

ЯКІСНИЙ АНАЛІЗ СТАЛЕЙ ЗА ДОПОМОГОЮ СТИЛОСКОПА

Види спектрального аналізу. Одним із способів визначення хімічного складу речовини є спектральний аналіз. Розрізняють якісний і кількісний аналіз сполуки за її спектром. У залежності від характеру досліджуваного спектра існує наступна класифікація:

- 1) *емісійний* спектральний аналіз (аналіз за спектрами випромінювання), який дозволяє визначати елементний склад речовини;
- 2) *абсорбційний* аналіз (аналіз за спектрами поглинання у газі, рідині або твердому тілі), який дозволяє визначати як елементний, так і молекулярний склад речовини;
- 3) спектральний аналіз за спектрами *комбінаційного розсіювання світла*;
- 4) аналіз за спектрами *люмінесценції*;
- 5) спектральний аналіз за *рентгенівськими* спектрами.

Ця лабораторна робота присвячена дослідженню сталей методом емісійного спектрального аналізу.

Емісійний спектральний аналіз – це сукупність методів визначення елементного складу речовини за його спектром випромінювання. *Якісний* спектральний аналіз - це виявлення та ототожнення в спектрі аналізованої речовини спектральних ліній, що належать тому чи іншому елементу, що входить до складу речовини. Зазвичай для цього користуються найбільш чутливими лініями, тобто лініями, що спостерігаються у спектрі при мінімальній концентрації наявного елемента. Щоб уникнути помилок при якісному аналізі, необхідно встановлювати наявність елемента у зразку за декількома лініями; з цією метою використовують таблиці та атласи спектральних ліній елементів.

Кількісний спектральний аналіз заснований на зв'язку між інтенсивністю спектральної лінії і концентрацією елемента.

Опис експериментальної установки. Одним із традиційних промислових способів проведення візуального спектрального аналізу є якісний і кількісний аналіз за допомогою *стилоскопа*.

Цей прилад є стаціонарним, він призначений для аналізу порівняно невеликих зразків. Стилоскоп зібраний за автоколімаційною схемою. До його складу входить жорстко закріплена трьохлінзова освітлювальна система.

Випромінювання від джерела світла 1 (рис. 9.1.) направляється на зразок 5 трьохлінзовою освітлювальною системою (2,3,4). Двох-, трьох-, чотирьох- фокусні відстані цих лінз дорівнюють відповідно 70, 50, 60 мм. Така система дає рівномірне освітлення щілини. Щілина 5 постійної ширини (0,02 мм) прорізана на металевому шарі, нанесеному на скляну пластинку, остання склеєна з освітлювальною лінзою 4. Трапецієподібна лінза 6 направляє світловий пучок на об'єктив 11 з фокусною відстанню 275 мм.

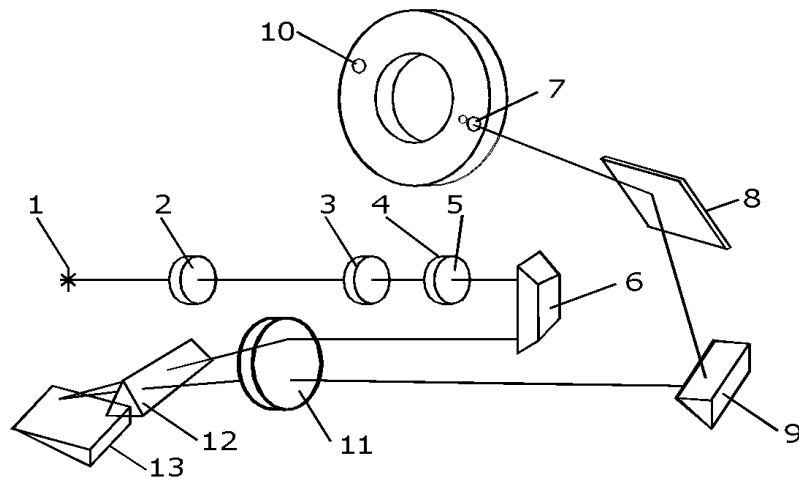


Рис. 9.1. Оптична схема стилоскопа

Диспергуюча призма 12 закріплена нерухомо, інша ж (13), великий катет якої покритий дзеркальним шаром, може повертатися, внаслідок чого спектр зміщується в полі зору окуляра. Відбиті від посрібленого катета призми 13 промені знову проходять обидві призми й об'єктив 11 та за допомогою призми 9 направляються на дзеркало 8, відбиваючись від якого, попадають в окуляр 7.

До складу приладу входять два змінні окуляри зі збільшеннями 13,5" і 20", при цьому зниження збільшення супроводжується збільшенням поля зору, що необхідно при спостереженні спектрів з малою кількістю ліній.

У фокальній площині окуляра розташований фотометричний клин 10. Він являє собою вузьку смужку платиного шару змінної густини, нанесену на скляну пластинку і захищену іншою пластиною.

