

6. Madenova A., Kokhmetova, A., Sapakhova Z., Galymbek K., Keishilov Z., Akan, K., Yesserkenov A. (2020). Effect of common bunt [*Tilletia caries* (DC) Tul] infection on agronomic traits and resistance of wheat entries. *Research on Crops*, 21(4), 791-797.

7. Madenova A., Sapakhova Z., Bakirov S., Galymbek K., Yernazarova G., Kokhmetova, A., Keishilov, Z. (2021) Screening of wheat genotypes for the presence of common bunt resistance genes. *Saudi Journal of Biological Sciences*, vol 28, no. 5, pp. 2816-2823.

8. Chu D., Lu L., Zhang T. (2007) Sensitivity of Normalized Difference Vegetation Index (NDVI) to Seasonal and Intranasal Climate Conditions in the Lhasa Area, Tibetan Plateau, China // *Arctic, Antarctic, and Alpine Research*. – vol. 39, no. 4, pp. 635-641.

9. Koyshtybayev M., Shamanin V.P., Morgunov A.I. *Skrining pshenitsy na ustoychivost' k osnovnym boleznyam // Ankara-2014*. – S. 47.

**ӘОЖ 471,307**  
**ҒТАМР 31.19.29**

<https://doi.org/10.51889/1728-8975.2023.76.2.001>

*Ы.Бақыткәрім, Д.Ә. Каражанова*

*Абай атындағы Қазақ Ұлттық педагогикалық университеті,  
Алматы қ., Қазақстан*

## **РЕНТГЕНДІК ФЛУОРЕСЦЕНТТІК СПЕКТРОМЕТРИЯ НЕГІЗІНДЕ ҚОРЫТПА ҚҰРАМЫНДАҒЫ 13 ЭЛЕМЕНТТІ АНЫҚТАУ**

*Аңдатпа*

Бұл жұмыс ұнтақты престоу-рентгендік флуоресцентті спекторметрия арқылы сынап шойын қорытпа Si, P, Cu, S, Mo және Al талдау әдістері келтірілген. Процесс барысында белгілі бір пропорцияда дайындалған канифоль мен ацетонның аралас ерітіндісі үлгіні дайындау үшін 10 күн бойы жабысқақ қабатқа тамшылатып қосылды. Таңдаңыз Калибрлеу қисығын сызу үшін 15 ұлттық және министрлік стандартты материалдар мен өздігінен жасалған стандартты материалдар стандартты серияға дайындалды; бос үлгі коэффициентін түзету әдісі V, Cr, Mn және басқа элементтердің спектрлік сызығының қабаттасуын түзету үшін пайдаланылды, және теориялық  $\alpha$  коэффициенті Эмпирикалық коэффициентпен салыстырғанда Біріктірілген ол шойындағы әрбір элементтің спектрлік сызықтарының интерференциясын және матрицалық әсері өте тиімді. Эмиссиялық спектроскопия мен ұшқын шығару спектроскопиясының нәтижелері салыстырылды.

**Түйін сөздер:** ұнтақты престоу әдісі; рентгендік флуоресцентті спекторметрия; қорытпа шойын; бос үлгі коэффициентін түзету әдісі.

*Бақыткәрім Ы., Каражанова Д.А.*

*Казахский национальный педагогический университет имени Абая,  
г. Алматы, Казахстан*

## **ОБНАРУЖЕНИЕ 13 ЭЛЕМЕНТОВ В ЧУГУНЕ С ПОМОЩЬЮ РЕНТГЕНОВСКОЙ ФЛУОРЕСЦЕНТНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ**

*Аннотация*

В данной работе представлены методы анализа содержания Si, P, Cu, S, Mn, As, Ti, Sn, V, Cr, Ni, Mo и Al в легированном чугуне методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии с применением метода прессования порошка. Образец предварительно обрабатывали методом

низкотемпературного отжига, а в процессе формовки образца в клеевой слой наносили десять капель смешанного раствора с определенным соотношением канифоли и ацетона. Образцы были подготовлены с использованием калибровочных кривых, которые были подготовлены с использованием 15 национальных/министерских стандартов и стандартов собственного изготовления. Данный метод эффективно преодолевает интерференционные и матричные эффекты спектральных линий элементов в чугунах. Результаты этого метода сравнивались с результатами спектроскопии индуктивно-связанной плазмы и оптической эмиссионной спектроскопии с искровым источником.

**Ключевые слова:** метод прессования порошка; рентгеновская флуоресцентная спектроскопия; легированный чугун; метод коррекции коэффициента холостого образца

*Y. Bakytkarim, D.A. Karazhanova  
Abai Kazakh National Pedagogical University,  
Almaty, Kazakhstan*

## **DETECTION OF THIRTEEN ELEMENTS IN CAST IRON USING X-RAY FLUORESCENCE SPECTROMETRY**

### *Abstract*

In this paper presents the methods analysis of Si, P, Cu, S, Mn, As, Ti, Sn, V, Cr, Ni, Mo and Al in alloyed cast iron by X-ray fluorescence spectroscopy with the method of powder pressed methods. The sample was pretreated with low-temperature annealing method, and during the sample molding process, ten drops of mixed solution with certain ratio of rosin and acetone in the adhesive layer. The samples were prepared using the calibration curves were prepared using 15 national/ministerial standards and self-made standards. This method effectively overcomes the interference and matrix effects of the spectral lines of the elements in cast iron. The results of this method was compared with those of inductively coupled plasma spectroscopy and spark source optical emission spectroscopy.

