

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования
«ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Утверждаю

Декан ЭФФ

_____ Г.С. Евтушенко

« _____ » _____ 2008 г.

СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ

Лабораторный практикум
проведения лабораторных работ
по курсу «Химико-физические методы контроля и диагностики»

Издательство
Томского политехнического университета
2008

УДК 691:543.42

Спектральный анализ. Лабораторный практикум проведения лабораторных работ по курсу «Химико-физические методы контроля и диагностики». – Томск: Изд-во ТПУ, 2008. – 51 с.

Составители:
Капранов Б.И.
Короткова И.А.

Рецензенты:
Недавний О.И.
Тарасов В.В.

Лабораторный практикум рассмотрен и рекомендован к изданию методическим семинаром кафедры ФМПК

Зав. кафедрой ФМПК
д-р. техн. наук _____ О. А. Сидуленко

© Томский политехнический университет, 2008
© Оформление. Издательство Томского
политехнического университета, 2008

СОДЕРЖАНИЕ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1. Устройство и работа стилоскопа сл-13	4
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2. Определение ванадия (V) и хрома (Cr) в сталях и сплавах	16
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3. Определение молибдена (Mo) и марганца (Mn) в сталях и сплавах	25
ПРИЛОЖЕНИЕ 1	32
ПРИЛОЖЕНИЕ 2	34
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	50

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

Устройство и работа стилоскопа сл-13

Цель работы

Ознакомиться с основными составляющими частями прибора СЛ-13, изучить режимы работы.

Рабочее задание

1. Подробно изучить составляющие конструкции стилоскопа, их назначение.
2. Определить положение переключателей блока генератора для осуществления режимов дуги, искры, комбинированного разряда, униполярного разряда.

Используемое оборудование

1. Стилоскоп СЛ-13.
2. Стандартный образец из стали марки типа Ст3.

1. Понятие о визуальном спектральном анализе и аппаратуре

Всякое вещество, приведенное в состояние светящихся паров, дает излучение, характерное для его атомного строения, которое складывается из общего излучения атомов всех элементов, входящих в состав данного вещества.

Для определения химического состава вещества методом спектрального анализа требуется выделение излучения атомов каждого элемента, т. е. отделение друг от друга световых лучей с разными длинами волн.

Разложение света по длинам волн осуществляется с помощью оптических приборов: стилоскопов и спектрографов. При этом излучение наблюдается в виде спектра, представляющего совокупность большого количества светящихся ярких линий.

Спектр является характеристикой исследуемого материала, позволяющей по наличию соответствующих спектральных линий судить о составе излучающих паров.

Для возбуждения спектра обычно применяются искровые и дуговые источники света, которые входят в комплект стилоскопической установки.

Электрическая схема генераторов стилоскопических установок позволяет получать электрическую дугу или низковольтную искру, удо-

влетворяющую условиям проведения анализов. Питание генератора осуществляется через разделительный трансформатор, вторичная обмотка которого заземляется.

Принцип действия стилоскопической установки – создание электрического разряда между анализируемым объектом (являющимся одним из электродов) и постоянным электродом прибора, приводит к парообразованию вещества электродов и заполнению межэлектродного промежутка светящимися парами. Излучение светящегося пара направляется через узкую щель прибора в оптическую систему, где происходит разложение света и образование линейчатого спектра. Полученный спектр представляет собой ряд световых проекций щели, каждая из которых соответствует определенной длине волны.

Наличие в спектре характерных линий искоемых элементов указывает на присутствие данных элементов в анализируемом металле.

Сравнение относительной интенсивности спектральных линий искоемых элементов с линиями основы дает возможность приближенной оценки содержания в металле элементов.

Таким образом, с помощью стилоскопа производится качественный и полуколичественный анализ стали, позволяющий определить наличие и приближенно оценить количество легирующих элементов в стали. Сопоставление полученных результатов с химическим составом проектной марки стали позволяет оценить соответствие металла исследуемой детали требованиям проекта.

В настоящее время промышленность выпускает два типа стилоскопов: стационарные (типа СЛ-13, СЛ-11) с горизонтальным расположением деталей и переносные (типа СЛП-2), в котором детали смонтированы в вертикальной плоскости. Стационарные стилоскопы используются для проведения спектрального анализа мелких деталей, переносные стилоскопы – для контроля крупногабаритных изделий и деталей на смонтированном оборудовании, доставка которых к стационарному стилоскопу невозможна.

2. Устройство и работа СЛ-13

Стационарный стилоскоп СЛ-13 с фотометрическим клином предназначен для эмиссионного визуального качественного и полуколичественного спектрального анализа сталей, цветных металлов и сплавов в видимой области спектра.

Стилоскоп применяется для экспрессных анализов, к точности которых не предъявляется высоких требований. Имеется возможность анализа тонкой проволоки, ленты, образцов малой массы из легкоплавких сплавов (на основе олова, свинца и т. п.). Определения малых со-

держаний трудновозбудимых элементов: углерода от 0,1 % кремния 0,1 %, серы от 0,02 % и других элементов в сталях и сплавах.

Прибор может быть использован на складах при контроле материала, на шихтовых дворах, пунктах сортировки металлического лома, экспресс-лабораториях литейных цехов, в научно-исследовательских и учебных лабораториях. При эксплуатации прибора необходимо соблюдать «Правила по устройству и содержанию лабораторий и пунктов спектрального анализа».

2.1. Технические данные

1. Диапазон спектра, нм	383...700
2. Увеличение окуляров	13,5 ^x и 20 ^x
3. Ширина щели, мм, не более	0,015
4. Характеристики дифракционной решетки, выполняющей роль фокусирующего и диспергирующего элемента:	
• R, мм	250
• №, I/мм	1200
• величина обратной линейной дисперсии, нм/мм	3,2
5. Питание прибора:	
• напряжение, В	220±10 %
• частота, Гц	50
6. Потребляемая мощность, кВА, не более	2,2.
7. Генератор стилоскопа обеспечивает работу в следующих режимах:	
7.1 В режиме дуги переменного тока:	
• пределы изменения тока дуги, А	от 1,5 до 10;
• изменение фазы поджига (дискретное), град,	60; 90; 120
Примечание. Имеется возможность получения униполярной дуги (изменение полярности «АНОД», «КАТОД»)	
7.2. В режиме низковольтной искры:	
• изменение емкости конденсаторных батарей низковольтного контура, мкФ	20; 40; 60
• изменение добавочной индуктивности (без учета остаточной индуктивности монтажных проводов низковольтного контура), мкГн,	0; 3; 10; 20; 40; 60
• число поджигающих импульсов за полупериод тока сети: один, два, три.	
Примечание. Имеется возможность получения униполярной низковольтной искры.	
7.3. В режиме комбинированного разряда (низковольтной искры с дуговой затяжкой).	

Примечание. Имеется возможность получения униполярного комбинированного разряда. В каждом униполярном режиме имеется возможность изменять полярность исследуемого образца,

Габаритные размеры, мм, не более	
Стилоскопа	670×380×389
Приставки	720×320×215
Масса комплекта, кг, не более	70

2.2. Описание конструкции

Изделие состоит из следующих основных частей: головки оптической, генератора и приставки.

Оптическая головка состоит из осветительной системы, щели, дифракционной решетки, системы поворотных зеркал и окулярной головки, размещенных внутри корпуса 1 (рис. 1).

Дифракционная решетка закреплена в основании. Сканирование спектра осуществляется поворотом решетки вокруг оси, проходящей через вершину решетки с помощью кулачка с одновременным перемещением решетки вдоль биссектриса угла отклонения для автоматической фокусировки; Возвратно-поступательное перемещение решетки выполняется шарнирно-рычажным механизмом в пределах ± 1 мм. Поворот решетки осуществляется маховичком соединенным барабаном (лимбом – 5), на котором нанесена шкала с ценой деления 5 нм (рис. 1). На кронштейне, окулярной головки расположены поворотные зеркала, фотометрический клин со шкалой и окуляр в оправе.

Для регулировки интенсивности спектра имеется рукоятка 2 (рис. 1), положение рукоятки на цифре 1 соответствует проектированию источника света на объектив, положение рукоятки на цифре 2 – проектированию источника света за щель на расстоянии 33 мм от нее. Для удобства работы имеются два сменных окуляра с различным увеличением. Окуляр с увеличением 20^{\times} применяется при изучении спектров, богатых линиями (стали и т. п.), окуляр с увеличением $13,5^{\times}$ – при анализе цветных металлов, сплавов.

Фотометрический клин помещен в плоскости изображения спектра и расположен вдоль спектральных линий в виде узкой полоски в центре поля зрения. Перемещение клина производится рукояткой 4 и отсчитывается по шкале, наблюдаемой в поле зрения.

В тех случаях, когда нужно работать без фотометрического клина, следует рукояткой 4 (рис. 1) вывести в поле зрения диафрагму, соответствующую установленному окуляру. Для этого необходимо против риски на фланце установить соответствующее обозначение ($13,5^{\times}$ или 20^{\times}) на рукоятке.

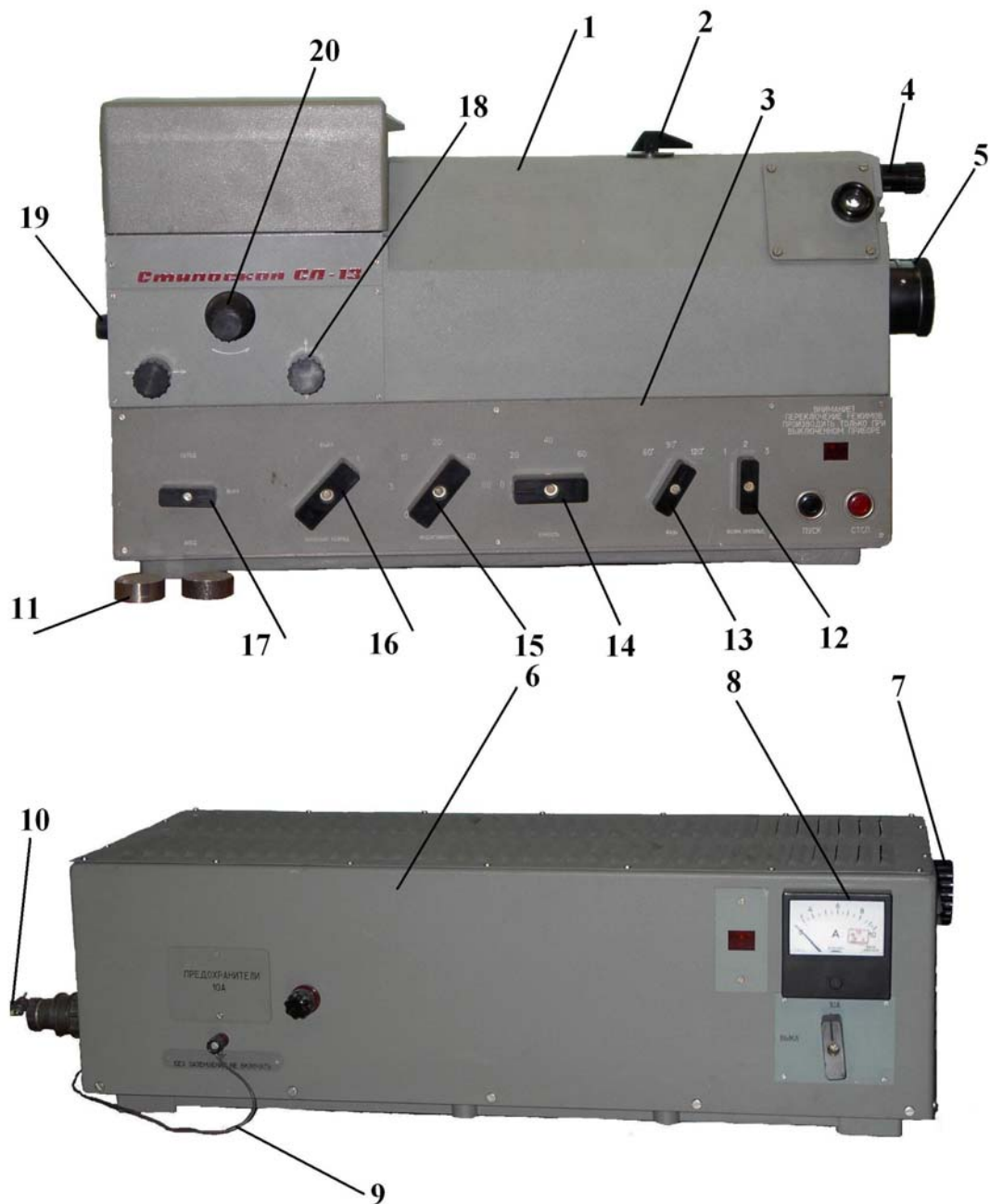


Рис. 1. Конструкция СЛ-13:

- 1 – корпус оптической головки; 2 – рукоятка регулировки интенсивности спектра;
 3 – корпус генератора; 4 – рукоятка установки фотометрического клина; 5 – лимб;
 6 – приставка; 7 – рукоятка изменения значений тока; 8 – амперметр;
 9 – соединительный шнур приставки с генератором; 10 – соединительный шнур с сетью;
 11 – съемные шаблоны; 12 – переключатель поджигающих импульсов;
 13 – переключатель значений фазы; 14 – переключатель значений емкости;
 15 – переключатель значений индуктивности; 16 – переключатель режимов дуги, искры, комбинированного разряда, униполярного разряда; 17 – переключатель полярности; 18 – рукоятка перемещения электрода по высоте; 19 – рукоятка перемещения электрода в направлении, перпендикулярном оптической оси; 20 – рукоятка вращения дискового электрода

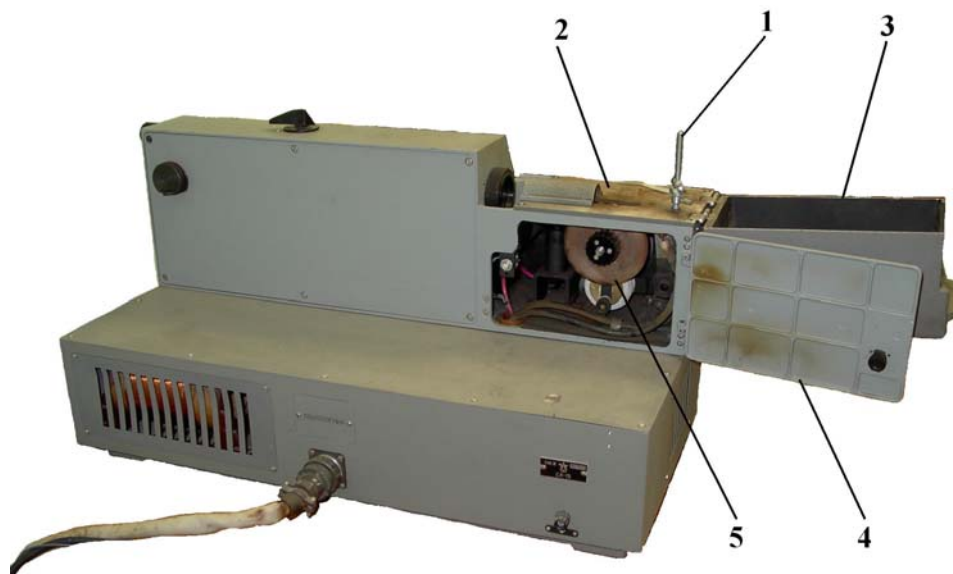


Рис. 2. Конструкция СЛ-13 (вид сзади):

*1 – держатель для крепления мелких деталей; 2 – столик для установки образцов;
3 – откидной кожух; 4 – крышка; 5 – дисковый электрод*

В левой части корпуса расположен кронштейн с держателем, в котором можно устанавливать дисковый электрод 5 (рис. 2) или цилиндрический электрод. Держатель электродов можно перемещать по высоте рукояткой 18 (рис. 1), в направлении, перпендикулярном к оптической оси, – рукояткой 19 и в случае применения дискового электрода вращать рукояткой 20.

