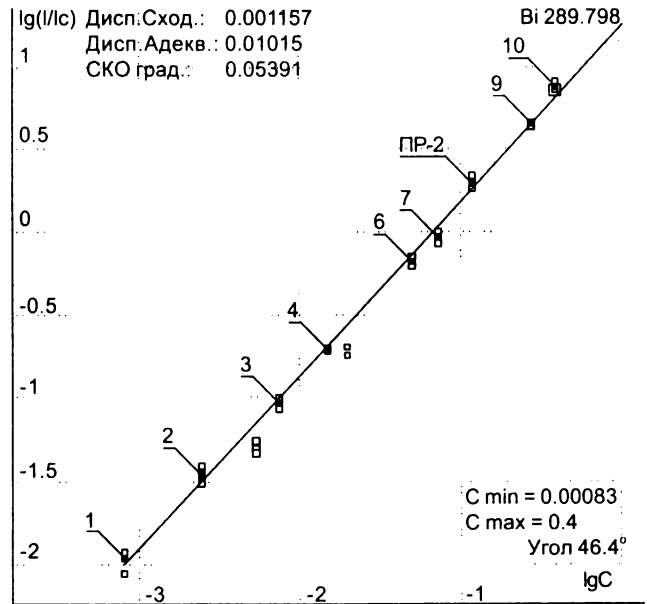


Рис.4. Градуировочный график для определения содержания висмута в продуктах металлургии (Bi 289,79 нм)

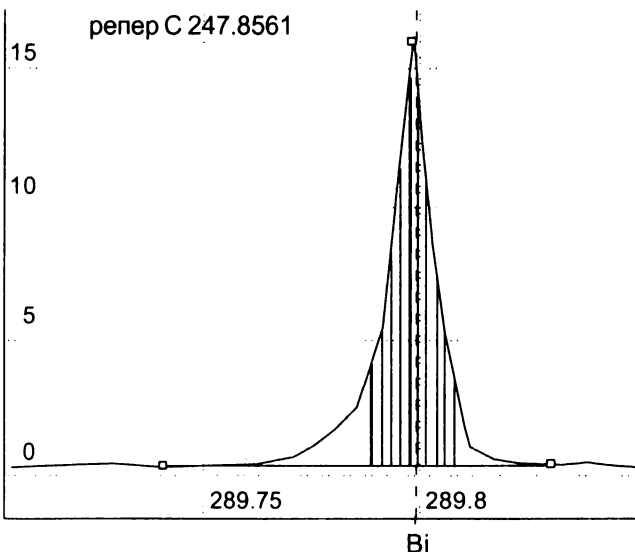
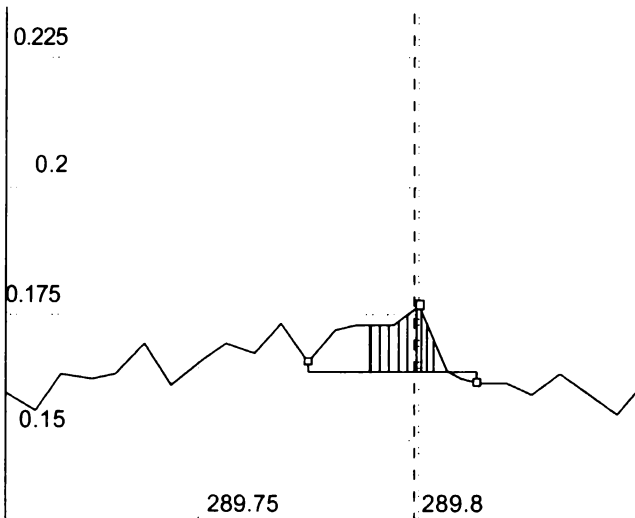


Рис.3. Контур аналитической линии Bi 289,79 нм при массовой доле 0,00083 % (а) и 0,4 % (б)

С помощью МАЭС появилась возможность широкого выбора аналитических линий. Так, при определении свинца в цинке металлическом использовали линию Pb 287.33 нм, которая полностью покрывает диапазон определяемых концентраций от 0,0025% до 2,1% (рис.5, 6), в то время как в соответствии с требованиями ГОСТ [2] для этого необходимо было использовать несколько спектральных линий (линии Pb 283.31 нм, Pb 363.96 нм в диапазоне массовых долей 0,002-0,05% и линию Pb 282.32 нм в диапазоне 0,01-3,0%). В некоторых программах линия Fe 302,06 нм заменена на Fe 271,90 нм, не уступающую первой по чувствительности.