**Keywords:** Powder compacting method; X-ray fluorescence spectrometry; Alloyed cast iron; Blank specimen coefficient correction method

**Кіріспе.** Шойын-легирленген шойын, сирек жер түйінді шойын, жоғары хромды шойын, сұр шойын, Si<sub>4</sub>Al<sub>4</sub> шойын, болат балқытатын шойын және басқа сорттарға бөлінеді. Өнімді өңдеудің әртүрлі әдістеріне байланысты физикалық құрылымы мен өнімділігі сәйкес келмейді, ал химиялық құрамы қатты өзгереді. Рентгендік флуоресценциялық спектроскопия арқылы шойынның табылуы туралы отандық және шетелде көптеген есептер бар [1-3] және сәйкес анықтау стандарттары бар. Бірақ көбінесе үлгіні тұрақты анықтауды блоктаумен шектеледі. Блокты Шойынның балқыту процесіндегі әртүрлі процестерге байланысты ішкі физикалық құрылымдағы айырмашылық талдаудың дәлдігіне айтарлықтай әсер етеді [4]. Оның дәлдігін жақсарту үшін сынақ үлгісі әдетте бірдей жағдайларда ұнтақ күйге келтіріледі, содан кейін жоғары температурада тепкіш құю арқылы кәдімгі пішінді шойынға қайта құйылады, содан кейін жылтыратудан кейін рентгендік флуоресценция спектрімен талданады. Әдістің дәлдігі жақсы [5], бірақ үлгіні дайындау процесі күрделі және құны жоғары. Жаппай өндірісті сынау үшін бұл әдіс үлкен инвестицияны қажет етеді және практикалық емес. Сонымен қатар, бұл әдіс қазіргі уақытта стандартты зат құрамының тар диапазонына, физикалық құрылымдағы айырмашылықтарға және әртүрлі бірліктер әзірлеген стандартты заттар арасындағы және сынақ үлгілері арасындағы біркелкілікке ие [6], сондай-ақ үлгілердегі компоненттердің гетерогенділігі мен ұлпа құрылымының күрделілігі [7,9-12] сияқты ақаулар және басқа ақаулар рентгендік флуоресцентті спектроскопия арқылы блокты шойындарды анықтауға үлкен шектеулер әкелді. Бұл әдіс рентгендік ұнтақ сығымдау әдісімен шойындағы 13 компонент анықталды үшін қолданылады. Таңдалған 15 ұлттық және министрлік стандартты материалдар және компания-

ның әртүрлі сорттардың әртүрлі мөлшердегі үлгілер әртүрлі анықтау әдістерімен бірнеше рет анықталды стандартты қисық сызу үшін стандартты қатарға дайындалған. Бос үлгі коэффициентін түзету әдісі Si, Al, Fe, Mn және басқа элементтердің спектрлік сызықтарының қабаттасуын түзету үшін қолданылады және сонымен бірге теориялық  $\alpha$  коэффициенті мен эмпирикалық коэффициент. Біріктірілген үлгінің матрицалық әсері түзетіледі, бұл шойындағы әрбір элементтің спектрлік сызықтарының интерференциясын және матрицалық әсерді тиімді жеңеді. Үлгілер талдау және сынау талаптарына сәйкес келетін сынама торттарын жасау үшін бірдей сынақ жағдайында төмен температурада жасырудан кейін ұнтақтау және престоу арқылы дайындалды. Әдістің дәлдік сынағы мен дәлдік сынағынан кейін нәтижелер әдіс күнделікті анықтау талаптарын толығымен қанағаттандыра алатынын көрсетеді және бұл кеңейтуге болатын қарапайым және оңай жұмыс істейтін анықтау әдісі.

**Зерттеу мақсаты:** Бұл жұмыс ұнтақты престоу-рентгендік флуоресцентті спектрометрия арқылы қорытпа шойындағы Si, P, Cu, S, Mo және Al талдауымен таныстырады. Процесс барысында белгілі бір пропорцияда дайындалған канифоль мен ацетонның аралас ерітіндісі үлгіні дайындау үшін 10 күн бойы жабысқақ қабатқа тамшылатып қосылды. Таңдаңыз Калибрлеу қисығын сызу үшін 15 ұлттық және министрлік стандартты материалдар мен өздігінен жасалған стандартты материалдар стандартты серияға дайындалды; бос үлгі коэффициентін түзету әдісі V, Cr, Mn және басқа элементтердің спектрлік сызығының қабаттасуын түзету үшін пайдаланылды, және теориялық  $\alpha$  коэффициенті Эмпирикалық коэффициентпен салыстырғанда Біріктірілген ол шойындағы әрбір элементтің спектрлік сызықтарының интерференциясын және матрицалық әсерді тиімді жеңеді. Эмиссиялық спектроскопия мен үшқын шығару спектроскопиясының нәтижелері сәйкес болды.