В этой же части корпуса помещается разрядник. Вращением маховичка можно плавно менять величину промежутка, между дисками разрядника, добиваясь стабильного горения дуги или искры.

Для доступа к электроду имеется легко открывающаяся крышка 4 (рис. 2). Планка 2, закрывающая сверху левую часть корпуса, является столиком для установки образцов. На столик можно устанавливать образцы любой формы.

Для крепления мелких деталей служит держатель 1. Сверху столик закрывается кожухом 3, который можно откидывать влево при анализе больших деталей (рис. 2).

Расстояние между образцом и электродом устанавливается с помощью съемных шаблонов 11 (рис. 1), помещаемых вместо образца на столик. Электрод подводится к шаблону до упора. В качестве источника возбуждения спектра применяется специальный генератор. Напряжение от генератора к электроду подводится высоковольтным проводом через контакт на кронштейне держателя электрода, а к образцу, установленному на столике через заземленный корпус прибора. Оптическая головка соединяется с генератором жестко при помощи винтов и болтов.

Генератор представляет собой литой корпус 3 (рис. 1), в котором размещены силовой трансформатор, импульсный трансформатор, катушка индуктивности, блок сопротивлений, блок конденсаторов, переключатели. Все управление генератором вынесено на переднюю панель корпуса

Общий вид приставки 6 показан на рис. 1. В приставке размещены: реостат, трансформатор, амперметр, блок конденсаторов, пакетный переключатель, магнитный пускатель.

Приставка соединяется с генератором соединительным шнуром 10 (рис. 1).

В сеть включается при помощи соединительного шнура 9.

На задней крышке стилоскопа имеется откидное зеркало 6 для подсветки фотометрического клина при снятии отсчетов по его шкале в слабо освещенной фиолетовой области.

Питание изделия осуществляется от сети переменного тока напряжением 220 В 50 Гц. Включение прибора в электрическую сеть жилых домов категорически запрещается. Все переключения режимов производить после нажатия кнопки СТОП.

2.3. Описание принципиальной оптической схемы прибора

Оптическая схема изделия приведена на рис. 3. Свет от дугового или искрового разряда 1 с помощью трехлинзовой системы 2, 3, 5 и зеркал 6, 7 проектируется на дифракционную решетку 8, равномерно заполняя ее. Линза 3 осветительной системы – сменная. При ее замене на линзу 4 источник проектируется вблизи щели, создавая интенсивное ее освещение, обеспечивающее оптимальные условия анализа трудновозбудимых элементов в режиме искрового разряда.

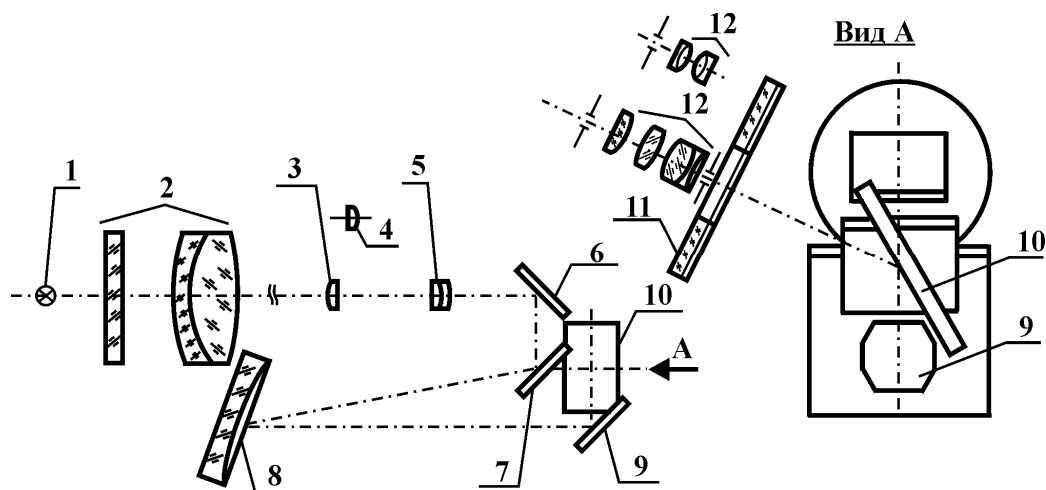


Рис. 3. Оптическая схема:

1 – разряд; 2, 3, 4, 5 – линзы; 6, 7 – зеркала; 8 – дифракционная решетка; 9, 10 – зеркала; 11 – плоскость фотометрического клина; 12 – окуляр

Дифракционная решетка выполняет роль фокусирующего и диспергирующего элемента. В изделии применена решетка с переменным шагом нарезки и криволинейными штрихами, что дает возможность скомпенсировать aberrации.

Сканирование спектра осуществляется вращением дифракционной решетки вокруг оси O на угол ψ в пределах $\psi_{390} = 13^{\circ}33'$ до $\psi_{470} = 24^{\circ}52'$ при одновременном перемещении вдоль биссектрисы угла отклонения.

Дифрагированное решеткой излучение зеркалами 9, 10 направляется в плоскость фотометрического клина 11, расположенного в фокальной плоскости окуляра 12.

2.4. Принципиальная электрическая схема и работа генератора

Принципиальная электрическая схема приведена в паспорте на прибор СЛ-13 [7].

Генератор к стилоскопу построен по принципу двойного питания и представляет собой низковольтный контур с управляемой фазой зажигания дуги переменного тока и низковольтной искры с помощью высоковольтных импульсов малой энергии.

Низковольтный контур обеспечивает энергией аналитический промежуток и осуществляет все режимы работ. Питается от сети 220 В, рассчитанной на мощность 2,2 кВт.

Схема питания и управления служит источником питания для генератора импульсов, а также для управления фазой поджига дуги и искры в аналитическом промежутке и количеством поджигающих импульсов за полупериод сетевого напряжения.

Генератор поджигающих импульсов (ГПИ) формирует высоковольтные импульсы малой энергии, выдает от 1 до 3 импульса за полупериод сетевого напряжения. Импульсы управляются по фазе ступенями через 30° от 60° до 120° .

Трансформатор поджигающих импульсов обеспечивает передачу высоковольтных импульсов в низковольтный контур. Является важным элементом схемы, так как от его свойств зависит осуществление жестких искровых режимов.

Аналитический промежуток представляет собой два электрода, между которыми осуществляется основной разряд. Один электрод является исследуемым образцом, он заземлен. Также в приборе имеется вспомогательный промежуток, который служит для стабилизации момента поджига в аналитическом промежутке.

Низковольтный разрядный контур питается переменным током от сети 220 В через разделительный трансформатор (приставка). Применение разделительного трансформатора 220/220 В позволяет отделить сеть

от низковольтного контура, в аналитическом промежутке которого возможны короткие замыкания и заземлить один конец источника» что необходимо в целях безопасности работы оператора.

Электрические параметры низковольтного контура имеют фиксированные значения и устанавливаются с помощью переключателей емкости и индуктивности. Возможность переключения емкости от 0 до 60 мкФ ступенями через 20 мкФ и индуктивности 0, 3, 10, 20, 40, 60 мкВ обеспечивает плавный переход от режима дуги к режиму искры и наоборот.

С помощью переключателя 17 (рис. 1) осуществляются следующие коммутации:

- отключение диодов – положение ВЫКЛ
- изменение полярности включения диодов – положение АНОД соответствует такое включение диодов, которое обеспечивает условное направление тока от исследуемого образца к постоянному электроду в штативе; положению КАТОД соответствует направление тока от постоянного электрода к исследуемому образцу.

Для управления моментом подачи поджигающих импульсов относительно сетевого напряжения применен фазовращающий мост. Составлен мост из обмотки трансформатора (генератор) со средней точкой, емкости и набора резисторов соответствующих фиксированным значениям фаз 60, 90, 120°. С помощью резисторов, конструктивно расположенных в блоке генератора, изменяют число поджигающих импульсов от одного до трех.

Схема поджига основных разрядов обеспечивает формирование поджигающих импульсов, поступающих на аналитический промежуток. Работа блока генератора стилоскопа основана на схеме, предложенной Н.С. Свентицким [1, 3]. Принцип работы схемы и осциллограммы, объясняющие работу генератора с управляемым разрядом в аналитическом промежутке, приведены в паспорте на прибор.

Необходимо отметить, что исходя из специфики разряда конденсаторов низковольтного контура в режиме низковольтной искры, устойчивая регулировка по фазе удается только при одном импульсе за полупериод. При работе с двумя и тремя импульсами фазу поджига следует устанавливать 90°. В режиме дуги, подожженной одним импульсом, она горит до конца полупериода, когда напряжение проходит через нулевое значение, поэтому в режиме дуги всегда достаточно одного поджигающего импульса. Дуга горит устойчиво при фазах поджига 60, 90, 120°.

3. Подготовка к работе

По шаблону выставляют расстояние от электрода до образца. На столлик помещают анализируемый образец, поверхность которого должна

быть очищена от следов краски, окалины и всякого рода пороков. Поверхность образца должна быть расположена на уровне поверхности стола так, чтобы она перекрывала отверстие в столе. По мере обгорания электрод необходимо зачищать напильником или срезать на токарном станке.

После того, как установлен по шаблону сменный электрод, анализируемый образец помещен на столик, зажигают дугу или искру в зависимости от аналитической задачи.

Для получения **режима дуги** необходимо переключатель 13 (рис. 1) поставить в положение, соответствующее выбранному значению фазы (60° , 90° , 120°); переключатель 12 поставить в положение, соответствующее, одному поджигающему импульсу; переключатель 14 – в положение 0, переключатель 16 – в положение II, переключатель 17 – в положение ВЫКЛ, переключатель 15 – в положение, соответствующее выбранному значению индуктивности (0, 3, 10, 20, 40, 60 мкГн). Ток можно изменять от 1 до 10 А о помощью рукоятки 7 приставки в зависимости от спектроаналитической задачи. При этом необходимо следить за показанием амперметра 8.

При включении генератора в сеть сопротивление реостата выставить наибольшим и добиваться необходимого значения тока, уменьшая сопротивления реостата.

Для получения **режима искры** необходимо: переключатель 13 (рис. 1) поставить в положение 90° , переключатель 12 – в положение 1, 2, 3 в зависимости от спектроаналитической задачи, переключатель 14 – в положение 20, 40, 60 мкФ (в зависимости от аналитической задачи), переключатель 16 – в положение II, переключатель 15 – в положение 0, 3, 10, 20, 40, 60 мкГн (в зависимости от аналитической задачи).

При работе следует иметь в виду, что с увеличением емкости и уменьшением индуктивности жесткость разряда увеличивается. Кроме того, с увеличением емкости необходимо увеличивать зарядные токи, в противном случае конденсаторы не будут успевать заряжаться, и разряд будет происходить при меньшем напряжении. Однако в любом случае показания амперметра не должны превышать 10 А.

Для получения **режима комбинированного разряда** необходимо: переключатели 12, 13, 14, 15 (рис. 1) поставить положение, соответствующее режиму искры, при этом устойчивая работа получается при фазе поджига 90° и одном поджигающем импульсе; переключатель 16 – в положение I, переключатель 17 – в положение ВЫКЛ.

Для получения **униполярных режимов** необходимо подключать диоды. Положение переключателей при этом следующее:

- режим униполярной дуги: положение переключателей 12, 13, 14, 15 – как в режиме дуги, переключатель 16 – в положение ВЫКЛ, пе-

реключатель 17 – в положение КАТОД или АНОД (в зависимости от аналитической задачи);

- режим униполярной искры: положение переключателей 12, 13, 14, 15 – как в режиме искры, переключатель 16 – в положение ВЫКЛ, переключатель 17 – в положение КАТОД или АНОД;
- режим униполярного комбинированного разряда: положение переключателей 12, 13, 14, 15, 16 – как в режиме комбинированного разряда. Переключатель 17 – в положении КАТОД или АНОД (в зависимости от аналитической задачи).

Все режимы работ осуществляются с помощью простых переключений. Наблюдая в окуляр прибора, маховичком 5 (рис. 1) выводят на середину поля зрения требуемую область спектра. Установкой окуляра добиваются максимальной резкости спектральных линий, после чего приступают к оценке содержания элементов в анализируемом образце. Каждому химическому элементу соответствуют определенные линии спектра излучения. Следовательно, присутствие в спектре линий данного элемента указывает на наличие его в анализируемом образце. По яркости спектральных линий можно судить о количестве вещества в анализируемом образце: чем больше содержится примесей тем интенсивней линии их спектра.

Однако спектральные линии примеси нельзя наблюдать изолированно от других линий спектра, так как интенсивности линий зависят не только от содержания примесей в образце, но и от условий возбуждения спектра: кроме того, довольно трудно судить об интенсивности отдельной линии не сравнивая ее с другой. Интенсивность спектральной линии оценивают путем сравнения ее с другими спектральными линиями, интенсивность которых известна и принята за условную единицу.

