

**ТОРАЙҒЫРОВ УНИВЕРСИТЕТІНІҢ
ҒЫЛЫМИ ЖУРНАЛЫ**

**НАУЧНЫЙ ЖУРНАЛ
ТОРАЙҒЫРОВ УНИВЕРСИТЕТА**

**ҚАЗАҚСТАН ҒЫЛЫМЫ
МЕН ТЕХНИКАСЫ**

2001 ЖЫЛДАН БАСТАП ШЫҒАДЫ



**НАУКА И ТЕХНИКА
КАЗАХСТАНА**

ИЗДАЕТСЯ С 2001 ГОДА

ISSN 1680-9165

№ 4 (2020)

ПАВЛОДАР

**НАУЧНЫЙ ЖУРНАЛ
ТОРАЙГЫРОВ УНИВЕРСИТЕТ**
выходит 1 раз в квартал

СВИДЕТЕЛЬСТВО

о постановке на переучет периодического печатного издания,
информационного агентства и сетевого издания
№ KZ63VPY00028965

выдано
Министерством информации и общественного развития
Республики Казахстан

Тематическая направленность

публикация результатов фундаментальных и прикладных научных исследований
по широкому спектру проблем в области металлургии, машиностроения, транспорта,
строительства и естественных наук

Подписной индекс – 76129

Импакт-фактор РИНЦ – 0,344

Абишев Кайратолла Кайроллинович – к.т.н., профессор (главный редактор);
Касенов Асылбек Жумабекович – к.т.н., профессор (заместитель главного редактора);
Мусина Жанара Керейовна – к.т.н., профессор (ответственный секретарь);
Шокубаева Зауреш Жанатовна – технический редактор.

Члены редакционной коллегии:

Гумаров Гали Сагингалиевич – д.т.н., профессор (Уральск, Казахстан);
Калиакпаров Алтай Гиндуллинович – д.т.н., профессор (Нур-Султан, Казахстан);
Клецель Марк Яковлевич – д.т.н., профессор (Павлодар, Казахстан);
Украинец Виталий Николаевич – д.т.н., профессор (Павлодар, Казахстан);
Шеров Карибек Тагаевич – д.т.н., профессор (Караганда, Казахстан);
Богомоллов Алексей Витальевич - к.т.н., ассоц. профессор (Павлодар, Казахстан);
Жажибаева Галия Тулеуевна - к.т.н., профессор (Павлодар, Казахстан);

Зарубежные члены редакционной коллегии:

Baigang Sun – профессор (Пекин, Китай);
Gabriele Comodi – PhD, профессор (Анкона, Италия);
Jianhui Zhao – профессор (Харбин, Китай);
Khamid Mahkamov – д.т.н., профессор (Ньюкасл, Великобритания);
Magin Lapuerta – д.т.н., профессор (СьюДад Исаева КуралайСметкановна Реал, Испания);
Mareks Mezitis – д.т.н., профессор (Рига, Латвия);
Petr Bouchner – PhD, профессор (Прага, Чехия);
Ronny Berndtsson – профессор (Лунд, Швеция);
Барзов Александр Александрович – д.т.н., профессор (Москва, Россия);
Бочкарев Петр Юрьевич – д.т.н., профессор (Саратов, Россия);
Витвицкий Евгений Евгеньевич – д.т.н., профессор (Омск, Россия);
Иванчина Эмилия Дмитриевна – д.т.н., профессор (Томск, Россия);
Лазарев Владислав Евгеньевич – д.т.н., профессор (Челябинск, Россия);
Мягков, Леонид Львович – д.т.н., профессор (Москва, Россия);
Чайкин Владимир Андреевич – д.т.н., профессор (Магнитогорск, Россия);
Янюшкин Александр Сергеевич – д.т.н., профессор (Чебоксары, Россия);
Ребезов Максим Борисович – д.с/х.н., профессор (Москва, Россия).