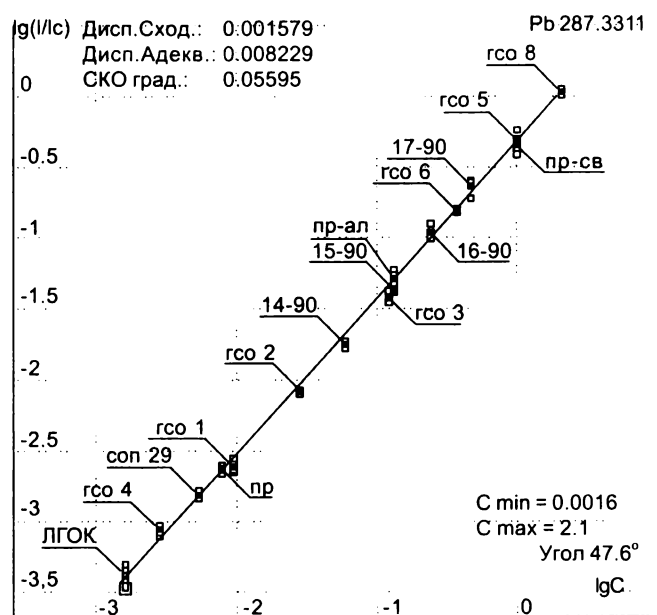


Рис.5. Градуировочный график для определения содержания свинца в цинке (Pb 287,33 нм)

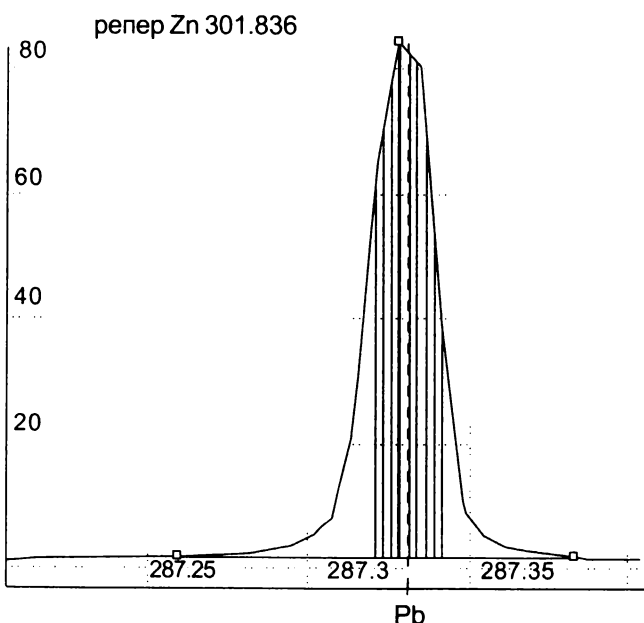
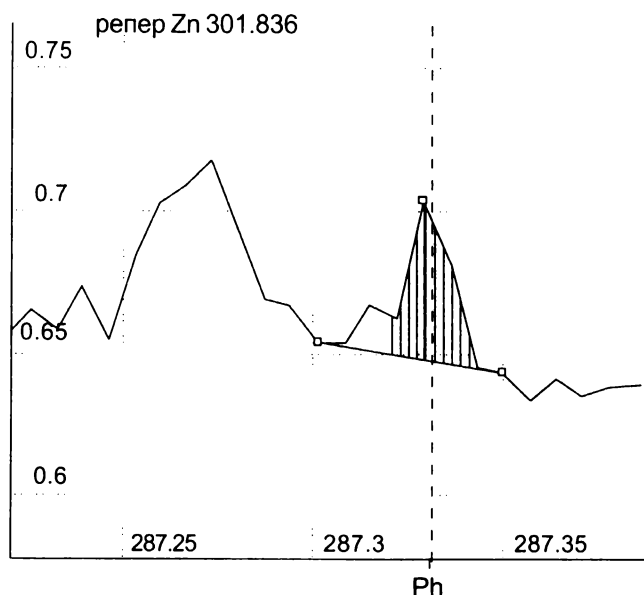