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.

При переходе к работе с фотометрическим клином следует установить аналитическую линию примеси против места, закрытого клином, а линию сравнения вне его и, смещая клин, уравнивать интенсивности обеих линий.

Процент пропускания клина отсчитывается по шкале, расположенной в поле зрения окуляра.

Результат анализа дается на основании среднего значения из пяти отсчетов по шкале фотометрического клина. Благодаря малой ширине клин позволяет ослабить интенсивность любой линии спектра, не меняя интенсивности остальных линий.

Перед анализом надо построить градуировочную кривую по нескольким эталонам. По оси абсцисс откладывают деления шкалы клина,

по оси ординат – концентрация примесей в эталонах. Анализ рекомендуется начинать с пробных измерений двух-трех эталонов.

Открывать кожух 3 (рис. 2) штатива и менять образцы на столике стилоскопа можно только при выключенном приборе.

Режим работы генератора повторно-кратковременный: – после трех минут непрерывной работы необходимо нажатием кнопки СТОП выключить прибор не менее, чем на одну минуту.

Проведение работы

1. Произвести настройку прибора в режиме дугового разряда.
2. В качестве анализируемого образца использовать сплав на основе железа, без дополнительных примесей легирующих элементов.
3. Наблюдать в окуляре стилоскопа спектр Fe, перемещаясь вдоль видимого диапазона длин волн от красной области до фиолетовой. Исследовать характерные линии для различных участков спектра.

Контрольные вопросы

1. Какие основные части включает в себя конструкция стилоскопа СЛ-13?
2. Какой оптический элемент используется в стилоскопе для разложения света в спектр?
3. Какие значения фазы поджига имеются в приборе и на что они влияют?
4. Какую ручку на передней панели блока генератора обязательно необходимо установить в положение, отличное от нулевого, для осуществления режима «искры»?
5. Что означает понятие «повторно-кратковременный режим работы генератора»?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

Определение ванадия (V) и хрома (Cr) в сталях и сплавах

Цель работы

Определить процентное содержание легирующих элементов V, Cr в анализируемых образцах.

Рабочее задание

1. Произвести настройку прибора СЛ-13 в режиме дугового разряда.
2. Произвести подготовительные операции поверхности контролируемого образца перед проведением контроля.

Используемое оборудование

1. Стилоскоп СЛ-13.
2. Комплект стандартных образцов легированных сталей № 754.
3. Стандартный образец из стали марки типа Ст3.

1. Подготовка изделий и стандартных электродов к анализу

Для проведения анализа с помощью стилоскопа на изделия (образце) выбирается по возможности плоский, гладкий участок и на нем зачищается площадка размером 2×2 см. Окалина, антикоррозионные покрытия, следы краски, всевозможные поверхностные загрязнения, а также поры, шлаковые включения, трещины, раковины, шероховатости и прочие пороки на поверхности анализируемого образца удаляются зачисткой абразивным кругом. Окончательная обработка поверхности аналитической площадки производится напильником. Если изделие подвергалось обработке, вызвавшей изменение химического состава в поверхностном слое (химико-термическая обработка, травление и др.), то такой слой также обязательно снимается.

Масса анализируемого образца должна быть не менее 50 г, иначе может произойти усиленное поступление пробы в плазму разряда, что приведет к преувеличенному представлению о содержании элементов в анализируемом изделии (образце).

Чтобы избежать переноса вещества от предыдущей анализируемой пробы на последующую, инструмент, используемый для зачистки, должен очищаться после каждого его применения.

2. Методика анализа

Качественный и полуколичественный спектральный анализ производится в соответствии с рисунками различных областей спектра, приведенными в Приложении 2, где графически изображены спектральные линии элементов, определяемых в стали с применением медного постоянного электрода. К каждому рисунку приводятся спектроскопические оценки и соответствующие им процентные содержания определяемого элемента. Спектральные линии, видимые в стилоскопе, различаются по яркости, степени размытости и расположению. Наиболее яркие спектральные линии на рисунках условно сделаны более широкими, менее яркие соответственно более узкими. Все линии на рисунках обозначены символом химических элементов перед общепринятой нумерацией групп. Например, V1 означает ванадий по группе «1».

При проведении анализа для многих элементов используются несколько групп аналитических линий, расположенных в различных областях спектра. Как правило, каждая группа линий оказывается пригодной при оценке содержания элемента лишь в определенном интервале концентраций. Те спектральные линии, по которым производится анализ, снабжены цифровыми обозначениями перед химическими символами. Цифрой «1» отмечается основная линия искомого элемента. Эта линия показана в центре рисунка под указателем. Длины волн определяемых элементов и элементов сравнения приведены в Приложении 1. До половины высоты спектра изображены линии групп других элементов, которые могут быть видимы на данном участке спектра.

При проведении анализа могут быть следующие соотношения интенсивности линий определяемого элемента и линий основы [10]:

- если линия определяемого элемента и линия сравнения равны по интенсивности, то оценка интенсивности обозначается знаком равенства «=», например $1=2$;
- если линия определяемого элемента слабее или сильнее по интенсивности линий сравнения, то оценка обозначается знаками «<» или «>», например $1<2$ или $1>2$;
- если линия определяемого элемента значительно слабее по интенсивности или значительно сильнее линий сравнения, то оценка обозначается знаками: «<<» или «>>@», например $1<<2$ или $1>>2$.

Картина спектра, наблюдаемая в окуляре стилоскопа, может не иметь полного сходства с изображением рассматриваемой области спектра на рисунке, несмотря на почти равные увеличения. Всегда имеются некоторые различия из-за дополнительного появления спектральных линий случайных примесей. Поэтому навыки в анализе надо приобретать

не по рисункам, а обязательно при наблюдении спектров, видимых в окуляре стилоскопа, на образцах с известным химическим составом.

Оценку интенсивности сравниваемых линий большинства элементов следует начинать спустя 30...40 сек. после включения дуги. В течение этого времени, называемого временем обжига, выгорают загрязнения и стабилизируются условия испарения вещества электродов. Допустимое время горения дуги на одном участке поверхности изделия не должно превышать 2 мин, после чего дугу надо выключать. При необходимости анализ возобновляется на вновь подготовленном участке поверхности зачищенным электродом.

Для лучшей ориентации в спектре в Приложении 1 показана область спектра в диапазоне длин волн 3950...6400 Å. Там же указаны границы основных цветов спектра. В соответствии с длиной волны схематически изображены линии аналитических групп элементов. Линии этих групп расположены таким же образом, как при наблюдении в стилоскопе, т. е. длины волн возрастают слева направо.

Анализ выполняется в следующем порядке:

- зачищается электрод и изделие;
- межэлектродный промежуток устанавливается величиной 1...3 мм и зажигается дуга;
- руководствуясь приведенными указаниями, оператор отыскивает нужную группу линий и производит оценку содержания искомых элементов, записывая результаты анализа в журнал (блокнот) по заранее подготовленной форме.

3. Определение элементов

3.1. Определение ванадия

Ведется по трем группам линий: V1, V3, V4. Группа V1 расположена в темно-синей области спектра. Группа V3 – в светло-голубой и группа V4 – в оранжевой.

Предел определяемого содержания по группе V1 от 0,15 до 0,5 %, по группе V3 от 0,8 до 2,5 %. По группе V4 устанавливается только наличие ванадия, если его содержание превышает 0,1 %.

Таблица 1

Определение V по группе V1

Содержание ванадия, %	Интенсивность линий
0,15	1=4
0,30	2=4
0,50	3=4

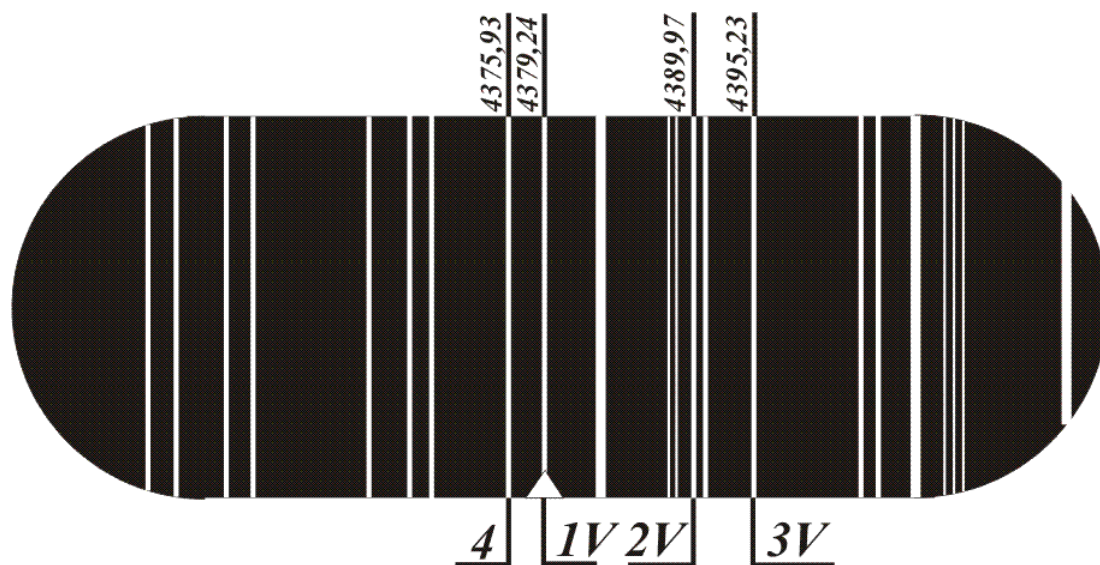


Рис. 1. Группа VI

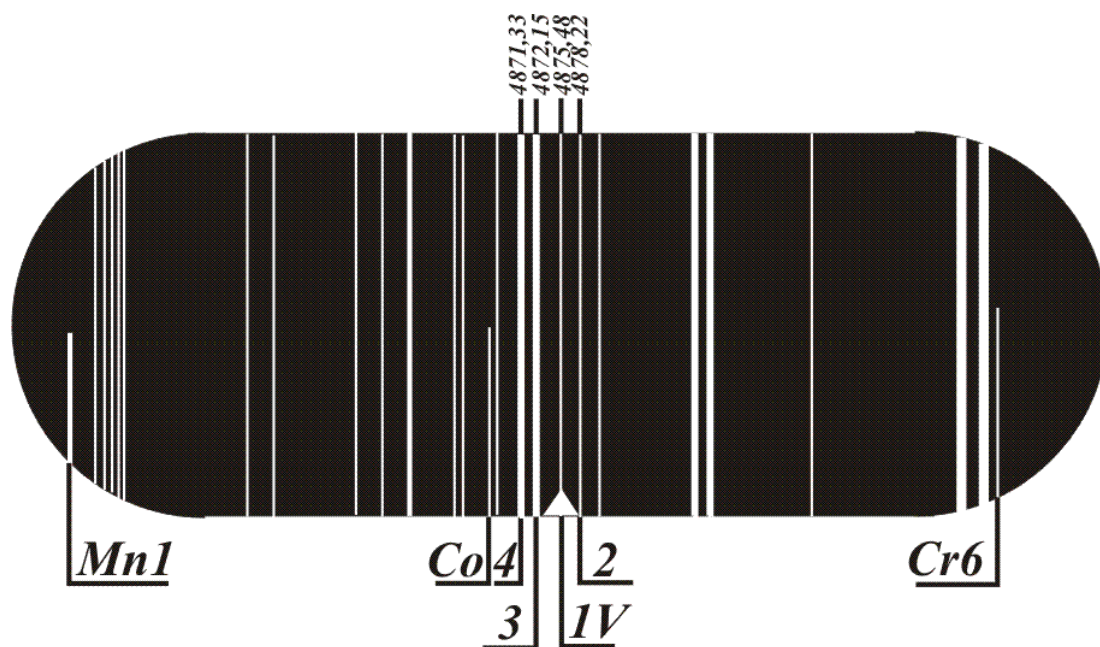


Рис. 2. Группа V3

Таблица 2

Определение V по группе V3

Содержание ванадия, %	Интенсивность линий
0,8	1=2
1,5	1=3
2,5	1=4

Линия «1V» группы V4 надежно выявляется при концентрации V свыше 0,1 %.

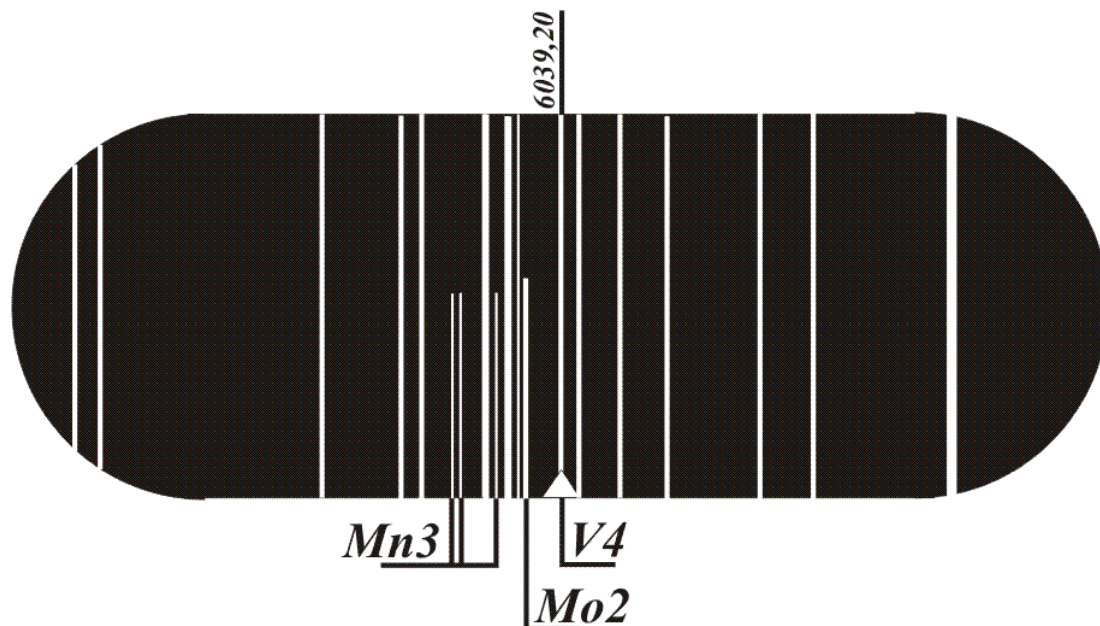


Рис. 3. Группа V4

3.2. Определение хрома

Хром анализируется по четырем группам линий: Cr1, Cr4, Cr6 и Cr7. Группы Cr4 и Cr7 могут рассматриваться одновременно в светло-зеленой области спектра. Группа Cr1 расположена в зеленой и группа Cr6 – в светло-голубой области спектра. Группа Cr6 легко опознается по трем ярко-голубым двойным линиям железа, отчетливо видимых слева от группы; справа от двойных линий – линия хрома.