За достоверность материалов и рекламы ответственность несут авторы и рекламодатели
Редакция оставляет за собой право на отклонение материалов
При использовании материалов журнала ссылка на журнал «Наука и техника Казахстана» обязательна

С. Р. Масакбаева, К. В. Васильева

Торайгыров университет, Республика Казахстан, г. Павлодар

СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ АНАЛИЗА СОДЕРЖАНИЯ МИКРОПРИМЕСЕЙ В ТЕХНИЧЕСКОМ АЛЮМИНИИ

В статье анализируются распространенные методы анализа технического алюминия, в частности, фотоколориметрический, рентгеноспектральный и оптико-эмиссионный методы, а также принцип работы оборудования и их возможности. Особое внимание уделяется сравнению технико-экономических показателей различных методик, в том числе, стоимость анализа, оборудования, затраты на электроэнергию и обслуживание оборудования. В статье также определены отличия различных методов друг от друга и выбран наиболее оптимальный метод анализа в производственных условиях.

Ключевые слова: фотоколориметрический метод анализа, рентгеноспектральный метод анализа, оптико-эмиссионный метод анализа, анализ алюминия.

ВВЕДЕНИЕ

При производстве алюминия первостепенное значение в конечном итоге имеет его химический состав, который зависит прежде всего от качества используемого сырья. Обычный алюминий и его сплавы неизбежно содержат примеси, которые имеют различное происхождение. Они могут попадать из руды, могут входить в металл в процессе электролиза и не всегда полностью удаляются в процессе производства и рафинирования первичного алюминия.

Объемы производства алюминия ежегодно возрастают, а значит и возрастает необходимость разработки более быстрых и точных методов анализа алюминия. Именно поэтому, очень важно оперативно и качественно выполнять анализ химического состава алюминия.

Современные технологии наряду с традиционными методиками анализа химического состава материалов позволяют вывести контроль качества металлургической продукции на более высокий уровень. Правильный выбор метода анализа материала может сыграть ключевую роль в повышении эффективности производства.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Для исследования алюминия могут применяться физико-химические и физические методы анализа. К физико-химическим методам анализа – спектрофотометрия, хроматография, к физическим – атомно-абсорбционная, атомно-эмиссионная спектроскопия и рентгенофлуоресцентный анализ.

Согласно ГОСТ 11069–2001 одним из методов, по которому можно определять химически состав алюминия является фотометрический метод. Кремний, железо, ванадий и галлий в алюминии можно определить фотометрическим методом по ГОСТ 12697.1–77 «Алюминий Методы определения ванадия», ГОСТ 12697.6–77 «Алюминий. Метод определения кремния», ГОСТ 12697.7–77 «Алюминий. Методы определения железа», ГОСТ «12697.13–90 Алюминий. Методы определения галлия».

Для дальнейшей работы нами были выбраны следующие методы анализа: фотометрический, рентгено-флуоресцентный, оптико-эмиссионный.

Фотометрические методы характеризуются высокой чувствительностью, достаточной точностью, простотой и доступностью [1, с. 79].

Основные требования фотометрического анализа – это достаточная интенсивность окраски исследуемых растворов, обеспечивающая надежное определение микрокомпонентов, т.е. низкий предел обнаружения вещества и контрастность реакции. Последнее свойство определяется разностью положения полос поглощения исходных веществ и продуктов реакции [2, с. 64].

Основными параметрами фотометрического определения являются длина волны, при которой производится измерение, толщина кюветы и концентрация светопоглощающего вещества. Существенное влияние оказывают различные химические факторы, связанные с полнотой и условиями протекания фотометрической реакции.

В зависимости от свойств анализируемой системы и характеристик применяемого фотометрического прибора выбирают условия анализа, обеспечивающие его высокую надежность и воспроизводимость результатов.

Одним из наиболее эффективных методов анализа, позволяющих за минимальный период времени получить наиболее полную и достоверную информацию об элементном составе сложных образцов независимо от их агрегатного состояния и происхождения, является рентгенофлуоресцентная спектрометрия.

Рентгенофлуоресцентные спектрометры – приборы, предназначенные для анализа элементного состава материала. Их основные достоинства – широкий спектр анализируемых материалов (как металлов и сплавов, так и неметаллических материалов), скорость проведения анализа, минимальная пробоподготовка и удобство в эксплуатации. Например, по металлургической цепочке анализировать можно практически все, начиная от руды и вспомогательных материалов (кокс, огнеупорные материалы и т.д.) и заканчивая готовой продукцией. Метод рентгенофлуоресцентного анализа абсолютно неразрушающий, поэтому может эффективно применяться для анализа готовой продукции в машиностроении.