## 1 Зерттеу материалдары мен әдістері:

### 1.1 Эксперименттік бөлім

Axios типті рентгендік флуоресцентті спектрометр (Нидерландыдағы PANalytical компаниясы): өтпелі элементтер детекторымен жабдықталған родий нысаналы рентген түтігі, Du-plex, Ar 90%+CH<sub>4</sub>10% (көлемдік фракция); SW-II типті муфельді пеш (Хеби қаласы), Хэнань провинциясы) Эксперименттік жабдықтар зауыты) YYJ-60 типті пресс машинасы (Changchun Keguang Electromechanical Co., Ltd.); ZM-2 типті діріл диірмені (Changchun Keguang Electromechanical Co., Ltd.). Аналитикалық элементтердің спектрлері және басқа өлшеу шарттары 1-кестеде көрсетілген.

Кесте 1 – Элементтерді талдаудың өлшеу шарттары

Зерттеу нысыны	Спектрлік сызық	кристал	Шыңы /( $2\theta$ )	Фоны / ( $2\theta$ )	Кернеу және ток / (Кернеу/кВ) / (ток/мА)	Коллиматор/ $\mu$ m	Детектор	өлшеу уақыты/ уақыт/с
Si	Si K $_{\alpha}$	PE002	109,14	-1,85	25/100	300	Flow	18
P	P K $_{\alpha}$	GE111	141,09	-1,58	25/100	300	Flow	12
Ti	Ti K $_{\alpha}$	LiF200	86,16	0,66	50/50	300	Flow	16
V	V K $_{\alpha}$	LiF200	76,94	-0,65	50/50	300	Duplex	12
Mn	Mn K $_{\alpha}$	LiF200	62,98	0,69	50/50	300	Duplex	10
Cu	Cu K $_{\alpha}$	LiF200	45,01	0,55	50/50	300	Duplex	14
Ni	Ni K $_{\alpha}$	LiF200	48,66	-0,66	50/50	300	Duplex	12
Cr	Cr K $_{\alpha}$	LiF200	69,36	-0,80	50/50	300	Duplex	12
Mo	Mo K $_{\alpha}$	LiF200	20,30	0,64	50/50	300	Scint	10
Sn	Sn K $_{\alpha}$	LiF200	13,99	-0,33	50/50	300	Scint	22
As	As K $_{\alpha}$	LiF200	33,97	-0,65	50/50	300	Scint	18
Al	Al K $_{\alpha}$	PE002	144,90	-1,77	25/100	300	Flow	16
S	S K $_{\alpha}$	Ge111	110,75	-1,15	25/100	300	Flow	20
Fe(калибрлеу)	Fe K $_{\beta}$	LiF200	51,75	-0,92	50/50	300	Duplex	10

элементі)								
-----------	--	--	--	--	--	--	--	--

### 1.2 Негізгі реагенттер

Байланстырғыш: бор қышқылы (өнеркәсіптік қолдану) ; канифоль (өнеркәсіптік қолдану); ацетон: аналитикалық таза; канифоль ацетон ерітіндісі ( пайдаланар алдында белгілі бір салмақ қатынасында дайындалады).

### 1.3 Жану кезінде үлгінің жоғалуын өлшеу және калибрлеу

Стандартты үлгілердің немесе үлгілердің 10г (дәлдігі 0,0001 г дейін) дәл өлшеп, оларды тұрақты салмаққа дейін күйіп кеткен фарфор төсекке тегістеп жайып, ішіне салыңыз. Муфельді пеште 350 °С температурада 3 сағат бойы жанды (сынақтағы төмен температурада күйдіру шарттарына сәйкес) және олардың тұтану кезіндегі шығыны есептелді. Тұтану кезіндегі жоғалтулар 0,40% - 0,90% аралығында болады.

Тәжірибеде үлгі 350°С төмен температурада күйдірілді. Жасыту процесінде С элементінің аздаған жоғалуын қоспағанда, сынаманың құрамы көп өзгермеді және жоғалтудың тұтану кезіндегі әсері. талдау нәтижелері шамалы болды [8]. Стандартты қисықты калибрлеуде жану мөлшерін түзету жүргізілмейді. Үлгідегі С және S күйдіруге дейін және одан кейін анықталды және нәтижелер 2-кестеде көрсетілген.

### 1.4 Үлгіні дайындау

Үлгіні 1.3-бөлімде сипатталғандай күйдіріп, табиғи түрде шығарыңыз Салқындағаннан кейін ұнтақтағышта 3 минут ұнтақтайды, түбін жабу үшін бор қышқылын байланыстырғыш ретінде пайдаланады және байланыстырғыш қабатқа белгілі бір пропорцияда дайындалған 10 тамшы канифоль мен ацетонның аралас ерітіндісін біркелкі тамызып, оны тікелей үлгіге салады. 30 т қысыммен 30 секунд басып дөңгелек үлгі дайындаймыз.