Рис. 4. Группа Cr1

Определение Cr по группе Cr1

Содержание хрома, %	Интенсивность линий
0,05	1=4
0,1	1<3
0,2	1>3

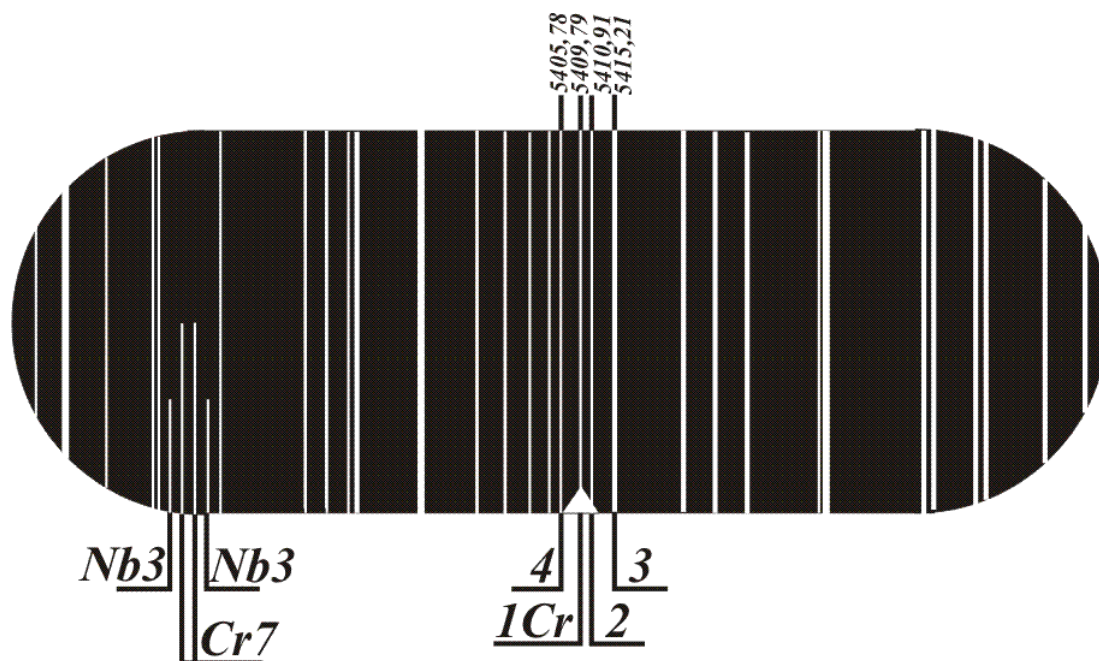


Рис. 5. Группа Cr4

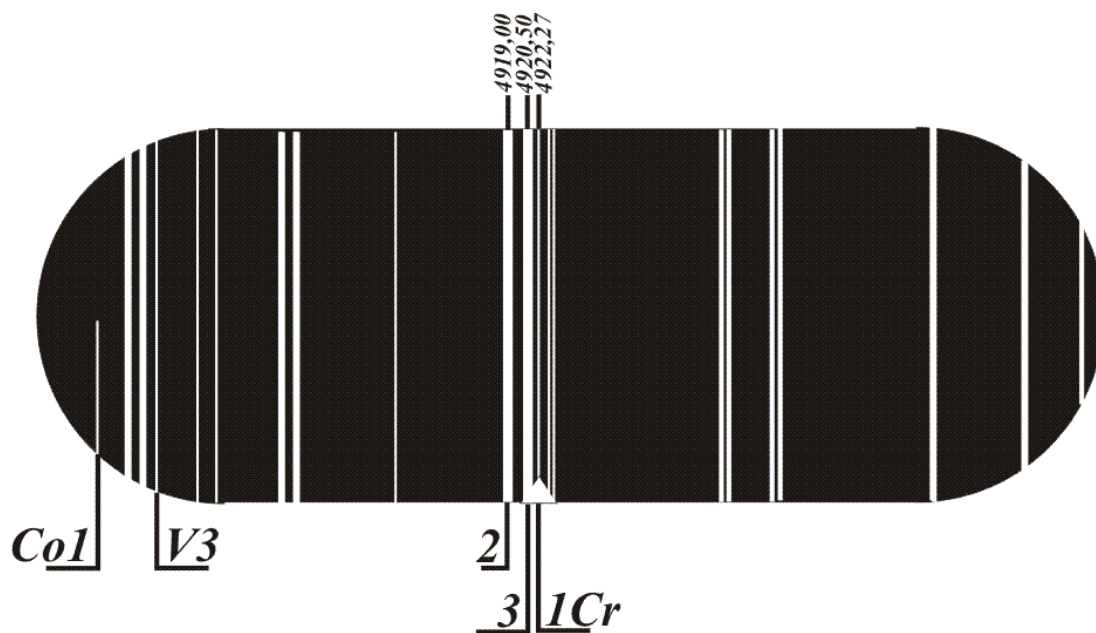


Рис. 6. Группа Cr6

Таблица 4

Определение Cr по группе Cr4

Содержание хрома, %	Интенсивность линий
1,0	1=2
2,5	1=3
5,0	1 \geq 4

Таблица 5

Определение Cr по группе Cr6

Содержание хрома, %	Интенсивность линий
10	1 \leq 2
15	1=2
20	1>2; 1<3
30	1=3

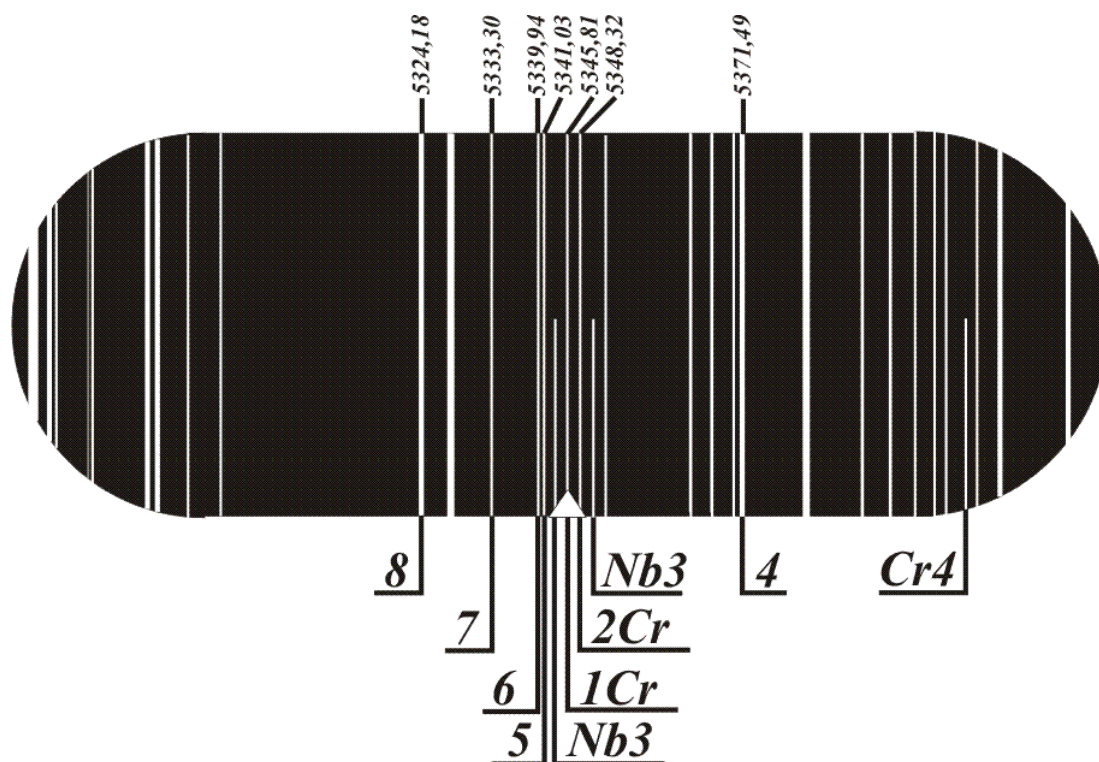


Рис. 7. Группа Cr7

Таблица 6

Определение Cr по группе Cr7

Содержание хрома, %	Интенсивность линий
0,3	1=7
0,7	2=7
1,0	1=6; 2 \geq 7

Окончание табл. 6

Содержание хрома, %	Интенсивность линий
1,5	1<5; 1≥6; 2>7
2,5	2=6
5	1≥8; 2=5
10	1=4; 2=8
20	1>4; 2≤4
30	1>4; 2≥4

Таблица 7

Указания по анализу хрома

Обозначение группы	Предел определяемого содержания, %	Условия применения группы
Cr1	0,05...0,2	Для уточнения содержания хрома менее 0,3 %
Cr4	1...5	При предполагаемом содержании хрома в пробе от 1 до 5 %
Cr6	10...30	При предполагаемом содержании хрома в пробе более 10 %
Cr7	0,3...30	Для уточнения содержания хрома менее 2,5 %

Проведение работы

1. Включить стилоскоп в режиме дугового разряда.
2. Используя образец чистого нелегированного железа отыскать нужные группы линий, где предполагается обнаружить элементы примесей ванадия и хрома.
3. Сменить используемый образец на образец из комплекта легированных сталей. При этом окуляре стилоскопа будет наблюдаться спектр, с искомыми линиями легирующих элементов ванадия и хрома.
4. Произвести оценку процентного содержания легирующих элементов предложенных образцов, с использованием линий сравнения (железа). Полученные результаты в ходе анализа занести в табл. 8.

Таблица 8

№ п/п	Номер образца	Содержание элементов, %	
		V	Cr
1			
2			

Оформить отчет по полученным результатам.

Контрольные вопросы

1. Какого размера должна быть зачищена площадка для проведения контроля стилоскопированием?
2. Что означает запись $1V3=4$?
3. Сколько групп линий используется при определении хрома?
4. Какое количество линий ванадия расположено в группе V1?
5. Какой должна быть масса анализируемого образца?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

Определение молибдена (Mo) и марганца (Mn) в сталях и сплавах

Цель работы

Определить процентное содержание легирующих элементов Mo, Mn в анализируемых образцах.

Рабочее задание

1. Произвести настройку прибора СЛ-13 в режиме дугового разряда.
2. Произвести подготовительные операции поверхности контролируемого образца перед проведением контроля.

Используемое оборудование

1. Стилоскоп СЛ-13.
2. Комплект стандартных образцов легированных сталей № 754.
3. Стандартный образец из стали марки типа Ст3.

1. Подготовка изделий и стандартных электродов к анализу

Для проведения анализа с помощью стилоскопа на изделия (образце) выбирается по возможности плоский, гладкий участок и на нем зачищается площадка размером 2×2 см. Окалина, антикоррозионные покрытия, следы краски, всевозможные поверхностные загрязнения, а также поры, шлаковые включения, трещины, раковины, шероховатости и прочие пороки на поверхности анализируемого образца удаляются зачисткой абразивным кругом. Окончательная обработка поверхности аналитической площадки производится напильником. Если изделие подвергалось обработке, вызвавшей изменение химического состава в поверхностном слое (химико-термическая обработка, травление и др.), то такой слой также обязательно снимается.

Масса анализируемого образца должна быть не менее 50 г, иначе может произойти усиленное поступление пробы в плазму разряда, что приведет к преувеличенному представлению о содержании элементов в анализируемом изделии (образце).

Чтобы избежать переноса вещества от предыдущей анализируемой пробы на последующую, инструмент, используемый для зачистки, должен очищаться после каждого его применения.

2. Методика анализа

Качественный и полуколичественный спектральный анализ производится в соответствии с рисунками различных областей спектра, приведенными в Приложении 2, где графически изображены спектральные линии элементов, определяемых в стали с применением медного постоянного электрода. К каждому рисунку приводятся спектроскопические оценки и соответствующие им процентные содержания определяемого элемента. Спектральные линии, видимые в стилоскопе, различаются по яркости, степени размытости и расположению. Наиболее яркие спектральные линии на рисунках условно сделаны более широкими, менее яркие соответственно более узкими. Все линии на рисунках обозначены символом химических элементов перед общепринятой нумерацией групп. Например, V1 означает ванадий по группе «1».

При проведении анализа для многих элементов используются несколько групп аналитических линий, расположенных в различных областях спектра. Как правило, каждая группа линий оказывается пригодной при оценке содержания элемента лишь в определенном интервале концентраций. Те спектральные линии, по которым производится анализ, снабжены цифровыми обозначениями перед химическими символами. Цифрой «1» отмечается основная линия искомого элемента. Эта линия показана в центре рисунка под указателем. Длины волн определяемых элементов и элементов сравнения приведены в Приложении 1. До половины высоты спектра изображены линии групп других элементов, которые могут быть видны на данном участке спектра.

При проведении анализа могут быть следующие соотношения интенсивности линий определяемого элемента и линий основы:

- если линия определяемого элемента и линия сравнения равны по интенсивности, то оценка интенсивности обозначается знаком равенства «=», например $1=2$;
- если линия определяемого элемента слабее или сильнее по интенсивности линий сравнения, то оценка обозначается знаками «<» или «>», например $1<2$ или $1>2$;
- если линия определяемого элемента значительно слабее по интенсивности или значительно сильнее линий сравнения, то оценка обозначается знаками: «<<» или «>>», например $1<<2$ или $1>>2$.

Картина спектра, наблюдаемая в окуляре стилоскопа, может не иметь полного сходства с изображением рассматриваемой области спектра на рисунке, несмотря на почти равные увеличения. Всегда имеются некоторые различия из-за дополнительного появления спектральных линий случайных примесей. Поэтому навыки в анализе надо приобретать не по ри-

сункам, а обязательно при наблюдении спектров, видимых в окуляре стилоскопа, на образцах с известным химическим составом.

