

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**
ЮРГИНСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Утверждаю
Зам. директора ЮТИ ТПУ по УР
_____ В.Л. БИБИК
« _____ » _____ 2012 г.

**Определение процентного содержания Cr в простых и
среднелегированных сталях визуальным методом спектрального
анализа.**

Методические указания для лабораторной работы
по дисциплине «Методы контроля и анализа ве-
ществ» для студентов специальности 150101 «Ме-
таллургия черных металлов» дневной формы обуче-
ния.

Издательство
Юргинского технологического института (филиала)
Томского политехнического университета
2012

УДК 543.42.062

Определение процентного содержания Cr в простых и среднелегированных сталях визуальным методом спектрального анализа: Методические указания для лабораторной работы по дисциплине «Методы контроля и анализа веществ» для студентов специальности 150101 «Металлургия черных металлов» дневной формы обучения. – Юрга: ИПЛ ЮТИ ТПУ, 2008. – 16 с.

Составители: ст. преподаватель А.П. Родзевич
начальник химической
лаборатории ЦЗЛ,
ООО «Юргинский машзавод» Т.Н. Сивина

Рецензент: доцент, к.т.н. В.Ф. Торосян

Методические указания рассмотрены и рекомендованы к изданию методическим семинаром кафедры «Металлургия черных металлов»
« ____ » _____ 2008г.

Зав. кафедрой МЧМ
доцент, к.т.н.

А.А. Сапрыкин

Лабораторная работа

Определение процентного содержания Cr в простых и среднелегированных сталях визуальным методом спектрального анализа.

1 Введение

Лабораторная работа позволяет закрепить знания, полученные студентами на лекциях.

В начале занятия проводится контроль степени готовности студентов к выполнению лабораторной работы по контрольным вопросам. После этого студенты проходят общий инструктаж по технике безопасности и получают допуск к занятию.

После проведения необходимых исследований оформляется отчет. Отчет составляется каждым студентом индивидуально. Работа считается выполненной после сдачи отчета и зачета руководителя.

2 Цель лабораторной работы

Изучить методы спектрального анализа, а также закрепить на практике теоретические основы визуального метода на приборах, применяемых в спектральной лаборатории ЦЗЛ ООО «Юргинский Машиностроительный завод».

3. Общие положения.

3.1. Специальные термины и определения.

Спектральный анализ – определение химического состава вещества физическими методами.

Физические методы – способность атомов и молекул, входящих в состав вещества поглощать и испускать электромагнитное излучение.

Электромагнитное излучение – электромагнитная волна с частотой ν . Частота ν - количество полных колебаний напряженности электромагнитного поля в одну секунду.

Период T – время, в течение которого совершается полный цикл изменения напряженности электромагнитного поля.

$$\nu = \frac{1}{T}$$

Длина волны λ - расстояние, которое проходит волна за время одного

периода

$$\lambda = \frac{c}{\nu}, \quad c - \text{ скорость света в вакууме } (2,998 \cdot 10^8 \text{ м/с})$$

Фотон – элементарная частица электромагнитного излучения, обладающая энергией, которую принято называть квантом

$$E_{\phi} = h\nu, \quad h - \text{ постоянная Планка } (6,62 \cdot 10^{31} \text{ Дж} \cdot \text{с})$$

Возникновение спектров связано с изменением внутренней энергии атомов или молекул вещества. Частицы (атомы или молекулы), обладающие минимальным запасом внутренней энергии называют невозбужденными, а состояние, в котором они находятся, нормальное. Путем внешнего воздействия частицам вещества можно сообщить дополнительную энергию E_{ϕ} поглотив которую они из нормального состояния перейдут в возбужденное. В возбужденном состоянии частица находится не долго, около 10^{-8} секунд. Частица стремится отдать избыточную энергию и вернуться в нормальное состояние. При излучается фотон с определенной энергией $E_{\phi.a.} = h\nu_a$, характерной для каждого атома вещества. Таким образом происходит разложение излучение по частотам, а соответственно, по длинам волн, т.е. в спектр. Анализ по спектрам излучения – эмиссионный. Анализ по спектрам поглощения – абсорбционный. Чтобы узнать состав вещества, необходимо выделить излучение каждого элемента. Это осуществляется с помощью оптических приборов – спектральных аппаратов.