У комплекті зі стилоскопом знаходиться дуговий генератор, що встановлюється під спектральним апаратом. Один провід від генератора підводиться до заземленого корпусу приладу, інший - до тримача підставного електроду. Дисковий або циліндричний підставний електрод закривається знімним кожухом і одночасно виступає столиком для установки зразків, що аналізуються.

Зразок, що заточений на площину, слугує верхнім електродом. Напруга до нього подається через корпус приладу. Відстань між зразком і підставним електродом встановлюється за допомогою спеціального шаблона, який розташовується замість зразка на столику до упору з електродом. Зміну зразків варто здійснювати при вимкненому генераторі.

Жорсткий монтаж приладу забезпечує збереження оптичними деталями необхідного положення. Краще положення фокуса кожний дослідник підбирає переміщенням окуляра. Зсув розряду з оптичної осі усувають переміщенням підставного електроду в горизонтальній площині у напрямку, перпендикулярному до оптичної осі.

Методика проведення спектроскопічного аналізу. Розрізнявальну здатність стилоскопа перевіряють по лініях у дуговому спектрі заліза.

Справний прилад дає добре розрізнення кожної пари ліній. Лінії у спектрі повинні мати рівномірну яскравість за висотою. У дуговому спектрі заліза при струмі 4 А і мідному підставному електроді над суцільним фоном чітко спостерігаються лінії, зазначені в табл. 9.1.

За інтенсивністю спектральних ліній можна здійснювати наближені оцінки концентрації домішок у речовині. Зовнішній зв'язок інтенсивності спектральної лінії з концентрацією добре помітний: чим більше вміст домішки у досліджуваному зразку, тим інтенсивніше лінії цієї домішки у спектрі. Сама поява лінії за певних умов спостереження може служити вказівкою наявності домішки.

Таблиця 9.1. Спектральні лінії для перевірки стилоскопу

Перевірка розрізнявальної здатності	Перевірка освітленості
5079,24 - 5079,75 $\overset{0}{A}$	4275,13 $\overset{0}{A}$
5191,46 - 5192,35 $\overset{0}{A}$	6147,37 $\overset{0}{A}$
5409,79 - 5410,91 $\overset{0}{A}$	4643,47 $\overset{0}{A}$

Так, лінія молібдену 5533 $\overset{0}{A}$ в спектрі сталі від дуги при 4 А з'являється, починаючи з концентрації близько 0,01 %; лінія 4810, 53 $\overset{0}{A}$ стає помітною при вмісті цинку в міді близько 0,005 %. Визначення кількісного вмісту домішки в зразку буде більш достовірним, якщо проводити його за відношенням інтенсивностей двох спектральних ліній. Такий спосіб є основою сучасного кількісного аналізу і відомий під назвою *методу "гомологічних пар"* чи *методу "внутрішніх стандартів"*.

Для проведення аналізу зазвичай вибирають пари ліній однакового характеру, тобто або обидві дугові, або іскрові, найкраще, якщо енергії їхнього збудження будуть дуже близькі. Термін “гомологічні чи однорідні пари” якраз і відбиває саме цю умову. Якщо вона буде дотримана, то невеликі зміни режиму порушення спектра, що завжди мають місце в джерелах світла, не позначаться на оцінці відносної інтенсивності гомологічних ліній. Найчастіше внутрішнім стандартом служать лінії заліза, а для латуні і бронзи — міді.

Основна мета роботи - виявлення заліза, ванадію, марганцю в запропонованих зразках. Для цього використовують атлас спектральних ліній чи таблиці (не менш двох) елемента домішки, який необхідно визначити. Потім перевіряють перешкоди і накладення. Лініями, що заважають, умовно називають лінії елементів, які за їхнім положенням в спектрі можна помилково прийняти за лінії елементів, що аналізуються. Ширина смуги

накладень залежить від довжини хвилі лінії, що розглядається. У червоній області дисперсія менше, тому лінії, що заважають, варто перевіряти на ділянці $8-10 \text{ Å}$, а в синій області цей інтервал обмежується декількома ангстремами. При дослідженні смуги накладень важливо знати інтенсивності ліній, що заважають, оцінці ступеня впливу можливих накладень.

Виконавши зазначені вище оцінки аналітичних ліній і ліній, що заважають, ширини смуг накладень, приступають безпосередньо до якісного аналізу.

Для спрощення роботи з атласами і таблицями прийнята система наступних умовних позначок.