Оценку интенсивности сравниваемых линий большинства элементов следует начинать спустя 30...40 сек. после включения дуги. В течение этого времени, называемого временем обжига, выгорают загрязнения и стабилизируются условия испарения вещества электродов. Допустимое время горения дуги на одном участке поверхности изделия не должно превышать 2 мин, после чего дугу надо выключать. При необходимости анализ возобновляется на вновь подготовленном участке поверхности зачищенным электродом.

Для лучшей ориентации в спектре в Приложении 1 показана область спектра в диапазоне длин волн 3950...6400 Å. Там же указаны границы основных цветов спектра. В соответствии с длиной волны схематически изображены линии аналитических групп элементов. Линии этих групп расположены таким же образом, как при наблюдении в стилоскопе, т. е. длины волн возрастают слева направо.

Анализ выполняется в следующем порядке:

- зачищается электрод и изделие;
- межэлектродный промежуток устанавливается величиной 1...3 мм и зажигается дуга;
- руководствуясь приведенными указаниями, оператор отыскивает нужную группу линий и производит оценку содержания искомых элементов, записывая результаты анализа в журнал (блокнот) по заранее подготовленной форме.

3. Определение элементов

3.1. Определение молибдена

Производится по двум группам линий: Mo1, Mo2. Группа Mo1 находится в желто-зеленой области спектра, на участке двух характерных тройных линий железа, группа Mo2 – в оранжевой. Предел определяемого содержания по группе Mo1 от 0,15 до 1,2 % и по группе Mo2 от 0,25 до 2 %.

Таблица 1

Определение Mo по группе Mo1

Содержание молибдена, %	Интенсивность линий
до 0,15	1 ≤ 3
0,15...0,30	1=4; 2 ≤ 7
0,30...0,60	1 ≤ 6; 2 ≤ 8
0,60...1,2	1 ≤ 5; 2=6
более 1,2	1 > 5; 2 ≤ 6

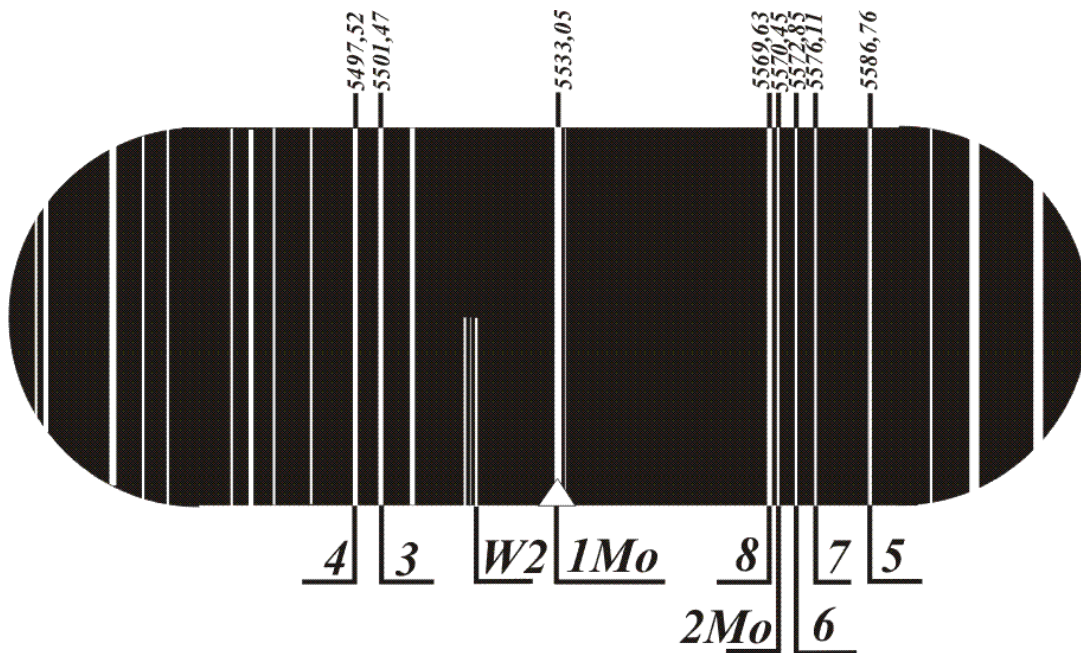


Рис. 1. Группа Mo1

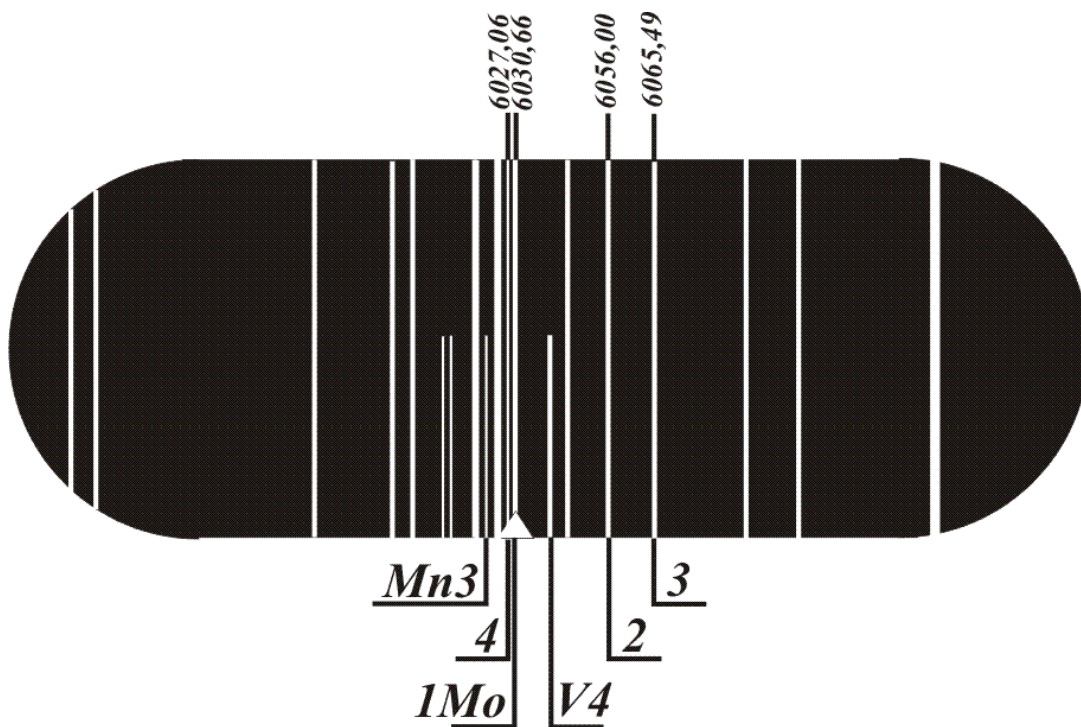


Рис. 2. Группа Mo2

При наличии пульсации интенсивности линий молибдена оценка ведется в момент максимума интенсивности.

3.2. Определение марганца

Определение марганца производится по двум группам линий: Mn1 и Mn3.

Таблица 2

Определение Mo по группе Mo2

Содержание молибдена, %	Интенсивность линий
0,25	1=4
0,30	1>2; 1<3
0,70	1=3
2,0	1>3

Группа Mn1 расположена в голубой области спектра, левее трех ярко-голубых двойных линий железа, группа Mn3 в оранжевой области.

Предел определяемого содержания по группе Mn1 0,3 до 4 %, по группе Mn3 от 0,4 до 1 %. Группа Mn1 используется при содержании хрома в пробе менее 3 %.

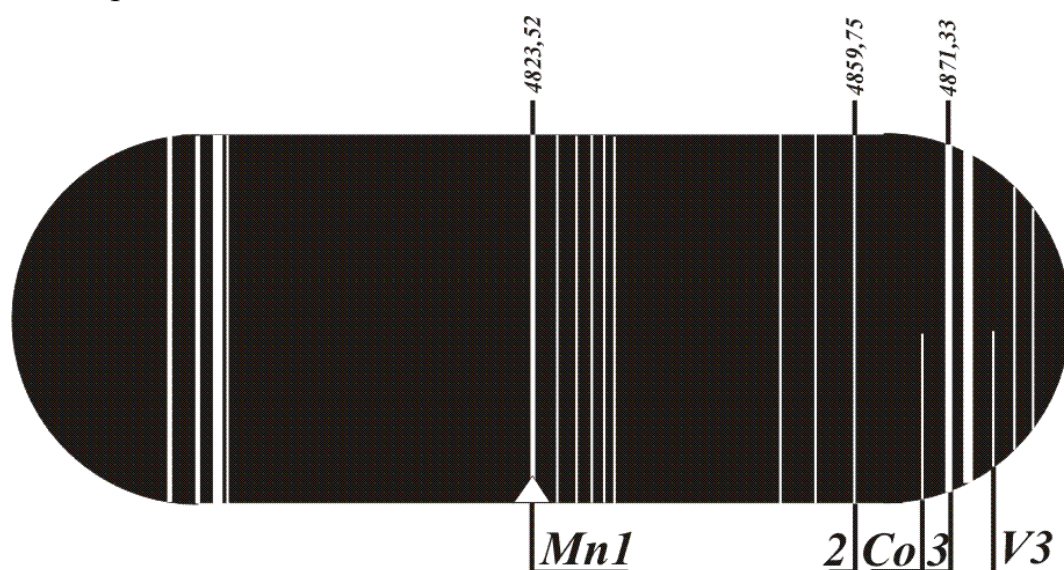


Рис. 3. Группа Mn1

Таблица 3

Определение Mn по группе Mn1

Содержание марганца, %	Интенсивность линий
0,3...0,5	1<2
0,6...0,7	1=2
1,0...2,0	1>2
3,0...4,0	1=3

Таблица 4

Определение Mn по группе Mn3

Содержание марганца, %	Интенсивность линий
0,4	2<4
0,7	2>4; 1<3
1,0	1=3

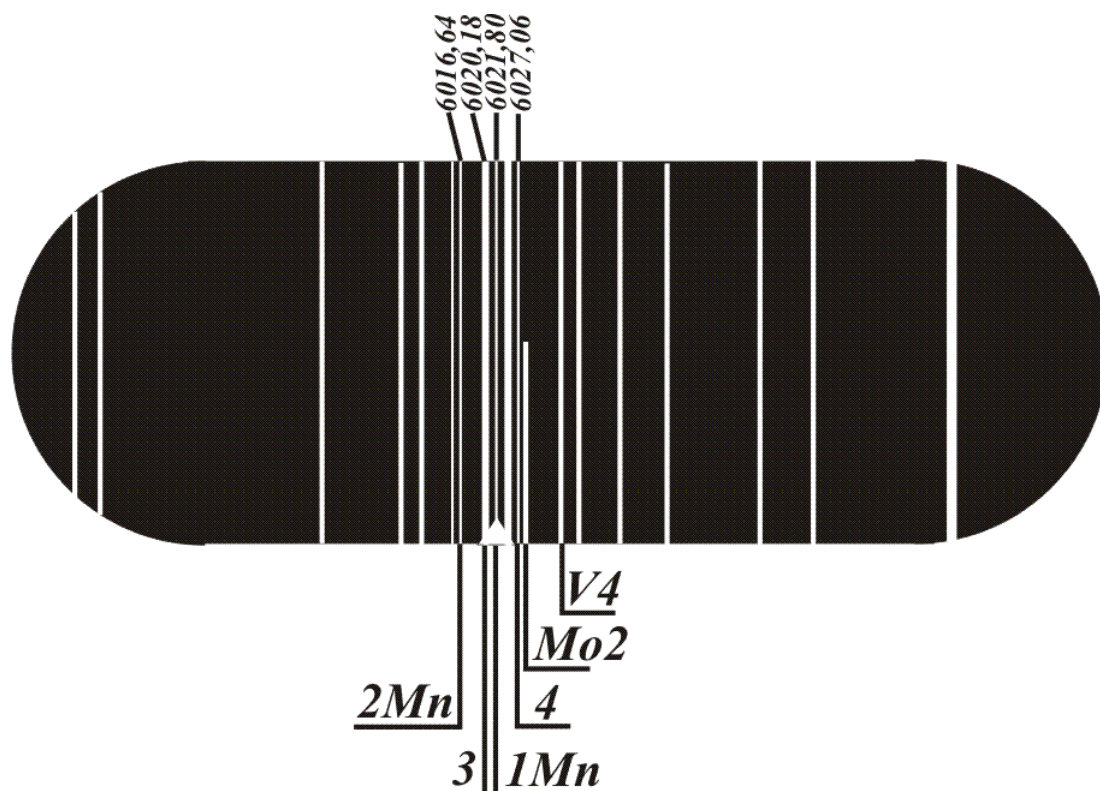


Рис. 4. Группа Mn3

Проведение работы

1. Включить стилоскоп в режиме дугового разряда.
2. Используя образец чистого нелегированного железа отыскать нужные группы линий, где предполагается обнаружить элементы примесей молибдена и марганца.
3. Сменить используемый образец на образец из комплекта легированных сталей. При этом окуляре стилоскопа будет наблюдаться спектр, с искомыми линиями легирующих элементов молибдена и марганца.
4. Произвести оценку процентного содержания легирующих элементов предложенных образцов, с использованием линий сравнения (железа). Полученные результаты в ходе анализа занести в табл. 5.

Таблица 5

№ п/п	Номер образца	Содержание элементов, %	
		Mo	Mn
1			
2			

Оформить отчет по полученным результатам.

Контрольные вопросы

1. Через какой промежуток времени после включения дуги рекомендуется производить оценку интенсивности большинства сравниваемых линий элементов?
2. Что означает запись Mn1?
3. Сколько групп линий используется при определении молибдена?
4. Какую группу линий марганца необходимо использовать при стилокопировании, если содержание марганца в исследуемом образце 3,0...4,0 %?
5. Какого размера должен быть межэлектродный промежуток в стилоскопе при проведении анализа?