3.2. Газовый разряд

Если взять два металлических электрода, разделенных между собой небольшим воздушным промежутком, и подключить их к источнику тока, то цепь окажется разомкнутой, но если в воздушном промежутке окажутся заряженные частицы - ионы и электроны, то под действием электрического поля они двигаются к электродам. Присутствие заряженных частиц обеспечивается вспомогательным разрядником, разряд в котором называется несамостоятельным. Он прекращается, когда убирают источник тока. При достаточно высоком напряжении на электродах возникает самостоятельный газовый разряд. Под воздействием электрического поля между электродами заряженные частицы в воздушном промежутке приобретают значительную кинетическую энергию, которую передают при упругих соударениях молекулам газа, а также электродам. В результате за счет энергии источника тока происходит разогревание газа и электродов. Число заряженных частиц начинает резко возрастать за счет ионизации атомов и молекул и эмиссии

заряженных частиц с электродов. Раз начавшийся газовый разряд сам поддерживает себя и не нуждается во внешних источниках ионизации. Газ, имеющий высокую температуру и состоящий из заряженных нейтральных частиц, называется плазмой. Напряжение пробоя электродов – 10000 в. Температура дугового разряда – от 3500 до 8000⁰ С. При этом образцы нагреваются, поэтому необходимо соблюдать технику безопасности.

3.3. Схема атомно – эмиссионного анализа.



4. Оборудование для визуального спектрального анализа.

Призма – главный элемент оптической схемы. От ее размера и формы, а также материала, из которого она изготовлена: разрешающая способность, дисперсия, яркость получаемого спектра.

Дисперсия – зависимость показателя преломления от длины волны, другими словами способность разделять пучки лучей различных длин волн. Чем больше дисперсия, тем больше расстояние в спектре между близкими по длине волны спектральными линиями, и тем больше будет развернут спектр.

Разрешающая способность – величина отношения средней длины волны к весьма малой разности двух соседних длин волн, то есть $r = \frac{\lambda}{\Delta\lambda}$.

4.1. Стилоскоп “Спектр”

Стилоскоп ”Спектр” представляет собой автоколлимационный прибор, предназначенный для быстрого качественного визуального и полуколичественного спектрального анализа всех наиболее употребительных сталей и цветных сплавов в видимой области спектра.

Стилоскоп применяется для экспрессных анализов, к точности которых не предъявляется высоких требований. Продолжительность анализа одного образца по всем элементам 2–3 мин.

Прибор используется на складах при контроле материалов, на шихтовых дворах, в пунктах сортировки металлического лома и экспресс лабораториях литейных цехов. Анализ на стилоскопе не сопровождается повреждением образца, что позволяет проверять готовые детали на сборке, в инструментальных и производственных цехах металлообрабатывающих заводов.

Прибор находит также широкое применение в научно-исследовательских и учебных лабораториях.

4.2. Перечень основных частей

1. Стилоскоп “Спектр”.
2. Генератор.

4.3. Основные данные

Диапазон спектра	3900—7000 А
Фокусное расстояние объектива	275 мм
Увеличение окуляров	13,5 и 20 ^x
Ширина щели	0,02 мм
Диспергирующая система состоит из двух призм 30 и 60°, работающих в автоколлимационном ходе луча:	
общая база.....	150 мм
высота	35 мм
Питающее напряжение генератора.....	220 в
Габарит прибора	680X330X250 мм
Вес стилоскопа.....	12 кг
Вес генератора.....	40 кг

4.4. Оптическая схема

Анализ с помощью стилоскопа заключается в следующем: между испытуемым образцом и электродом зажигается электрическая дуга, ее излучение направляется с помощью трехлинзового осветителя в щель стилоскопа; наблюдатель рассматривает в окуляр спектр испытуемого сплава. Прибор построен по автоколлимационной схеме с горизонтальным расположением элементов. Оптическая схема прибора приведена на рис. 1.