Кесте 2 - Жасытуға дейінгі және кейінгі үлгілерде С, S анықтау нәтижелері

□/%

Үлгі атауы	сериялық нөмір№	үлгі күйі	өлшенген мән	
			C	S
Ролик шойын	YSBS 28037-96	Күйдіру алдында (стандартты мән)	2,03	0,011
		Күйдіругеннен кейін	1,80	0,011
Легирленген шойын	1#	Күйдіру алдында	3,55	0,056
		Күйдіругеннен кейін	3,22	0,057
Болат балқытуға арналған шойын	2#	Күйдіру алдында	4,26	0,156
		Күйдіругеннен кейін	3,89	0,149

### 1.5 Калибрлеу үлгілері

Қазіргі уақытта әртүрлі қондырғылар әзірлеген ұнтақ шойын үлгілерінің сорттары аз, ал әрбір элементтің мөлшері салыстырмалы түрде аз, бұл қондырғылар шойынды сынауға қойылатын талаптарына мүлдем сәйкес келмейді. Анықтау әдісі мүмкіндігінше қамту үшін Бұл қондырғыдағы әртүрлі шойындардың әртүрлі элементтерінің мөлшер диапазоны таңдалады YSBC28004a-94KFT шойын, YSBC280386-97 легирленген шойын, GS-BH41003-93, GSBH41004-93, GSBH41005-93. GSBH41006-93, BH2065-5BH2067-5 белгісі микроэлементтері бар шойын, GBW01109b Benxi Steel Works компаниясы әзірлеген, 94-013, 94-011, 94-014 орташа марганецті түйінді темір, Чжэнчжоу машина жасау ғылыми-зерттеу институты әзірлеген, механизм 91-026B, 91-029, 88-1, 88-2 сұр құйылған темір және т.б. 15 ұлттық және министрлік

деңгейіндегі стандартты заттар, сондай-ақ құрамындағы ассортименті өндіріс және сынау өнімдерін қамтитын компанияның әртүрлі шойын үлгілерінен репрезентативті үлгілер анықталады және стандартты сериялар жиынтығы ретінде пайдаланылады. калибрлеу жұмысының қисығының регрессиялық есебі . Оның мазмұн диапазоны 3-кестеде көрсетілген.

Кесте 3 - Калибрлеу қисығындағы әрбір анықтау нысынының құрамындағы элементінің мөлшерінің диапазоны

Сынақ элементтері	диапазон	Сынақ элементтері	диапазон	Сынақ элементтері	диапазон
Si	0,078~4,55	Mn	0,20 ~ 8,77	Cr	0.015~2.89
P	0,010~0,434	Cu	0,010 ~ 2,10	Mo	0.002~2.39
As	0,012~0.0818	Ti	0,003 ~ 1,02	V	0.003~1.23
Ni	0,010~6,96	Sn	0,0024 ~ 0,465	Al	0.012~5.03
S	0,010~0,250				

## 2 Нәтижелер және талқылау

### 2.1 Үлгіні дайындау алдында күйдіру шарттарын таңдау

Рентгендік флуоресцентті спектрометр ұнтағының тікелей қысу әдісі үлгіні дайындау қарапайым және құны төмен болғанымен, сынақ нәтижелеріне көбінесе үлгінің бөлшектерінің өлшемі мен матрицалық әсері әсер етеді. Үлгінің біркелкілігін қамтамасыз ету, сол арқылы талдаудың дәлдігін қамтамасыз ету үшін үлгінің бөлшектерінің мөлшері 200 тордан жоғары болуы керек.

Әртүрлі химиялық құрам және әртүрлі өңдеу процесі шойынның әртүрлі физикалық құрылымына әкеледі. Мысалы, құрамында С және Si жоғары шойын сынғыш болады, ал ағарту дәрежесі жоғары шойынның сынғыштығы аз және беріктігі жоғары. Жоғары сипаттамалар, бұл физикалық қасиеттер шойынның сусымалы үлгілерінде ғана бар емес, сонымен қатар бұл қасиеттерді ұнтақ күйіне дейін сақтайды, бұл біркелкі үлгілерді дайындауға айтарлықтай қиындықтар әкеледі, мысалы, беріктігі жоғары кейбір шойындар тікелей жиі ұнтақталуы 200 торға жете алмайды.

Металл материалдарын зерттеуде шойынның нақты физикалық қасиеттерін алу үшін әртүрлі қорытпа элементтерінің құрамын бақылау және күйдіру әдістері жиі қолданылады. Сонымен қатар күйдіру әдістері де көп. Мысалы, цементитті ыдырату үшін шойын құйып, флокулентті графит түзеді, осылайша шойынның беріктігін төмендетеді және оның сынғыштығын жақсартады (ұнтақтау оңай), егер үлгіні пайдалану мүмкін болса тығыздағаннан кейін оны 300-400 °С (3-6h сағат аралығында қыздыру) немесе 870-950°C (қысқа уақытқа қыздыру) пешке салыңыз, содан кейін жасыту үшін баяу салқындатыңыз (бірнеше сағаттан бірнеше күнге дейін). Жоғарыда айтылғандар негізінен блокты шойынға арналған. Осы теорияның негізінде бұл зерттеуде ұнтақ шойынның күйдіру температурасы, күйдіру уақыты және суыту уақыты тікелей тексерілді. Сынақ салмағы 10 г ұнтақ екенін дәлелдейді темір үлгісі фарфор қалыпта тегіс төселіп, муфельді пеште 900 °С температурада 1 сағат бойы күйдірілді немесе муфельді пеште 350 °С температурада 3 сағат, содан кейін ауада табиғи түрде салқындатыңыз. Бұл екі күйдіру әдісі ұнтақ шойын үлгілерінің беріктігін айтарлықтай төмендетеді және олардың сынғыштығын арттырады, ал тікелей ұнтақтауға жетуге болады. Үлгіні талдау бөлшектерінің өлшеміне қойылатын талаптар, бірақ сынама 900 °С температурада екенін ескерсек, ұшпа элементтер мен жеңіл азайтылатын элементтердің өзгеруіне байланысты үлгінің құрамы өзгереді, бұл талдаудың дәлдігіне әсер етеді. Сондықтан үлгіні дайындау алдында өңдеу үшін төмен температурада күйдіру қолданылды: 10 г ұнтақ шойын үлгісі өлшеніп, фарфор төсегіне жайылады, муфельді пеште 350 °С температурада 3 сағат бойы күйдірілді, содан кейін ауада табиғи түрде салқындатылды. Cr >5% жоғары хромды шойын үшін күйдіруден кейін үлгінің қаттылығы әлі де