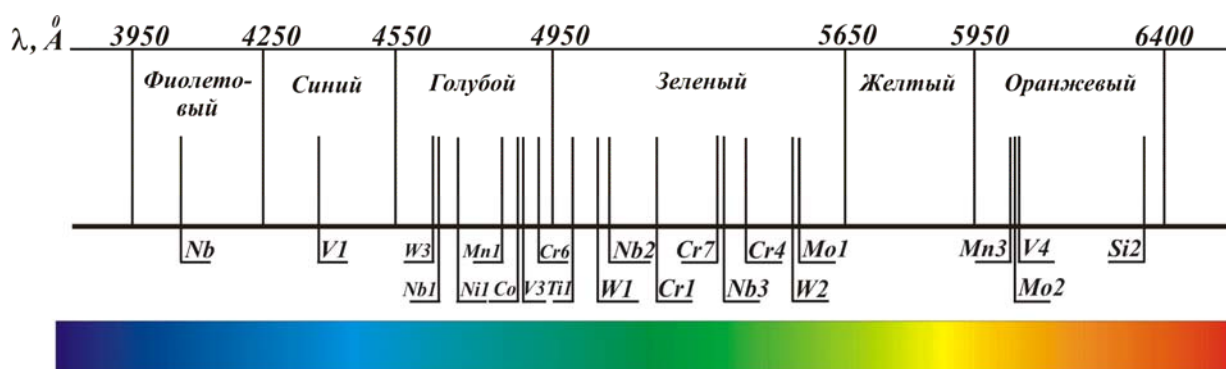
ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Группы аналитических спектральных линий с условными обозначениями

Группы линий	Линии определяемых элементов		Линии сравнения (железа)	
	Условное обозначение линий	Длина волн, Å	Условное обозначение линий	Длина волн, Å
V ₁	1	4379,24	4	4375,93
	2	4389,97		
	3	4395,23		
V ₃	1	4875,48	2	4878,22
			3	4872,15
			4	4871,33
V ₄	1	6039,20	—	—
Cr ₁	1	5204,52	3	5202,34
	1	5206,04		
	2	5208,44		
Cr ₄	1	5409,79	2	5410,91
			3	5415,21
			4	5405,78
Cr ₆	1	4922,27	2	4919,00
			3	4920,50
Cr ₇	1	5345,81	4	5371,49
			5	5341,03
			6	5339,94
			7	5333,30
			8	5324,18
Mo ₁	1	5533,05	3	5501,47
			4	5497,52
			5	5586,76
			6	5572,85
			7	5576,11
Mo ₂	2	5570,45	8	5569,63
			2	6056,00
			3	6065,49
			4	6027,06
			Ni ₁	1
3	4709,10			
4	4707,28			
Ni ₂	1	5080,52	2	5079,24

Группы линий	Линии определяемых элементов		Линии сравнения (железа)	
	Условное обозначение линий	Длина волн, Å	Условное обозначение линий	Длина волн, Å
Ti ₁	1	4999,51	3	4994,13
	2	4991,07	4	5001,87
			5	5006,13
W ₁	1	5053,30	3	5051,64
	2	5054,61	4	5049,83
W ₂	1	5514,70	2	5501,47
			3	5497,52
W ₃	1	4659,87	3	4673,17
			4	4654,50
Mn ₁	1	4823,52	2	4859,75
			3	4871,33
Mn ₃	1	6021,80	3	6020,18
	2	6016,64	4	6027,06
Nb ₁	1	4672,10	3	4673,17
	2	4675,37	4	4678,85
Nb ₂	1	4058,94	—	—
Nb ₃	1	5344,17	—	—
	2	5351,04	—	—
Co	1	4867,88	2	4878,22
Si ₂	1 2	6347,01 6371,09	3	6408,03
			4	6421,36
			5	6411,66
			6	6393,61
			7	6400,02

Область спектра в диапазоне длин волн 3950...6400 Å



ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Определение элементов

1. Определение ванадия

Ведется по трем группам линий: V1, V3, V4. Группа V1 расположена в темно-синей области спектра. Группа V3 – в светло-голубой и группа V4 – в оранжевой.

Предел определяемого содержания по группе V1 от 0,15 до 0,5 %, по группе V3 от 0,8 до 2,5 %. По группе V4 устанавливается только наличие ванадия, если его содержание превышает 0,1 %.

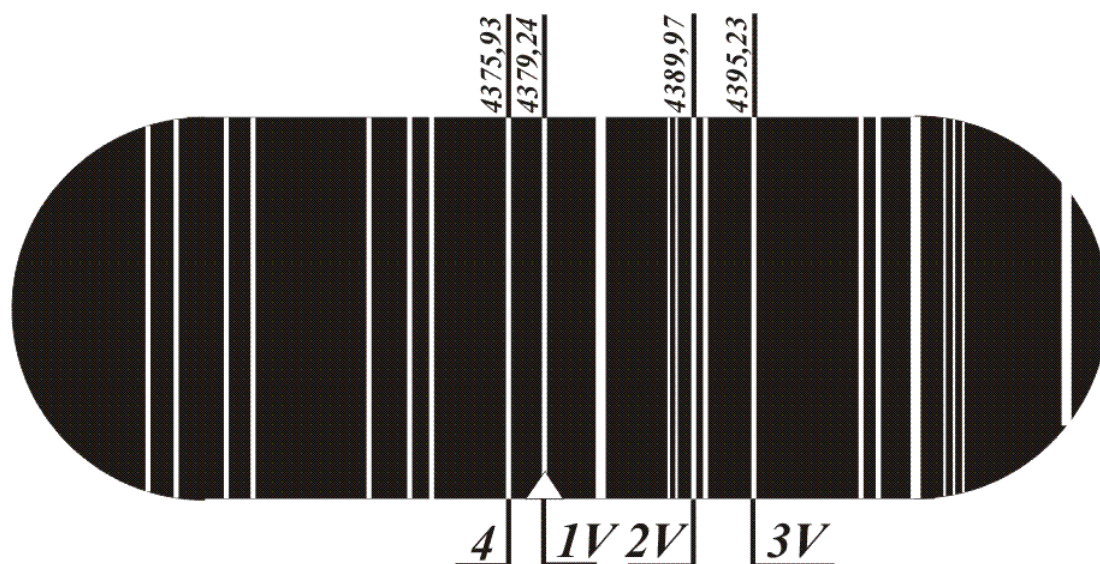


Рис. 1. Группа V1

Таблица 1

Определение V по группе V1

Содержание ванадия, %	Интенсивность линий
0,15	1=4
0,30	2=4
0,50	3=4

Таблица 2

Определение V по группе V3

Содержание ванадия, %	Интенсивность линий
0,8	1=2
1,5	1=3
2,5	1=4

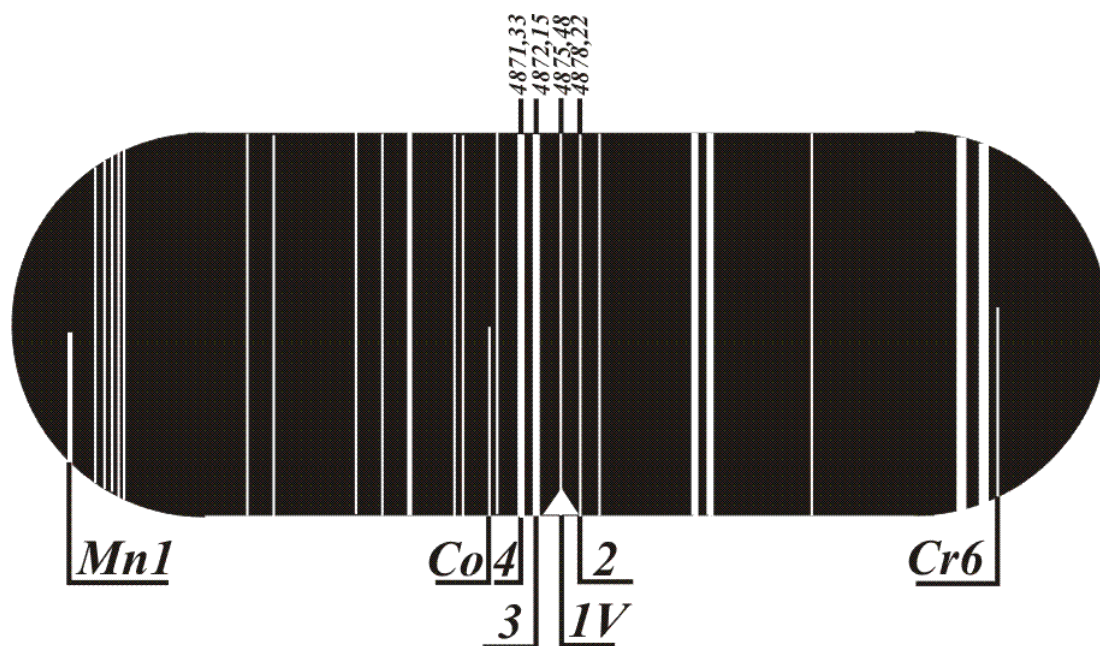


Рис. 2. Группа V3

Линия «1V» группы V4 надежно выявляется при концентрации V свыше 0,1 %.

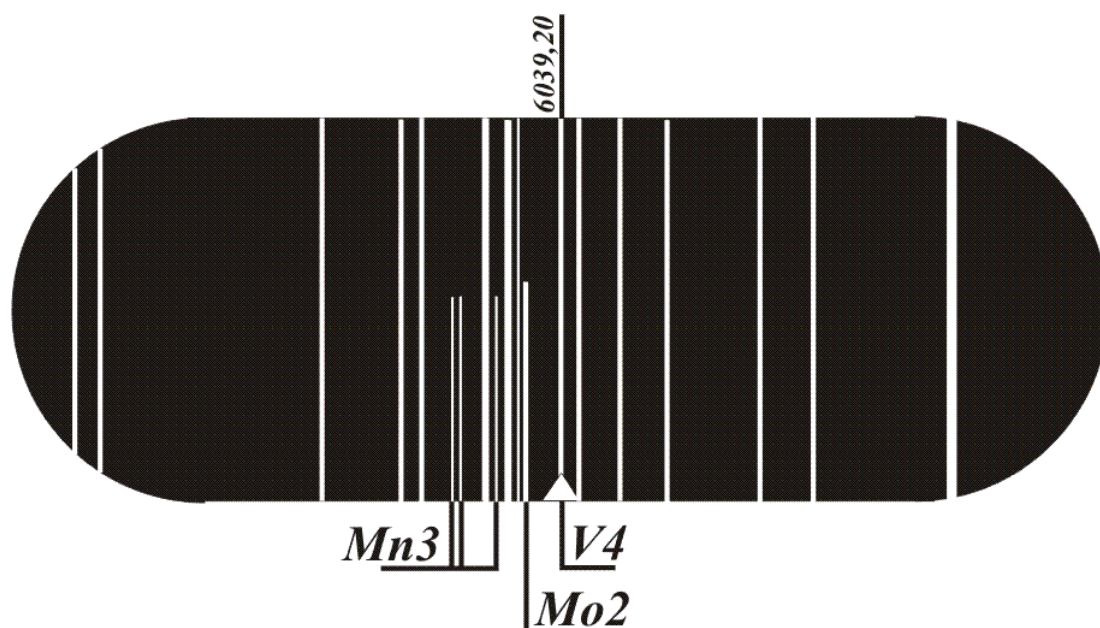


Рис. 3. Группа V4

2. Определение хрома

Хром анализируется по четырем группам линий: Cr1, Cr4, Cr6 и Cr7. Группы Cr4 и Cr7 могут рассматриваться одновременно в светло-зеленой области спектра. Группа Cr1 расположена в зеленой и группа Cr6 – в светло-голубой области спектра. Группа Cr6 легко опознается по

трем ярко-голубым двойным линиям железа, отчетливо видимых слева от группы; справа от двойных линий – линия хрома.