1. *Лінія елемента, що визначається, є такою ж за інтенсивністю, як і лінія порівняння основної речовини.* У цьому випадку оцінку зображують знаком рівності, що ставиться між умовними найменуваннями спектральних ліній. Цифра, що стоїть на першому місці, вказує на умовний номер лінії у даній області спектра, що розглядається, в окуляр. Далі йде символ елемента, що визначається, з індексом унизу, який являє собою порядковий номер групи аналітичних ліній, обраної для проведення аналізу. Наприклад, 1Cr_2 означає, що мова йде про лінію, розташовану в другій групі хрому. Лінії ж порівняння позначаються просто цифрою без вказівки символу елемента і групи. Запис " $0,1\% - 1\text{Cr}_2 = 2$ " означає, що при $0,1\% \text{ Cr}$ у групі Cr_2 спектральна лінія хрому з довжиною хвилі $4254,35 \text{ Å}$ дорівнює за інтенсивністю лінії заліза з довжиною хвилі $4247,43 \text{ Å}$. Інколи оцінка інтенсивності записується без зазначення групи й елемента, тобто для даного приклада " $1=2$ ". Не кажучи про парадоксальність такої рівності, у цьому випадку треба окремо зазначати, що цей запис належить до другої лінії хрому.
2. *Лінія елемента, що визначається, слабкіше за інтенсивністю, ніж лінія порівняння.* Таку оцінку позначають знаком "<", який вказує, що інтенсивність лінії, що стоїть ліворуч від знака, менша, ніж інтенсивність лінії, що стоїть праворуч. Наприклад, запис " $0,3\% - \text{Mn}_1 < 2$ " означає, що при вмісті марганцю близько $0,3 \%$ лінія марганцю з довжиною хвилі $4823,52 \text{ Å}$ за інтенсивністю слабкіше, ніж лінія порівняння заліза з довжиною хвилі $4859,75 \text{ Å}$.
3. *Лінія елемента, що визначається, сильніше за інтенсивністю, ніж лінія порівняння.* Таку оцінку позначають знаком ">", який вказує, що інтенсивність лінії, що стоїть ліворуч від знака, більша, ніж інтенсивність лінії, що стоїть праворуч.
4. *Лінія елемента, що визначається, або значно слабкіша за інтенсивністю, або значно сильніша, ніж лінія порівняння.* У цих випадках вживають знаки ">>" і "<<" відповідно.
5. В усіх інших випадках оцінки інтенсивностей описуються словами.

Маркірування легованих сталей. Для позначення марок сталі застосовується система, прийнята у державних стандартах. Позначення складаються з послідовності цифр і літер, що вказують на приблизний склад сталі.

Кожний легувальний елемент позначається певною літерою: **Н**- нікель; **Х**- хром; **К**- кобальт; **М**- молібден; **Г**- марганець; **Д**- мідь; **Р**- бор; **Б**- ніобій; **Ц**- цирконій; **С**- кремній; **П**- фосфор; **Ч**- рідкоземельні метали; **В**- вольфрам; **Т**- титан; **А**- азот; **Ф**- ванадій; **Ю**- алюміній.

Перші цифри в позначенні вказують середній вміст вуглецю в сотих частках відсотка. Цифри, що йдуть за літерою, вказують на приблизний вміст даного легувального елемента (при кількості елемента менш 1% цифра відсутня; при вмісті 1% ставиться цифра 1; 2% - цифра 2 і т.д.).

Отже, сталь складу 0,1-0,15% С і 1,3-1,7% Мп позначається **12Г2**; сталь складу 0,28-0,35% С; 0,8% Cr; 0,9% Mn; 0,8% Si позначається **30ХГС** і т.д.

Для того, щоб показати, що в сталі міститься обмежений вміст сірки і фосфору ($S < 0,03\%$; $P < 0,03\%$), а також що дотримано всі умови металургійного виробництва високоякісної сталі, наприкінці позначення марки ставлять літеру А (літера А всередині марочного позначення вказує на наявність азоту, спеціально введеного у сталь).

Однак у ряді випадків для скорочення числа знаків у позначенні трохи відступають від точного дотримання держстандартів (особливо це стосується позначення складу складнолегованих сталей).

Наприклад, в інструментальних сталях, які містять більше 1% вуглецю, цифри, що позначають його вміст, не вказують. Так, інструментальна сталь з 1,45-1,7% С; 11,0-12,5% Cr і 0,5-0,8% Мо позначається **Х12М**.

Для сплавів із вмістом заліза менш 50% і великою кількістю різних легувальних елементів усі вони вказуються лише літерами, за виключенням нікелю, вміст якого позначається цифрою. Незважаючи на те, що для всіх сталей неможливо застосувати у повному обсязі приведену систему маркірування, вона все ж таки є більш зручною і наочною, ніж системи маркірування сталей, що використовуються в інших країнах (США, Англії, Німеччини й ін.).

Контрольні питання

1. Пояснити механізм виникнення спектральних ліній і спектральних серій.
2. Надати класифікацію видів випромінювання матеріальних тіл за способом їх збудження.
3. Що називається резонансним випромінюванням?
4. Які види спектрального аналізу Вам відомі?
5. Що собою являє кількісний і якісний спектральний аналізи?
6. Розповісти про будову стилоскопа.
7. У чому полягає методика проведення якісного спектрального аналізу?

8. Розкрити сутність методу «гомологічних пар» при проведенні кількісного спектрального аналізу.
9. Яка існує система умовних позначок при роботі з атласами і таблицями спектральних ліній?
10. Як зробити оцінку вмісту того чи іншого елемента у досліджуваному зразку?
11. Яким чином відбувається маркірування сталей?