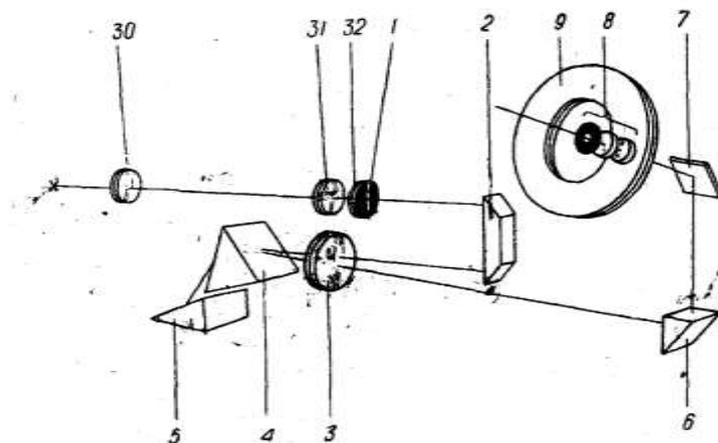


Рис. 1 Оптическая схема стилоскопа.

Свет от дуги с помощью трехлинзовой системы, которая введена для обеспечения равномерного освещения щели 1, заполняет ее; затем

отражательная призма 2 направляет пучок на объектив 3 (в фокусе которого помещена щель); полученный параллельный пучок попадает на диспергирующие призмы 4 и 5.

Большой катет 30° призмы 5 посеребрен, поэтому лучи, отражаясь от него, проходят в обратном направлении через призмы на объектив и попадают на прямоугольную призму 6 и зеркало 7, которые направляют лучи в окуляр 8.

В фокальной плоскости окуляра расположен фотометрический клин 9.

4.5. Конструкция стилоскопа

Стилоскоп состоит из следующих основных частей: осветительной системы, щели с объективом, отражательной призмы, диспергирующей системы и окулярной головки. Все части помещены в кожухе. На плите, являющейся основанием прибора, смонтирован столик для проб. Осветительная система, состоящая из конденсоров 30 (рис. 1), 31 и 32 с фокусными расстояниями 70, 50 и 60 мм, смонтирована на кронштейне и фланце, которые соединены между собой светозащитной трубкой. Щель постоянной ширины 0,02 мм нанесена на стеклянную пластинку, склеенную с третьей линзой осветителя. Отражательная призма 2 направляет лучи, идущие от щели, на объектив. Диспергирующая система состоит из двух призм: одна – 60° закреплена на мостике неподвижно, другая 30° вместе со своим мостиком может поворачиваться, вследствие чего спектр перемещается в поле зрения окуляра. Поворот призмы осуществляется с помощью маховичка, соединенного с барабаном, на котором нанесена равномерная шкала с ценой деления 2° ; рядом помещена вторая шкала, на которой нанесены символы химических элементов. На кронштейне окулярной головки расположены: прямоугольная призма, зеркало, фотометрический клин со шкалой и окуляр.

Фотометрический клин помещен в плоскости изображения спектра и расположен вдоль спектральных линий в виде узкой полоски в центре поля зрения, он может перемещаться маховичком. Перемещение клина отсчитывается по шкале, наблюдаемой в поле зрения окуляра.

На плите, с левой стороны, расположен кронштейн с держателем, в котором может устанавливаться дисковый электрод или цилиндрический электрод. Держатель электродов может перемещаться по высоте маховичком в направлении, перпендикулярном оптической оси, маховичком и в случае применения дискового электрода вращаться маховичком. Плавность хода держателя можно отрегулировать при

помощи разрезной втулки с винтами, расположенной в его нижней части.

Для защиты от радиопомех держатель электродов закрывается съемным кожухом, служащим одновременно и столиком для установки образцов. На столике могут быть установлены образцы любых размеров и любой формы. Для крепления мелких деталей служит пружинный прижим.

Расстояние между образцом и электродом, равное 3 мм, устанавливается с помощью съемного шаблона, помещаемого вместо образца на столик, до упора с электродом.

В качестве источника возбуждения спектра применяется специальный генератор. Генератор обеспечивает два режима работы — искровой и дуговой. Напряжение от генератора к электроду подводится через контакт на кронштейне держателя, а к образцу, устанавливаемому на столике — через заземленный корпус прибора.