Рис. 4. Группа Cr1

Таблица 3

Определение Cr по группе Cr1

Содержание хрома, %	Интенсивность линий
0,05	1=4
0,1	1<3
0,2	1>3

Таблица 4

Определение Cr по группе Cr4

Содержание хрома, %	Интенсивность линий
1,0	1=2
2,5	1=3
5,0	1>4

Таблица 5

Определение Cr по группе Cr6

Содержание хрома, %	Интенсивность линий
10	1<2
15	1=2
20	1>2; 1<3
30	1=3

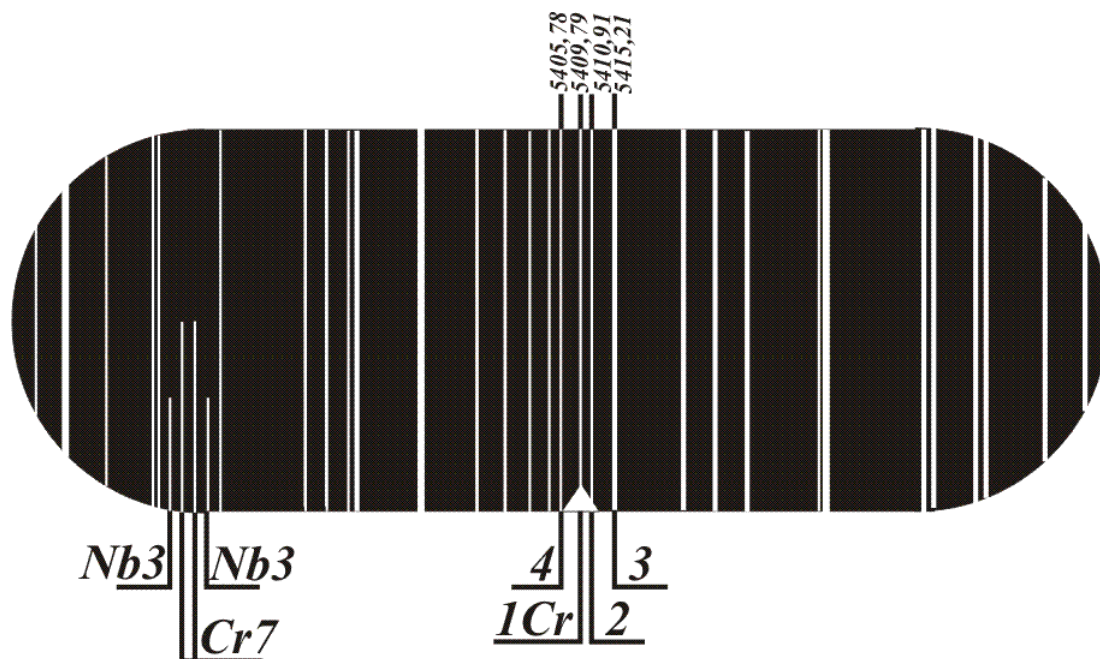


Рис. 5. Группа Cr4

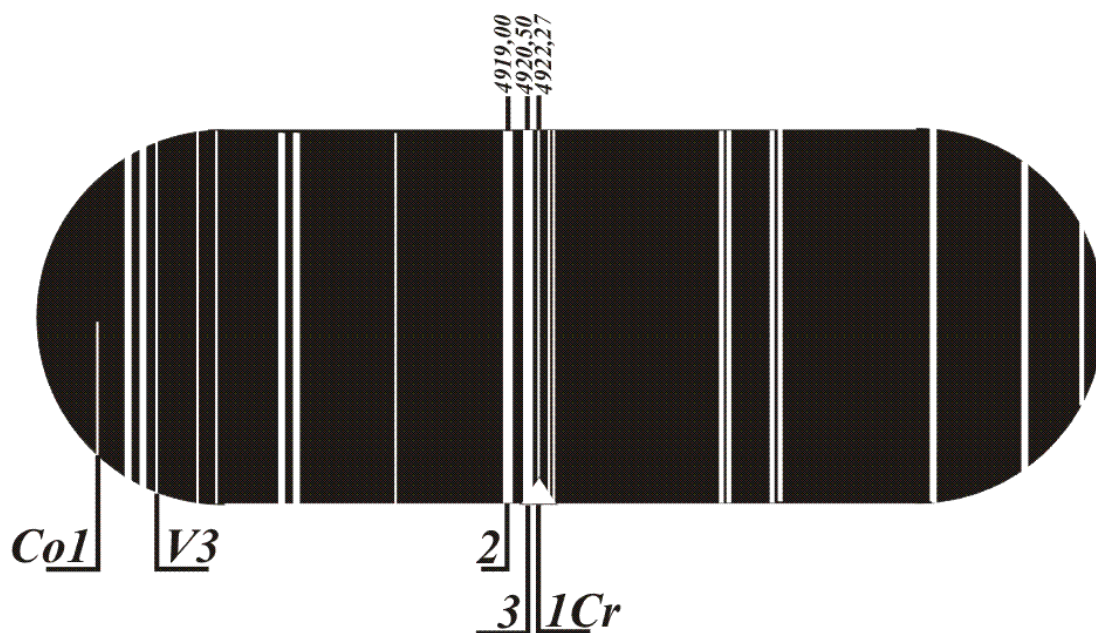


Рис. 6. Группа Cr6

Таблица 6

Определение Cr по группе Cr7

Содержание хрома, %	Интенсивность линий
0,3	1=7
0,7	2=7
1,0	1=6; 2≥7
1,5	1<5; 1≥6; 2>7

Окончание табл. 6

Содержание хрома, %	Интенсивность линий
2,5	2=6
5	1≥8; 2=5
10	1=4; 2=8
20	1>4; 2≤4
30	1>4; 2≥4

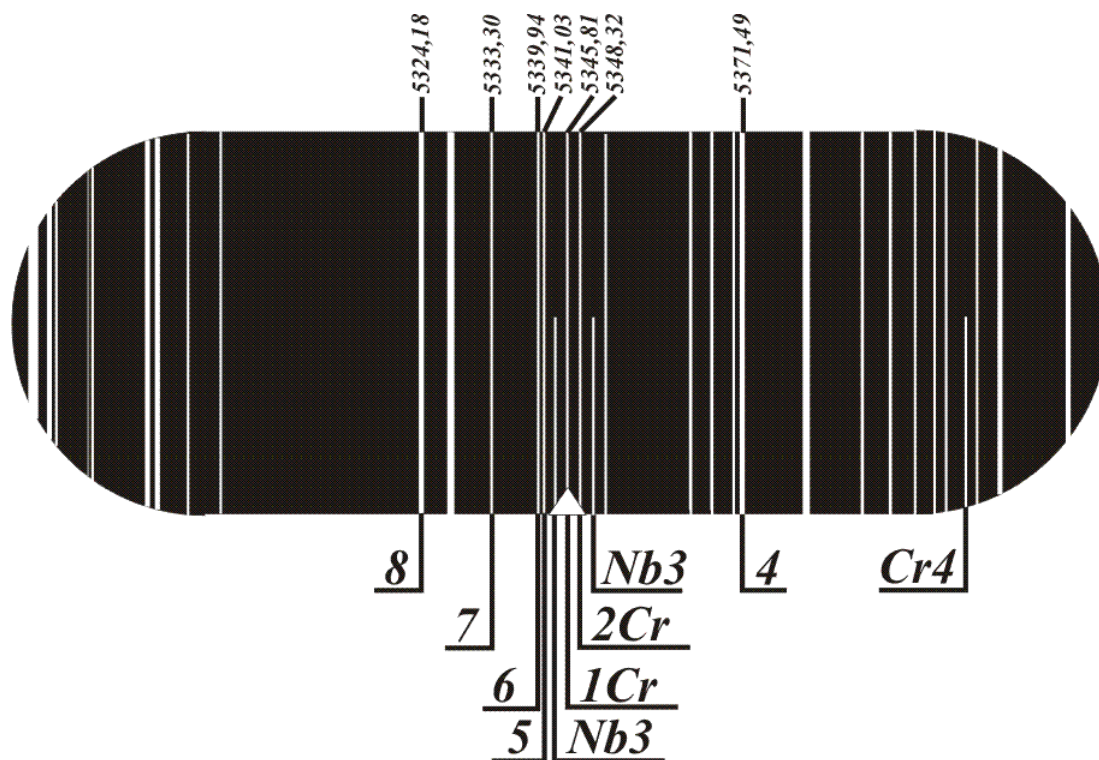


Рис. 7. Группа Cr7

Таблица 7

Указания по анализу хрома

Обозначение группы	Предел определяемого содержания, %	Условия применения группы
Cr1	0,05...0,2	Для уточнения содержания хрома менее 0,3 %
Cr4	1...5	При предполагаемом содержании хрома в пробе от 1 до 5 %
Cr6	10...30	При предполагаемом содержании хрома в пробе более 10 %
Cr7	0,3...30	Для уточнения содержания хрома менее 2,5 %

3. Определение молибдена

Производится по двум группам линий: Mo1, Mo2. Группа Mo1 находится в желто-зеленой области спектра, на участке двух характерных тройных линий железа, группа Mo2 – в оранжевой. Предел определяемого содержания по группе Mo1 от 0,15 до 1,2 % и по группе Mo2 от 0,25 до 2 %.

Таблица 8

Определение Mo по группе Mo1

Содержание молибдена, %	Интенсивность линий
до 0,15	1 ≤ 3
0,15...0,30	1=4; 2 ≤ 7
0,30...0,60	1 ≤ 6; 2 ≤ 8
0,60...1,2	1 ≤ 5; 2=6
более 1,2	1 > 5; 2 ≤ 6

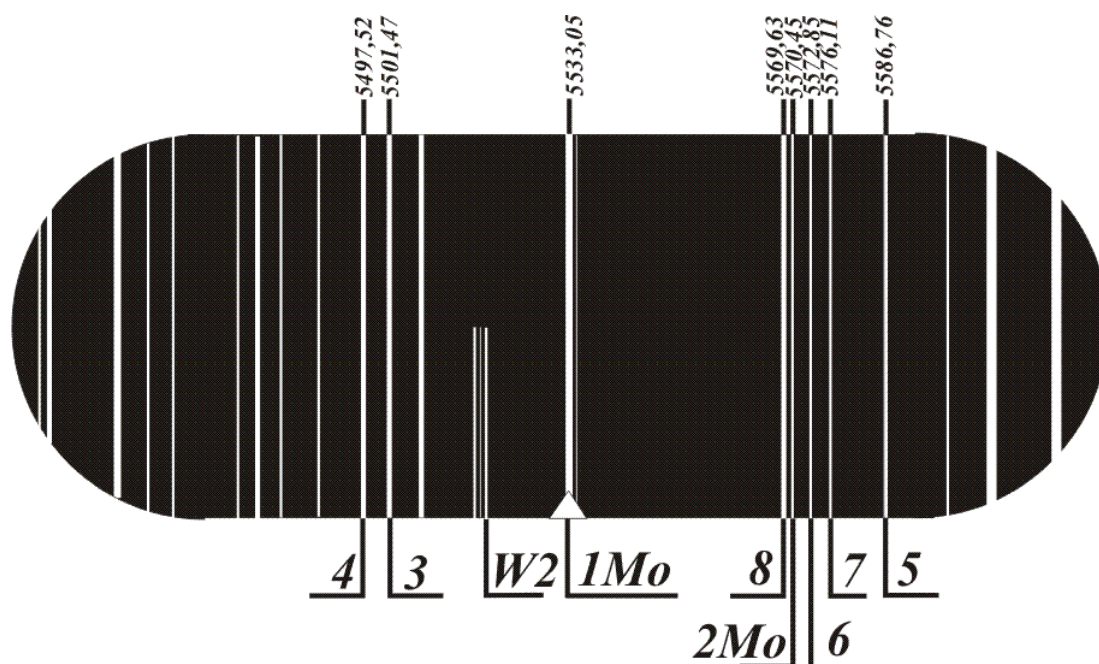


Рис. 8. Группа Mo1

Таблица 9

Определение Mo по группе Mo2

Содержание молибдена, %	Интенсивность линий
0,25	1=4
0,30	1 > 2; 1 < 3
0,70	1=3
2,0	1 > 3

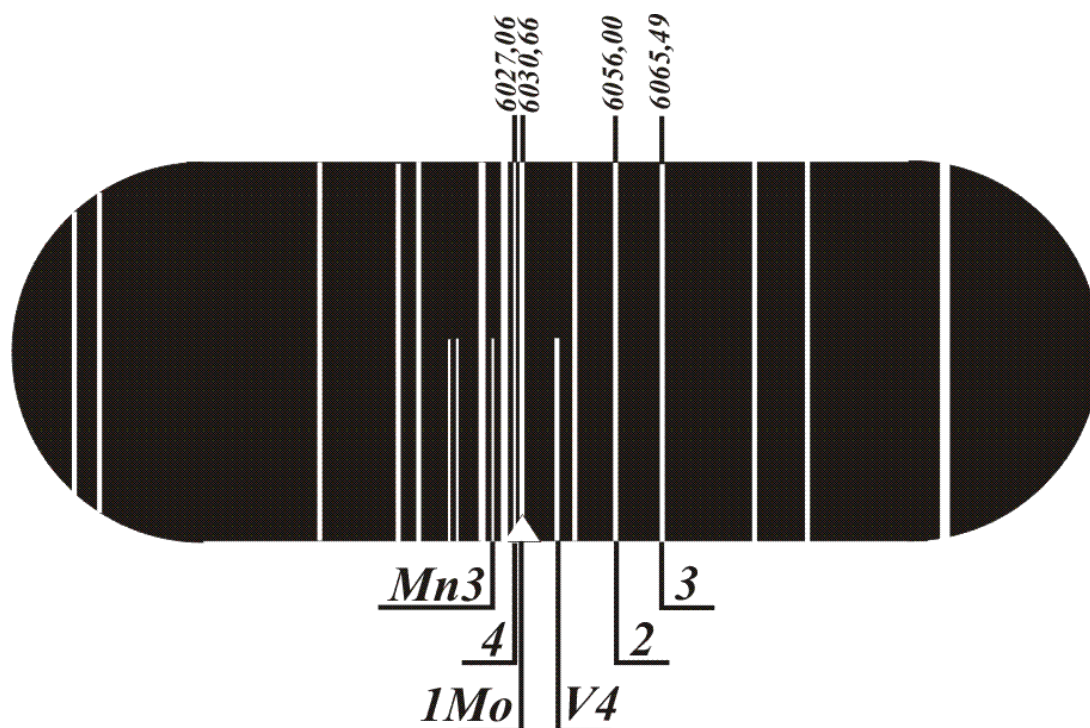


Рис. 9. Группа Mo2

При наличии пульсации интенсивности линий молибдена оценка ведется в момент максимума интенсивности.

4. Определение никеля

Для определения никеля применяются две группы линий: Ni1 и Ni2. Группа Ni1 находится в голубой области спектра. По данной группе оценивается содержание никеля от 0,2 до 5 %. Установление различия содержания 0,2 от 0,5 ввиду наложения линий требует особого внимания и большого опыта оператора. Группа Ni2 расположена в зеленой области спектра, где предел определяемого содержания от 1,5 до 20 %. Линии никеля при содержании 1...2 % наблюдаются в виде редких вспышек, в некоторые моменты их вообще не видно, в таком случае анализ надо вести по группе Ni1. При содержании никеля более 10 % анализ проводится в промежутках между вспышками.