жоғары, сондықтан бұл әдіс зерттеуде қарастырылмайды. Күйдірілген үлгілер үлгіні дайындау үшін тікелей пайдаланылады.

### 2.2 Ұнтақтау уақытын таңдау

Күйдірілген ұнтақ шойын үлгісінің беріктігі айтарлықтай төмендейді, ал ұнтақ бөлшектерінің мөлшері ұнтақтау құралдарын қоспай-ақ оңай 200 торға жетеді. Тегістеу уақытына келесі сәйкес сынақтар жүргізіледі: ұнтақ шойын үлгісін алыңыз. күйдіруден кейін және тікелей диірменінде 60, 90, 120, 150, 180, 210 және 240 секундтар үшін ұнтақтаңыз, ал ұнтақталған үлгілер 200 торлы електен тікелей өткізіледі. Содан кейін әр ұнтақтау уақытындағы үлгілер пішінге сығымдалып, олардың рентгендік флуоресценция қарқындылығы бірдей аспап жағдайында өлшенді және нәтижелер 4-кестеде көрсетілген. Сынақ ұнтақтау уақыты 150 секундтан асқаннан кейін үлгінің 200 торлы електен толық өтуі мүмкін екенін көрсетеді. Сонымен қатар, 4-кестедегі деректерден сынаманың бөлшектерінің мөлшері 160 секунд ұнтақтаудан кейін 200-ден астам торға жеткенін және әрбір элементтің X флуоресценция интенсивтілігі тұрақты болуға бейім екенін көруге болады. Дайындықты қамтамасыз ету үшін әр түрлі шойын ұнтағы үлгілерінің әсері, ұнтақтау уақыты 180 с.

### 2.3 Үлгіні қалыптастыру сынағы

Үлгіні қалыптастыру сынағы кезінде дайындалған сыныма тортының талдау бетінің тегістігі мен қаттылығын қамтамасыз ету үшін спектрлік қарқындылықтың тұрақтылығын қамтамасыз ету үшін ұнтақталған үлгіні белгілі бір қысыммен және ұстау уақытында басу қажет. Тәжірибе көрсеткендей, әр түрлі ұнтақ бөлшектерінің өлшемдері тұрақты спектрлік қарқындылықты сақтау үшін әртүрлі қысым мен пресеу уақытын қажет етеді, бөлшек өлшемі неғұрлым ұсақ болса, бірдей қысым мен басу уақытындағы спектрлік қарқындылық соғұрлым жоғары болады, бірақ талап етілетін критикалық қысым соғұрлым жоғары болады. Қысым 25 т-тан асқанда және пресеу уақыты 30 секундтан асқанда, үлгі тортының талдау бетінің тегістігі мен қаттылығы жақсырақ болады, ал флуоресценция қарқындылығы бөлшектердің өлшеміне байланысты өзгермейді. Сонымен қатар, стандартты үлгіні және нақты сынақ үлгісін дайындау шарттары қалыптау сынауында қатаң сәйкес болуы керек.

Кесте 4 – Әр түрлі ұнтақтау уақыттарының рентгендік флуоресценция қарқындылығын өлшеу нәтижелеріне әсері

Уақыты/с	флуоресценция қарқындылығы												
	Si	P	Mn	As	Ti	Cr	Ni	Mo	V	Cu	Sn	Al	S
60	20,5	4,5	91,6	2,1	3,1	10,5	34,0	78,6	2,9	10,5	6,0	10,8	4,5
90	21,7	5,2	93,6	2,1	4,3	10,6	34,6	82,8	3,3	10,5	6,5	11,0	4,9
120	25,7	7,0	95,5	2,2	4,4	10,8	34,8	83,3	3,3	10,6	6,8	11,6	5,2
150	27,1	7,4	99,9	2,3	4,6	11,3	39,2	88,2	3,3	11,4	6,8	12,7	5,8
160	27,1	7,3	99,7	2,4	4,7	11,5	39,6	88,6	3,8	11,5	6,6	12,5	5,9
180	27,2	7,3	99,7	2,3	4,7	11,3	39,8	88,8	3,9	11,3	6,8	12,6	5,8
210	27,1	7,3	99,8	2,3	4,6	11,3	39,8	88,8	3,9	11,4	6,7	12,8	5,8
240	27,1	7,3	99,9	2,3	4,7	11,4	39,9	88,7	4,0	11,4	6,7	12,7	5,8