4.6. Генератор

Генератор состоит из низковольтной и высоковольтной цепей и помехозащитных устройств.

Низковольтная цепь включает в себя: штепсельную вилку для подключения сети, плавкий предохранитель, выключатель, разделительный трансформатор, сопротивления по 150 Ом каждое, сопротивление на 200 Ом, блок, состоящий из сопротивления 45 Ом, конденсатора 2 мкФ и конденсатора емкостью 2 X 0,5 мкФ, и конденсаторы общей емкостью 40 мкФ.

Плавкий предохранитель защищает сеть от случайных коротких замыканий в генераторе.

Выключатель замыкает цепь питания генератора.

Разделительный трансформатор дает возможность заземлить столик и проверяемый образец и таким образом обеспечивает безопасность работающего.

Величина тока дуги или искры в цепи низкого напряжения регулируется включением трех или девяти остеклованных сопротивлений, выполняющих функцию реостата дуги.

Высоковольтная цепь включает в себя: вторичную обмотку высоковольтного трансформатора, разрядник, конденсатор, высокочастотный трансформатор и переключатель.

Защита от радиопомех, создаваемых генератором, осуществляется тем, что вся высокочастотная часть схемы, где возникают радиопо-

мехи, заключена в специальную камеру, являющуюся экраном. Камера представляет собой литую коробку, верхняя крышка которой съемная. На задней стенке имеется легко открывающаяся крышка для доступа к разряднику. На крышке имеется пружинящее устройство для обеспечения надежного контакта с камерой. Отверстия для вентиляции и выводы высоковольтного провода защищены волноводными патрубками и сетками.

Генератор соединяется с электродом стилоскопа высоковольтным экранированным кабелем. Прибор заземляется посредством зажима. Открывать крышки и менять образцы на столике стилоскопа можно только при выключенном приборе.

5. Правила безопасности при выполнении работы

Находясь в спектральной лаборатории и выполняя лабораторную работу, необходимо соблюдать следующие правила техники безопасности:

1. Инструкция по охране труда для работников предприятия № 253-06.
2. Инструкция по оказанию первой доврачебной помощи № 353-06.
3. Инструкция по охране при выполнении работ методом спектрального анализа № 104-06.
4. Включать прибор и выполнять практическую работу только после изучения устройства прибора и данной методики.
5. Все работы выполнять под руководством преподавателя.

5.1. Порядок проведения работы

Анализируемый образец устанавливают на столике стилоскопа. Участок образца, который располагается против электрода, необходимо зачистить до полного уничтожения следов краски, окалина и всякого рода пороков поверхности. В тех случаях, когда есть основание предполагать, что образец проходил термическую обработку, вызывающую выгорание некоторых элементов в поверхностном слое, этот слой должен быть удален при зачистке. Зачистка производится напильником или на наждачном круге, таким же образом зачищается торец цилиндрического электрода. У дискового электрода использованную часть рекомендуется срезать на токарном станке.

Стилоскоп устанавливается на генераторе. Правильное положение его определяется штифтами на генераторе, при этом высота от

стола до окуляра составляет 300 мм.

После того как анализируемый образец помещен на столик, а сменный электрод установлен по шаблону, зажигают дугу. Для этого к держателю электрода присоединяют выводной провод, переключатель устанавливают в положение «дуга» или «искра», переключатель в положение «2 а» или «4 а», проверяют, заземлен ли генератор, подключают провод питания к сети и включают кнопку «пуск».

Наблюдая в окуляр прибора, приводят маховичком на середину поля зрения, требуемую область спектра.

Установкой окуляра добиваются максимальной резкости спектральных линий, после чего приступают к оценке содержания анализируемых элементов.

Каждый химический элемент имеет присущий ему спектр излучения. Следовательно, присутствие в спектре линий данного элемента указывает на наличие его в анализируемом веществе. По яркости спектральных линий можно судить о количестве вещества в испытуемом образце: чем больше содержание примеси, тем интенсивнее линии ее спектра. Однако спектральные линии примеси нельзя наблюдать изолированно от других линий спектра, так как интенсивности линий зависят не только от содержания примеси в образце, но и от условий возбуждения спектра; кроме того, довольно трудно судить об интенсивности отдельной линии, не сравнивая ее с каким-либо стандартом. Оценку интенсивности спектральной линии производят путем сравнения ее с другими спектральными линиями, интенсивности которых приняты за условный стандарт.