Оптический эмиссионный спектральный анализ (ОЭСА) – один из наиболее распространенных методов анализа элементного состава материалов. Важнейшие достоинства ОЭСА – его быстрота (экспрессность) наряду с высокой точностью и низкими пределами обнаружения, низкая себестоимость, простота пробоподготовки [4, 5].

Принцип действия оптического эмиссионного спектрометра достаточно прост. Он основан на том, что атомы каждого элемента могут испускать свет определенных длин волн – спектральные линии, причем эти длины волн разные для разных элементов. Для того чтобы атомы начали испускать свет, их необходимо возбудить – нагреванием, электрическим разрядом, лазером или каким-либо иным способом. Чем больше атомов данного элемента присутствует в анализируемом образце (пробе), тем ярче будет излучение соответствующей длины волны.

Оптико-эмиссионная спектрометрия позволяет проводить достаточно полный и точный анализ материалов. Эмиссионные спектрометры могут быть настроены для анализа как чистых металлов, так и любых групп сплавов, в том числе сложных и многоосновных [5].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Нами был проведен проанализированы основные технико-экономические показатели анализа алюминия различными методами. Данные обработаны и приведены в таблице 1.

В производственных масштабах количество проб алюминия значительно, поэтому использование физико-химических методов анализа становится невозможным, в связи с тем, что на их выполнения затрачивается большое количество времени.

Таблица 1 – Сравнение технико-экономических показателей методов анализа алюминия

Показатель	Фотометрический метод анализа	Рентгено-флуоресцентный метод анализа	Оптико-эмиссионный метод анализа
Время, затраченное на пробоподготовку, анализ и выдачу результата	более шести часов	20 минут	7 минут
Количество человек, выполняющих анализ	2 человека	1 человек	1 человек
Затраты на электричество	Не является энергоемким, не требует большого времени для стабилизации работы	Энергоемкое, необходимо присоединение дополнительного охладителя и кондиционера, стабилизатора напряжения, требует круглосуточной работы в связи с необходимостью времени работы на стабилизацию	Энергоемкое, необходимо присоединение кондиционера и стабилизатора напряжения, требует круглосуточной работы в связи с необходимостью времени работы на стабилизацию
Затраты на техническое обслуживание и ремонт	Запасные части в дешевом ценовом сегменте, не требует дополнительной квалификации персонала для обслуживания	Запасные части в дорогом ценовом сегменте. Требуется дорогостоящего обслуживания сервисного инженера раз в год	Запасные части в дорогом ценовом сегменте. Требуется дорогостоящего обслуживания сервисного инженера раз в год

Затраты на стандартные образцы	Для анализа необходима алюминиевая стружка, стандартные образцы расходуются в течение года	Анализ не разрушающий, образец может быть использован в течение длительного времени	В процессе анализа остаются следы от обжига, необходимо постоянно перетачивать образец. Расходуется в течение полугода.
Стоимость оборудования	1,5 тыс. дол. США	250 тыс. дол. США	200 тыс. дол. США

Среднее время в стандартных режимах анализа на рентгенофлуоресцентных и искровых оптико-эмиссионных спектрометрах соизмеримо. Разница становится весьма заметна в режиме измерения малых концентраций, в этом режиме у рентгенофлуоресцентных анализаторов время анализа может увеличиваться с десятков секунд до нескольких минут, в то время как время анализа у искровых спектрометров остается прежним – 20 секунд на одно измерение, 1,5–2 минуты полный анализ.

Согласно ГОСТов на методы оптико-эмиссионного спектрального анализа металлов и сплавов анализируемые образцы должны быть в виде однородных монолитов без каких-либо полостей и включений, свободными от окалина, окислов, масляных и иных загрязнений, соизмеримы по размеру со стандартными образцами по которым проводилась калибровка спектрометра. Требование к размерам обусловлено некоторым нагревом образцов искровым разрядом. В случае анализа тонких лент (фольг) или проволок энергия разряда способна перегреть или оплавить анализируемый образец, что приведет к серьезному искажению результатов.