Темір рудасы, домна пешінің шлактары, мәрмәр, цемент және басқа үлгілер сияқты белгілі дәрежеде біріктірілген үлгілер үшін оларды пішінге тікелей пресеуге болады. Бірақ ұнтақ металл және қорытпа үлгілері үшін тікелей пресеу қиын, мысалы ұнтақталған кремний-марганец қорытпасы ретінде, ферросилиций, металл марганец ұнтағы, мырыш ұнтағы, шойын және т.б. Олар үшін ұнтақтау алдында немесе пресеу кезінде белгілі бір байланыстырғышты қосу қажет. Тұтқыр ұнтақтау алдында сандық түрде қосылады және оны дәл өлшеу керек. Үлгіні дайындау қиын болғандықтан, ол үлгіні дайындау үшін тікелей ұнтақты сығымдау әдісінің артықшылықтарын көрсетпейді. Сондықтан, қайталанатын сынақтардан кейін қысу процесінде шетіне байланыстырғыш қосылады, яғни 10 тамшы біркелкі қосылады. сынама тортын белгілі

бір пропорцияны дайындау үшін престоу кезінде байланыстырғыш қабат. Кифоль мен ацетонның аралас ерітіндісі. Осылай дайындалған торт сынамасы берік, талдау беті тегіс және біркелкі және ұнтақтың төгілу құбылысы жоқ, тестілеуге қойылатын талаптарға ол сәйкес келеді.

### 2.3.1 Элементтер арасындағы спектрлік кедергілерді түзету

Элементтердің спектрлік салмағы біріктірілген жоғары ретті сызықтардың кедергісін импульс биіктігі анализаторымен жоюға болады. Толқын ұзындығының айырмашылығы 0,03-тен аз болса, оны тек математикалық әдістермен түзетуге болады. Мысалы, шойын үлгілерін анықтауда V-ның  $K_{\beta}$  ( $2\theta=69,13^{\circ}$ ) Cr-дің  $K_{\alpha}$ -мен ( $2\theta=69,37^{\circ}$ ) қабаттасып, Cr $K_{\beta}$  сызығы мен Mn $K_{\alpha}$  да қабаттасып, кедергі жасайды. Спектрлік сызықты түзету. қабаттасу жақсы нәтижелерге қол жеткізді. Әдіс – кедергі жасайтын элементтердің ең жоғары позицияларын өлшеу үшін тек кедергі элементтері бар үлгілерді пайдалану, сызықтың ең жоғары жағдайын және фондық позициядағы кедергі сызығының қарқындылығын талдау, содан кейін кедергіні түзету коэффициентін есептеу.

$$e_{ij} = \frac{I_i - I_b}{I_j - I_b}$$

Формулада:  $I_i$ :  $i$  аналитикалық элементтің анықтау сызығында тек  $j$  кедергі жасайтын элементі бар үлгінің қарқындылығы;  $I_b$ : фон қарқындылығы;  $I_j$ : кедергі жасайтын элементтің қарқындылығы.  $e_{ij}$  –  $j$  элементінің интерференция сызығының  $i$  элементінің талдау сызығына қабаттасуын түзету коэффициенті.

### 2.3.2 Матрицалық әсерді түзету

Теориялық  $\alpha$  коэффициенті әдісі талдау нәтижелеріне әсер ететін матрицалық әсер сынағы үшін түзету коэффициентін есептеу үшін қолданылады, ал эмпирикалық коэффициент әдісі теориялық  $\alpha$  коэффициенті әдісінің түзету тапшылығын және Cr арасындағы матрицалық әсерді толтыру үшін қолданылады. Fe, Mn, Mo және Mп элементтері түзетілген. , және оның формуласы келесідей[11]:

$$C_i = (K_i I_i - B_i)(1 - \sum \alpha_{ij} C_j) - K_i (1 - \sum \alpha_{ij} C_j) \sum e_{ij} I_j$$

Формулада:  $C_i$  - өлшенетін элементтің мөлшері,  $K_i$  - калибрлеу қисығының көлбеуінің кері шамасы,  $B_i$  - өлшенетін элементтің фон қарқындылығы,  $C_j$  - жұтылуды тудыратын  $j$  элементінің мазмұны немесе күшейту әсері, ал  $\alpha_{ij}$  —  $j$  элементі мен өлшенетін  $i$  элементі арасындағы өзара әрекеттесу коэффициенті (немесе әсер ету коэффициенті),  $e_{ij}$  —  $j$  элементі интерференция сызығы  $i$  талдау элементі үшін талдау сызығының қабаттасу түзету коэффициенті болып табылады, ал  $I_j$  - сіңіру немесе күшейту әсерін тудыратын  $j$  элементінің қарқындылығы.

Олардың ішінде Fe әсер етуші элемент ретінде пайдаланылады, ал түзету коэффициентін есептеу Fe мазмұнын есептеу үшін теңдестірілген әдісті қабылдайды және жұмыс қисығын жасау үшін онымен қарқындылық арасындағы қатынасты пайдаланады, содан кейін  $C_j$  және  $\alpha_{ij}$  болуы мүмкін. содан кейін түзету үшін жоғарыдағы формула қолданылады.

5-кестеде ұнтақ шойынның әрбір элементінің регрессиялық есебінен кейінгі жұмыс қисығының D, E, RMS және K калибрлеу параметрлері берілген. Оны кестедегі деректерден көруге болады.