Таким образом, о концентрации искомой примеси судят по отношению интенсивностей двух линий рассматриваемого спектра; линии примеси и линии сравнения, за которую принимается линия основы сплава.

Оценки интенсивности спектральных линий при определенных концентрациях называются спектроскопическими признаками определений.

1. Если линия определяемого элемента и линия сравнения основного вещества имеют равные интенсивности, то такое отношение обозначается знаком равенства: "=". Например, запись "1-2" значит, что интенсивность первой линии равна интенсивности второй линии.
2. Если линия определяемого элемента слабее по интенсивности, чем линия сравнения, то это обозначается знаком "<".
3. Если линия определяемого элемента сильнее по интенсивности,

чем линия сравнения, то это обозначается ”>”.

4. Соответственно знаки обозначают следующее: ”≥” и ”≤” – линии очень близки, но либо сильнее, либо слабее по интенсивности ”<<” и ”>>” – линии значительно слабее, либо значительно сильнее.

При этом цифру, указывающую концентрацию необходимо понимать ни как абсолютно точное значение концентрации, а как среднее значение интервала концентрации $\pm 20\%$.

Спектральные линии, по которым производятся оценки концентраций, изображены на соответствующих рисунках – схемах с обозначением линий определяемого элемента и линий основы.

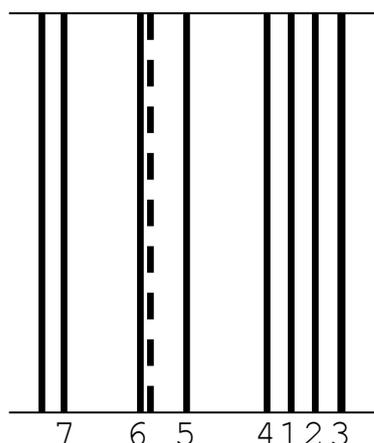


Рис. 2 Группа линий Cr_I для определения хрома в простых сталях:

1,2,3 – линии хрома; 4,5,6,7 – линии железа

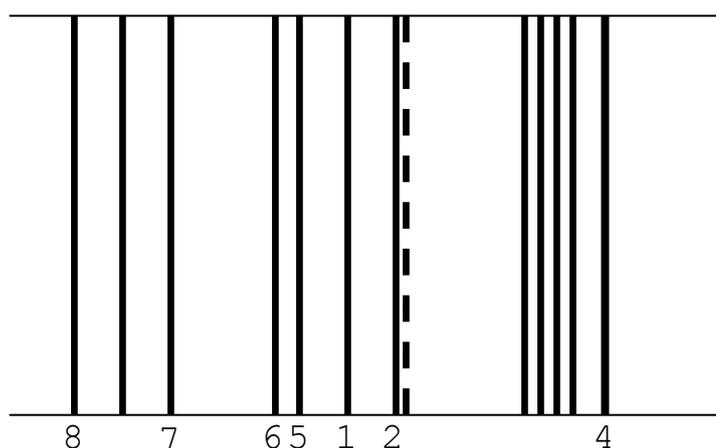
Длины волн линий хрома и железа:

1. Cr 5204,52 A^0	4. Fe 5202,34 A^0
2. Cr 5206,04 A^0	5. Fe 5198,71 A^0
3. Cr 5208,44 A^0	6. Fe 5195,48 A^0
	7. Fe 5191,47 A^0

Спектроскопические признаки для определения содержания хрома по группе Cr_I с медным стандартным электродом приведены в таблице:

%-е содержание (концентрация)	Спектроскопические признаки			
0,05	2=1	1=5	3≥4	2≤5
0,10	1<4	2>5	3>4	
0,12	1=4	2≤6	3<7	3≥6
0,18	1>4	2≤6	3<7	3>6
0,21	1>>4	2=6	3≤7	3>4
0,24	1>>4	2>>6	3>6	2>>4

Группа линий Cr_7 для определения хрома в среднелегированных сталях.