ВЫВОДЫ

В условиях производства наиболее ценным ресурсом является время, потраченное на выполнение анализа готовой продукции, так как это обуславливает своевременную выдачу сертификатов на продукцию и отгрузку. Задержки во время анализа влекут за собой многомиллионные потери из-за простоев транспортной техники и заполнения складов. Таким образом, при изучении всех методик определено, что наиболее оптимальным является оптико-эмиссионный анализ, так как во-первых он характеризуется наименьшими затратами по времени, а во-вторых по сравнению с фотоколориметрическим методом необходимо меньшее количество работников для выполнения анализов.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1 Физико-химические методы анализа [Текст] / А. К. Бабко, А. Т. Пилипенко, И. В. Пятницкий, О. П. Рябушко. – М. : Высшая школа, 1968. – 257 с.

2 **Степанова, Р. Ф.** Использование компьютерных технологий в практике количественного анализа. Потенциометрический и фотометрический методы [Текст] / Р. Ф. Степанова. – Самара : Самарский университет, 2003. – 154 с.

3 **Тхоржевский, В. П.** Автоматический анализ химического состава газов [Текст] / В. П. Тхоржевский. – М. : Химия, 1969. – 324 с.

4 **Петров, В. И.** Оптический и рентгено-спектральный анализ [Текст] / В. И. Петров. – М. : Металлургия, 1973. – 286 с.

5 **Моррисон, Дж.** Физические методы анализа следов элементов / Дж. Моррисон [Текст]; ред. : И. П. Алимарин. – М. : Мир, 1967. – 416 с.

6 Correction of matrix effects in quantitative elemental analysis with laser ablation optical emission spectrometry / C. Chaléard, P. Mauchien, N. Andre, J. Uebbing, J. L. Lacour, C. Geertsen // Journal of Analytical Atomic Spectrometry. – 1997. – № 12. – С. 183–188.

7 ГОСТ 3221–85. Алюминий первичный. Методы спектрального анализа. – М. : Издательство стандартов, 1985. – 14 с.

8 ГОСТ 11069–2001. Алюминий первичный. Марки. – М. : Стандартинформ, 2008. – 7 с.

9 ГОСТ 12697.1–77. Алюминий. Методы определения ванадия. – М. : Стандартинформ, 2008. – 27 с.

10 ГОСТ 12697.6–77 Алюминий. Метод определения кремния. – М. : Стандартинформ, 2008. – 29 с.

11 ГОСТ 12697.7–77 Алюминий. Методы определения железа. – М. : Стандартинформ, 2008. – 21 с.

12 ГОСТ 12697.13–90 Алюминий. Методы определения галлия. – М. : Стандартинформ, 2008. – 24 с.

REFERENCES

1 Fiziko_himicheskie metodi analiza [Tekst] / A. K. Babko, A. T. Pilipenko, I. V. Pyatnickii, O. P. Ryabushko. [Physico-chemical methods of analysis [Text] / A. K. Babko, A. T. Pilipenko, I. V. Pyatnitsky, O. P. Ryabushko]. – М. : Higher school, 1968. – 257 p.

2 **Stepanova, R. F.** Ispolzovanie kompyuternih tehnologii v praktike kolichestvennogo analiza. Potenciometricheskii i fotometricheskii metodi [Tekst] / R. F. Stepanova. [Stepanova, R. F. Use of computer technologies in the practice of quantitative analysis. Potentiometric and photometric methods [Text] / R. F. Stepanova]. – Samara : Samara University, 2003 – 154 p.

3 **Thorjevskii, V. P.** Avtomaticheskii analiz himicheskogo sostava gazov [Tekst] / V. P. Thorjevskii. [Tkhorzhevsky, V. P. Automatic analysis of the chemical composition of gases [Text] / V. P. Tkhorzhevsky]. – М. : Chemistry, 1969. – 324 p.

4 **Petrov, V. I.** Opticheskii i rentgeno_spektralnii analiz [Tekst] / V. I. Petrov. [Petrov, V. I. Optical and X-ray spectral analysis [Text] / V. I. Petrov]. – М. : Metallurgy, 1973. – 286 p.

5 **Morrison, Dj.** Fizicheskie metodi analiza sledov elementov [Tekst]/ Dj. Morrison; red. : I. P. Alimarin. [Morrison, J. Physical methods of analysis of trace elements [Text] / J. Morrison; ed. : I. P. Alimarin]. – М. : Mir, 1967. – 416 p.

6 Correction of matrix effects in quantitative elemental analysis with laser ablation optical emission spectrometry / C. Chaléard, P. Mauchien, N. Andre, J. Uebbing, J. L. Lacour, C. Geertsen // Journal of Analytical Atomic Spectrometry. – 1997. – № 12. – P. 183–188.