Рис.6. Контур аналитической линии РЬ 287,33 нм при массовой доле 0,0025 % (а) и 2,1 % (б)

При использовании анализатора МАЭС удалось снизить пределы определения примесей в цинке, которые теперь соответствуют Евростандарту и составляют для: РЬ - 0.0015%, Сd - 0.0003%, Fe - 0.0005%, Сu - 0.00025%, Sn - 0.00025%, Al - 0.0005%, Ag - 0.0001%.

В аналитической лаборатории Усть-Каменогорского Metallургического комплекса АО «Казцинк» все анализаторы МАЭС работают в комплексе с генераторами «Везувий» и «Шаровая молния», производителями которых также является

ООО «ВМК - Оптоэлектроника». Применение упомянутых генераторов дает возможность легко варьировать режимы возбуждения, опытным путем подбирая оптимальные параметры электрических источников света.

В настоящее время ведется работа по подготовке большой программы для цеха рафинирования свинца, по которой будет контролироваться весь состоящий из 13 этапов технологический процесс очистки свинца - от черного металла до товарного продукта. При фотографической регистрации спектров необходимо было обрабатывать 13 фотопластинок, а с применением МАЭС все результаты анализа будут получены из одной аналитической программы. В таблице приведены диапазоны определяемых содержаний примесей в свинце по ходу его рафинирования.

Таблица

Диапазоны определяемых содержаний примесей в свинце по ходу его рафинирования

Определяемый элемент	Длина волны аналитической линии, нм	Диапазон массовой доли, %
Висмут	289,798	0,003 - 1,80
Серебро	328,068	0,0003- 0,30
Медь	327,396	0,00090 - 0,040
Мышьяк	286,045	0,1 - 1,20
Сурьма	302,983	0,050- 2,80
Олово	286,333	0,0020- 0,20
Цинк	307,590	0,30 - 1,60

С внедрением анализаторов МАЭС в практику работы аналитических лабораторий предприятий цветной металлургии Восточного Казахстана значительно сократились расходы на приобретение фотопластинок, реактивов и государственных стандартных образцов состава. Последние используются теперь только для создания программ и рекалибровки. Примерно в 10 раз сократилось время изготовления ГСО свинца марочного, выпускаемых одним из подразделений ДГП «ВНИИцветмет», за счет ускорения исследования однородности распределения примесей.

Таким образом, МАЭС зарекомендовал себя как современное, высокоэффективное аналитическое оборудование, которое с успехом может применяться при контроле технологического процесса и выпускаемой продукции.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 13348-74. Сплавы свинцово-сурьмянистые. Метод спектрального анализа. М.: Изд-во стандартов, 1984. 7 с.

2. ГОСТ 17261-77. Цинк. Спектральный метод анализа. М.: Изд-во стандартов, 2000. 6 с.
3. ГОСТ 30082-93. Сплавы цинк-алюминиевые. Спек-

тральный метод анализа. М.: Изд-во стандартов, 1994. 9 с.
4. ГОСТ 22397-77. Порошок цинковый. Метод спект-

рального анализа. М.: Изд-во стандартов, 1983. 10 с.
5. ГОСТ 8857-77. Свинец. Метод спектрального анализа. М.: Изд-во стандартов, 1983. 11с.

* * * * *

APPLICATION OF MULTICHANNEL ATOMIC-EMISSION SPECTRUM ANALYZERS AT THE NON-FERROUS METALLURGY PLANTS IN THE EASTERN KAZAKHSTAN

L.I.Vasilenko, N.G.Pelevina

The paper discusses the results of application of the equipment JSC "VMK-Optoelectronika" in the nonferrous metallurgy plant operations in the Eastern Kazakhstan. Having made updated the analytical plants by means of multichannel atomic-emission spectrum analyzers and generators "Vesuvius" and "Fair Ball" the time for analyses and the expenses for acquisition of photographic plates and chemicals as well as of standard samples drastically decreased.