### 2.4 Үлгіні дайындау дәлдігі және әдіс дәлдігі

Бұл әдіс сол ұнтақ шойын үлгісінде әдістің қайталану сынамасын жүргізу үшін пайдаланылды (10 үлгі жоғарыда көрсетілген сынақ жағдайында дайындалған) (үлгі рентгендік флуоресцентті спектрометрде анықталған) және қайталану сынағы (бірдей Дайындалған үлгі 10 рет үздіксіз өлшенді,  $n=10$ ), нәтижелерден әдістің анықтау дәлдігі тиісті стандарттарға сәйкес келетінін көруге болады [3]. Қайталанғыштық пен қайталанымдылықтың рұқсат етілген айырмашылығы, нәтижелер 6-кестеде көрсетілген.

Кесте 5 – Әрбір элементтің калибрлеу параметрлері

Талдау объектісі	тосқауыл қою (E)	Көлбеу (D)	салыстырмалы стандарт RSD ауытқуы /%	Сапа коэффициенті K/%
Si	-0.18	0.13	0.15	0.043
P	0.00044	0.047	0.0087	0.0027
Ti	0.0015	0.024	0.0037	0.0012
Mn	-0.37	0.012	0.041	0.012
Cu	0.0023	0.026	0.031	0.0097
Cr	-2.0	0.014	0.24	0.071
Ni	-0.00042	0.031	0.022	0.0067
Mo	-0.0027	0.005	0.066	0.019
V	-0.0023	0.020	0.016	0.0049
As	-0.017	0.014	0.0058	0.0018
Sn	0.0082	0.024	0.0032	0.0010
Al	-0.041	0.17	0.029	0.0089
S	0.0015	0.055	0.0094	0.003
Fe(калибрлеу элементі)	35.52	0.028	0.67	0.065

### 2.5 Дәлдік сынағы

Қорытпа шойынның төрт стандартты үлгілері, легирленген шойындар, хром-никельді шойындар және шикі шойындар сыналған. Әртүрлі шойын үлгілерінің өлшеу нәтижелерін ІСР және тікелей оқу спектроскопиясымен салыстырғанда, үш талдау әдісінің нәтижелері сәйкес келетінін.

Кесте 6 – Үлгіні дайындау дәлдігі және әдіс дәлдігін тексеру

Объектісі	Элемент	Si	P	S	Mn	Cu	As	Ti	Cr	Ni	Mo	V	Sn	Al
Үлгіні дайындау дәлдігі	Орташа мән	1,75	0,219	0,150	0,649	0,522	0,448	0,051	0,930	1,27	0,392	0,074	0,016	4,86
	Стандартты ауытқу SD w/%	0,066	0,005	0,010	0,008	0,006	0,004	0,001	0,015	0,010	0,001	0,002	0,001	0,048
	Салыстырмалы стандартты ауытқу RSD/%	3,7	2,3	1,5	1,2	1,1	0,83	1,9	1,7	0,77	0,35	2,3	3,9	1,0
әдіс дәлдік	Орташа мән	1,73	0,216	0,148	0,650	0,524	0,450	0,051	0,928	1,25	0,395	0,073	0,015	4,88
	Стандартты ауытқу SD w/%	0,009	0,002	0,005	0,001	0,001	0,001	0	0,002	0,003	0,001	0,003	0,002	0,018
	Салыстырмалы стандартты ауытқу RSD/%	0,19	0,65	0,15	0,12	0,34	0,71	0,86	0,070	0,29	0,13	0,24	2,2	0,002

Кесте 7– Стандартты заттардың талдау нәтижелері

Үлгінің аты	сериялық нөмір №	Объектісі	Элемент											
			Si	P	Mn	Cu	As	Ti	Cr	Ni	Mo	V	Sn	S
Легирленген шойын	467	Рұқсағ етілген мән	4,30	0,310	1,20	0,243			1,36	0,919	0,639			0,045
		өлшенген мән	4,35	0,315	1,18	0,213			1,36	0,917	0,636			0,042
Орамға арналған легирленген шойын	YSBC280387-96	Рұқсағ етілген мән	1,85	0,205	0,634			0,668	1,29	0,373			0,011	
		өлшенген мән	1,79	0,204	0,632			0,671	1,33	0,319			0,010	
Хром никель молибден қорытпасы	92-073	Рұқсағ етілген мән	2,34	0,060	1,30			0,516	0,772	0,319			0,045	
		өлшенген мән	2,41	0,058	1,29			0,515	0,770	0,318			0,048	
шікі шойын	GBW(E) 010180	Рұқсағ етілген мән	1,93	0,079	0,729		0,036						0,030	
		өлшенген мән	1,97	0,081	0,726		0,035						0,031	

Кесте 8 - Әртүрлі ұнтақ композициялық шойындар үшін әртүрлі әдістердің талдау нәтижелерін салыстыру