7 GOST 3221–85. Alyuminii pervichnii. Metodi spektralnogo analiza. [GOST 3221–85. Primary aluminum. Methods of spectral analysis]. – М. : Publishing house of standards, 1985. – 14 p.

8 GOST 11069–2001. Alyuminii pervichnii. Marki. [GOST 11069-2001. Primary aluminum. Grades]. – М.: Standartinform, 2008. – 7 p.

9 GOST 12697.1–77. Alyuminii. Metodi opredeleniya vanadiya. [GOST 12697.1–77. Aluminium. Methods for determination of vanadium] – М. : Standartinform, 2008. – 27 p.

10 GOST 12697.6–77 Alyuminii. Metod opredeleniya kremniya. [GOST 12697.6–77 Aluminium. Method for determination of silicon]. – М. : Standartinform, 2008. – 29 p.

11 GOST 12697.7–77 Alyuminii. Metodi opredeleniya jeleza. [GOST 12697.7–77 Aluminum. Aluminium. Method for the determination of iron]. – М. : Standartinform, 2008. – 21 p.

12 GOST 12697.13–90 Alyuminii. Metodi opredeleniya galliya. [GOST 12697.13–90 Aluminum. Aluminium. Methods for the determination of gallium]. – М. : Standartinform, 2008. – 24 p.

Материал поступил в редакцию 29.12.20.

С. Р. Масакбаева, К. В. Васильева

Торайғыров университеті,

Қазақстан Республикасы, Павлодар қ.

Материал 29.12.20 баспаға түсті.

ТЕХНИКАЛЫҚ АЛЮМИНИЙДЕГІ МИКРОҚОСПАЛАРДЫҢ ҚҰРАМЫН ТАЛДАУ ӘДІСТЕРІН САЛЫСТЫРУ

Мақалада техникалық алюминийдің жалпы талдау әдістері, атап айтқанда фотоколориметрлық, рентгеноспектрлық және оптикоэмиссиялық әдістер, сонымен қатар жабдықтың жұмыс принципі және олардың мүмкіндіктері қарастырылған. Әр түрлі әдістердің техника – экономикалық көрсеткіштерін, оның ішінде талдау құны, жабдықтар энергия шығындары мен жабдықты ұстау шығындарын салыстыруға ерекше көңіл бөлінеді. Мақалада сонымен қатар әртүрлі әдістердің бір-бірінен айырмашылығы анықталады және өндірістік жағдайда ең оңтайлы талдау әдісі таңдалған.

Кілтті сөздер: фотоколориметриялық талдау әдісі, рентгендік спектрлік талдау әдісі, оптикалық шығарындыларды талдау әдісі, алюминий анализі.

S. R. Massakbayeva, X. V. Vassilyeva

Toraighyrov University,

Republic of Kazakhstan, Pavlodar.

Material received on 29.12.20.

COMPARISON OF METHODS OF ANALYSIS OF THE CONTENT OF MICRO-IMPURITIES IN TECHNICAL ALUMINUM

The article analyzes the common methods of analysis of technical aluminum, in particular, photolorimetric, X-ray spectral and optical emission methods, as well as the principle of operation of the equipment and their capabilities. Particular attention is paid to comparing technical and economic indicators of various methods, including the cost of analysis, equipment, the cost of electricity and equipment maintenance. The article also identifies the differences between various methods from each other and selects the most optimal analysis method in a production environment.

Keywords: photolorimetric analysis method, X-ray spectral analysis method, optical emission analysis method, aluminum analysis.

Теруге 29.12.20. ж. жіберілді. Басуға 10.01.21. ж. қол қойылды.
Форматы 297*420/2. Кітап-журнал қағазы.
Шартты баспа табағы 6,04. Таралымы 300 дана. Бағасы келісім бойынша.
Компьютерде беттеген З. С. Исакова
Корректор: А. Р. Омарова

Тапсырыс № 3721

«Toraighyrov University» баспасынан басылып шығарылған
Торайғыров университеті
140008, Павлодар қ., Ломов көш., 64, 137 каб.

«Toraighyrov University» баспасы
Торайғыров университеті
140008, Павлодар қ., Ломов к., 64, 137 каб.
67-36-69

e-mail: kereku@psu.kz
www.vestnik.psu.kz
www.nitk.psu.kz