1,2 – линии хрома
4,5,6,7,8 – линии железа

Длины волн линий хрома и железа:

- | | |
|------------------------------|------------------------------|
| 1. Cr 5345,81 Å ⁰ | 4. Fe 5371,49 Å ⁰ |
| 2. Cr 5348,32 Å ⁰ | 5. Fe 5341,03 Å ⁰ |
| | 6. Fe 5339,94 Å ⁰ |
| | 7. Fe 5333,30 Å ⁰ |
| | 8. Fe 5324,18 Å ⁰ |

Спектроскопические признаки для определения содержания хрома по группе Cr_1 с медным стандартным электродом приведены в таблице:

%-е содержание (концентрация)	Спектроскопические признаки
0,30	1=7
0,40	1>>7
0,70	2=7
1,00	1=6 2>7
1,50	1<5 1>6 2>7
2,50	2=6
5,00	1>8 2=5
10,00	1=4 2=8
20,00	1>>4 2≤4

Анализ рекомендуется начинать с пробных измерений двух-трех эталонов.

5.2. Составление отчета

Отчет по выполненной работе должен удовлетворять требованиям, предъявляемым к отчетам о выполненных учебных лабораторных работах. Отчет предоставляется в письменной форме и должен содержать следующие разделы:

1. Титульный лист согласно приложению А.
2. Цели выполненной лабораторной работы.
3. Краткое содержание теоретической части по визуальному методу спектрального анализа.
4. Краткое описание проведения измерения массовых долей элементов.
5. Результаты опытов.
6. Выводы.

6. Контрольные вопросы

1. В чем сущность спектрального анализа? Его недостатки и преимущества в сравнении с химическим методом анализа?
2. Как изменяется характер спектра с изменением химического состава вещества.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бабушкин А. А. Методы спектрального анализа. – М.: Издательство Московского Университета, 1962. – 510 с.
2. Алексеев В. Н. Количественный анализ. – М.: Химия, 1972. – 504 с.
3. Алимарин И. Л., Ушакова И. Н. Справочное пособие по аналитической химии. – М.: Изд. МГУ, 1977. – 104 с.
4. Васильев В. П. Теоретические основы физико-химических методов анализа. – М.: Высшая школа, 1979. – 184 с.
5. Крешков А. П. Основы аналитической химии. – М.: Химия, 1970. – (т.3) 471 с; 1971. – (т. 2). 456 с.
6. Ляликов Ю. С. Физико-химические методы анализа. – М.: Химия, 1974. – 536 с.
7. Ольшанова К. М., Пискарева С. К., Барашков К. М. Аналитическая химия. – М.: Химия, 1980. – 400 с.
8. Практикум по физико-химическим методам анализа / Под ред. Петрухина О. М. – М.: Химия, 1987. – 245 с.
9. Пешкова В. М., Громова М. И. Методы абсорбционной спектроскопии в аналитической химии. – М.: Высшая школа, 1976. – 280 с.

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**
ЮРГИНСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Кафедра «Металлургия черных металлов»

Лабораторная работа №

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ НА
АТОМНО-ЭМИССИОННОМ СПЕКТРОМЕТРЕ ДФС-500.**

Исполнитель:

студент гр. _____

(подпись) И.О.Фамилия
(дата)

Руководитель:

(должность, ученая степень)

(подпись) И.О.Фамилия
(дата)

Юрга 200__

Определение процентного содержания Cr в простых среднелегированных сталях визуальным методом спектрального анализа.

Методические указания

Составители:

Александр Павлович Родзевич
Татьяна Николаевна Сивина

Подписано к печати 200_ г.

Формат 60x84/16. Бумага офсетная

Плоская печать. Усл. печ. л. ____ Уч.-изд.л. ____

Тираж _____ экз. Заказ _____. Цена свободная.

ИПЛ ЮТИ ТПУ. Лицензия ПЛД № 44-55 от 4.12.1997 г.

Ризограф ЮТИ ТПУ. 652050. Юрга, ул. Московская, 17.