Үлгінің аты	Сериялық нөмір №	Объектісі	Элемент												
			Si	P	Mn	Cu	As	Ti	Cr	Ni	Mo	V	Sn	Al	S
кіретін шойын	JYP01	осы әдіс	2,87	0,186	0,245	0,299	0,228	0,170	0,150	0,198	0,023	0,063	0,002	0,213	0,190
		ICP	2,91	0,194	0,253	0,297	0,230	0,175	0,148	0,201	0,025	0,060	0,001	0,220	0,195
		Spark	2,92	0,188	0,250	0,300	0,231	0,173	0,152	0,205	0,026	0,066	0,001	0,215	0,188
болат шойын	09G618	осы әдіс	0,43	0,105	0,290	0,038	0,016	0,125	0,013	0,030	0,007	0,005	0,018	0,086	0,032
		ICP	0,45	0,106	0,327	0,037	0,014	0,127	0,012	0,025	0,007	0,005	0,016	0,088	0,035
		Spark	0,46	0,110	0,330	0,026	0,015	0,130	0,010	0,030	0,006	0,005	0,015	0,085	0,030
өңделген шойын	H-1	осы әдіс	2,11	0,085	0,860	0,054	0,028	0,061	0,065	0,030	0,005	0,060	0,058	0,086	0,015
		ICP	2,14	0,083	0,860	0,054	0,026	0,059	0,066	0,025	0,005	0,062	0,059	0,088	0,016
		Spark	2,13	0,085	0,880	0,055	0,027	0,060	0,065	0,030	0,005	0,060	0,060	0,085	0,013
Al <sub>4</sub> Si <sub>4</sub> шойын	303201	осы әдіс	4,36	0,035	0,400	0,017	0,006	0,107	1,150	3,110	0,561	0,170	0,015	4,610	0,085
		ICP	4,41	0,033	0,400	0,017	0,005	0,107	1,150	3,080	0,555	0,169	0,012	4,690	0,080
		Spark	1,68	0,034	0,670	0,016	0,005	0,110	1,120	3,050	0,557	0,166	0,015	4,650	0,082

### 3 Қорытынды

Ұнтақты шойын үлгілері төмен температурада (350 °С) жасылғаннан кейін ұнтақтау арқылы дайындалды. Үлгілердегі С-ның аздаған жоғалуын қоспағанда, қалған ұшқыш элементтер мен төмендетілген металл элементтері құрамы өзгерген жоқ, яғни, үлгілердің саны көп өзгерген жоқ. Жоғалудың тұтануға әсерін ескере отырып, үлгінің бөлшектерінің өлшемі ұнтақтаудан кейін 200 торға жетуі мүмкін, бұл үлгі матрицасы әсерінің сынақ нәтижелеріне әсерін айтарлықтай төмендетеді. Канифоль мен ацетонның аралас ерітіндісі байланыстырушы қабатқа біркелкі қосылады, дайындалған үлгі тортын күшті, біркелкі етіп жасалды, талдау беті тегіс, оңай құлап кетпейді және сынақ талаптарына сәйкес келеді. Стандартты қисық сызығын түзетуде бос үлгі коэффициентін түзету әдісімен V, Cr, Mn және басқа элементтердің спектрлік сызығының қабаттасуы түзетілді, ал теориялық  $\alpha$  коэффициенті эмпирикалық коэффициентпен біріктіріліп, үлгі матрицалық эффектіні түзетілді, және жақсы нәтижеге қол жеткізілді.

#### References:

1. Gao J.M., Qu Z.Y., Zhang Y.J. Determination of 10 elements in pig iron by X-ray fluorescence spectrometry[J]. *Metallurgical analysis (Metallurgical Analysis)*, 2011, 31(4): 39-40.
2. Wu Y.M., Song Zh. H. Simultaneous determination of pig iron by X-ray fluorescence spectrometry 16 impurity elements [J]. *Southern metal*, 2008, (5): 35-40.
3. Wu Y.M., Song Z.H., Xiao M.Q. Determination of 12 elements in low alloy steel by X-ray fluorescence spectrometry [J]. (*Southern metal*), 2005, (1): 27-30.
4. Wu Y.M. X-ray fluorescence spectrum analysis of pig iron [J]. *Physical and chemical testing - chemical volume (Physical Testing and Chemical Analysis: Part B Chemical Analysis)*, 2005, 41 (1): 50-54.
5. Liang Y. *The basis of X-ray fluorescence spectroscopic analysis [M]. Beijing: out of science Press, 2007*
6. Wu R.J. Some experience in homogeneity inspection of cast iron spectral standard samples[J]. *Metallurgical Analysis (Metallurgical Analysis)*, 2004, 24(10): 69-70.
7. Lu X.M., Jin D.L. X-ray fluorescence spectrometry analysis of influence factors in cast iron Research [J]. *Baosteel Technology (Baosteel Technology)*, 1995, (3): 36-40.
8. Wu Y.M., Luo H.J, Lin L.F.. X-ray fluorescence spectrometry determination of metallurgical Nine components in slag [J]. *Metallurgical Analysis (Metallurgical Analysis)*, 2010, 30 (8): 7-12.
9. Xie K.C. *The Structure and Reactivity of Coal. Beijing: Science Press, 2002.*
10. Chen Wen. *Quantitative study of Fe, Ca and Al in coal by laser-induced breakdown spectroscopy. Master's thesis, Hua University of Science and Technology of China, 2006*
11. Cremers D. A., Radziemski L. J. *Handbook of laser-induced breakdown spectroscopy. John Wiley and Sons, New York, 2006.*
12. Zheng X.F., Tang X.S, Feng E., Rui Y., Ji X.H., Cui Z.F. Effect of buffer gas on laser plasma light Experimental study on the influence of spectral characteristics. *Acta Atomic and Molecular Physics*, 2002, 19(3): 267–271.