Таблица 10

Определение Ni по группе Ni1

Содержание никеля, %	Интенсивность линий
0,5	$1 \leq 3$
1,5	$1 = 2$
3,0	$1 > 2; 1 < 4$
5,0	$1 = 4$

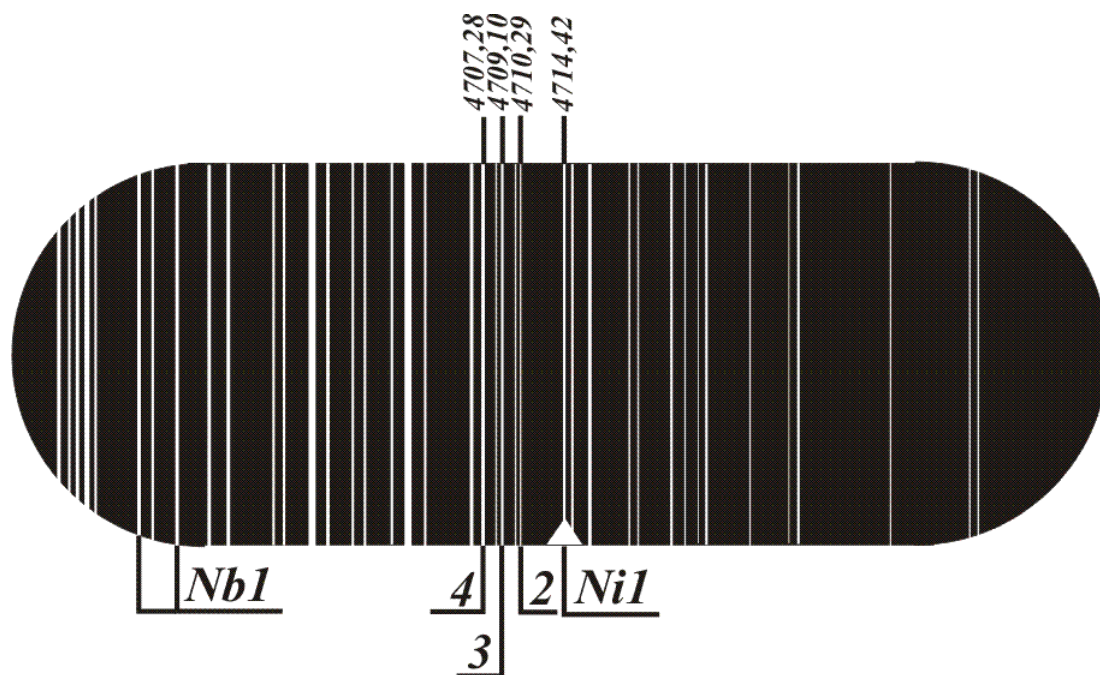


Рис. 10. Группа Ni1

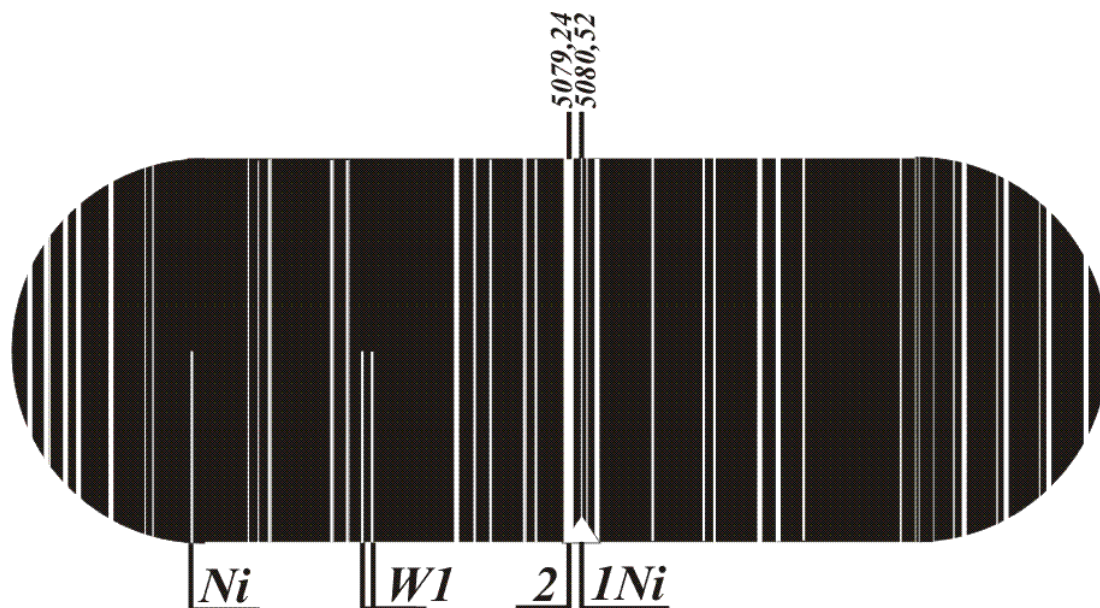


Рис. 11. Группа Ni2

Таблица 11

Определение Ni по группе Ni2

Содержание никеля, %	Интенсивность линий
1,5	1 редко вспыхивает
3,0	1<2 и часто вспыхивает
10	1=2 и очень часто вспыхивает
15...20	1>2 и без вспышек

5. Определение титана

Для определения титана используется одна группа линий Ti1, расположенная в темно-зеленой области спектра.

Предел определяемых содержаний по группе Ti1 от 0,05 до 1,5 %.

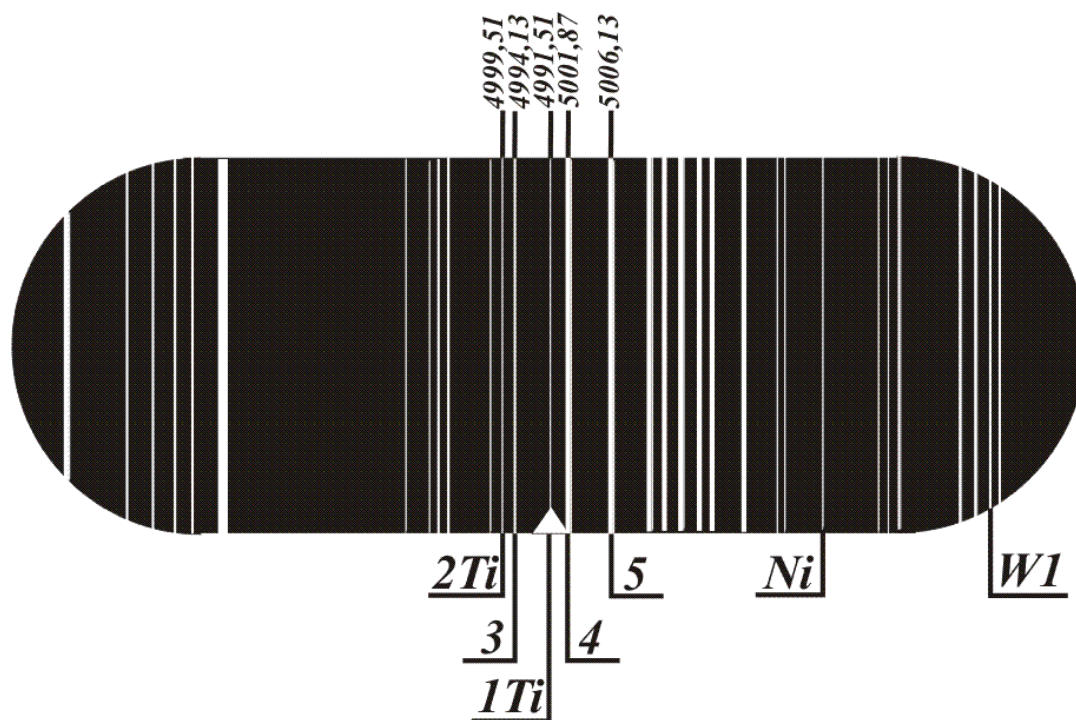


Рис. 12. Группа Ti1

Таблица 12

Определение Ti по группе Ti1

Содержание титана, %	Интенсивность линий
0,05	2=3
0,1...0,15	2>3
0,30	1 ≤ 4
0,35	1=4
0,8	1=5
1E1,5	1 ≥ 5

6. Определение вольфрама

При определении вольфрама применяются три группы линий: W1, W2 и W3. Группа W1 находится в зеленой области спектра, группа W2 – в желто-зеленой, на участке двух характерных тройных линий железа, группа W3 – в голубой области спектра.

Предел определяемого содержания для группы W1 от 1 до 18 %, группы W2 от 5 до 18 % и группы W3 от 1 до 5 %.



Рис. 13. Группа W1

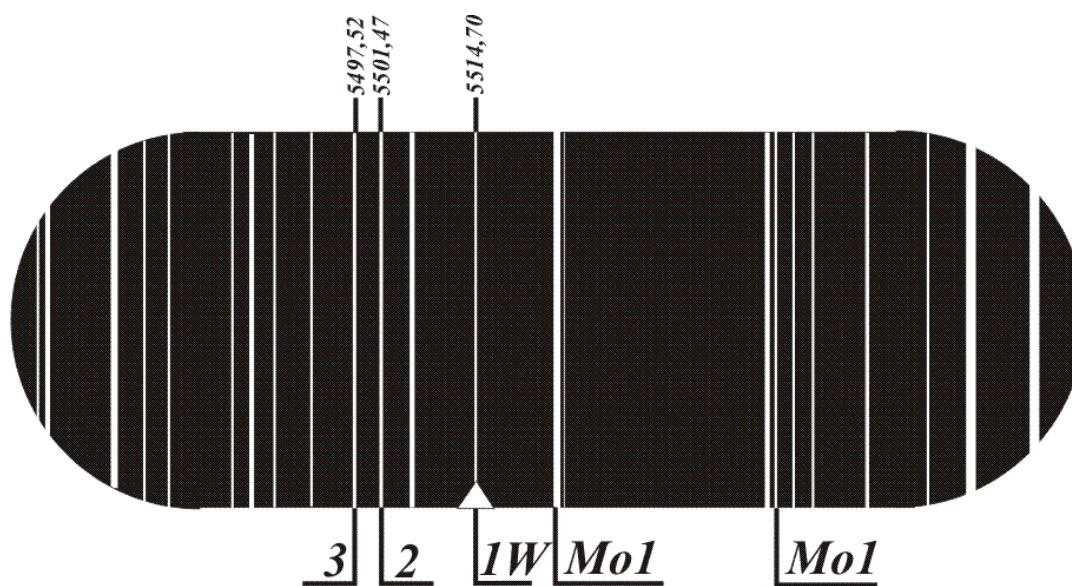


Рис. 14. Группа W2

Таблица 13

Определение W по группе W1

Содержание вольфрама, %	Интенсивность линий
1	1<4
2,5	1=4
5	1≤3
9	1≥3; 2≤4
13	2=4
18	1>>3; 2>>4

Таблица 14

Определение *W* по группе *W2*

Содержание вольфрама, %	Интенсивность линий
5	1=2
9	1≥3
18	1>>3

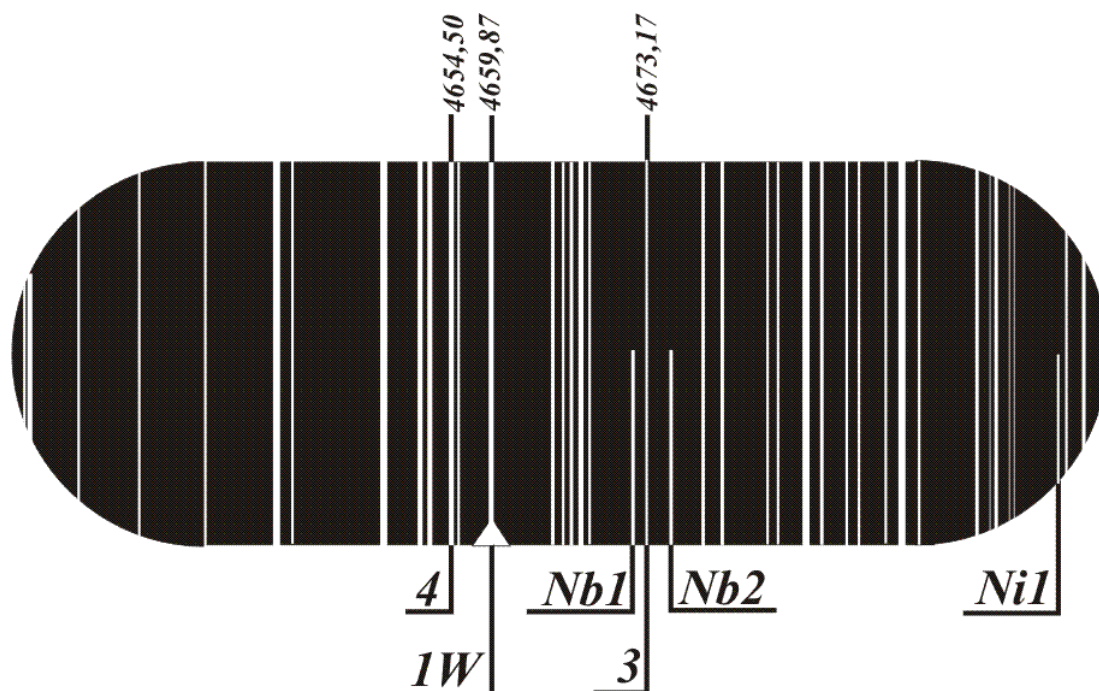
Рис. 15. Группа *W3*

Таблица 15

Определение *W* по группе *W3*

Содержание вольфрама, %	Интенсивность линий
1,0	1=3
2,0	1≥3
2,5	1>3; 1≤4
5,0	1>4

7. Определение марганца

Определение марганца производится по двум группам линий: Mn1 и Mn3.

Группа Mn1 расположена в голубой области спектра, левее трех ярко-голубых двойных линий железа, группа Mn3 в оранжевой области.

Предел определяемого содержания по группе Mn1 0,3 до 4 %, по группе Mn3 от 0,4 до 1 %. Группа Mn1 используется при содержании хрома в пробе менее 3 %.

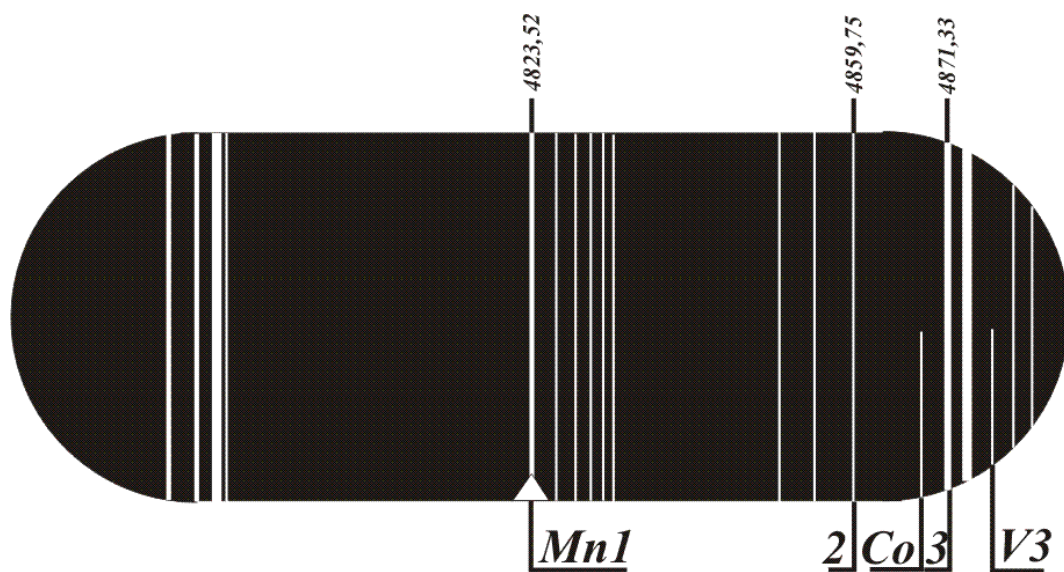


Рис. 16. Группа Mn1

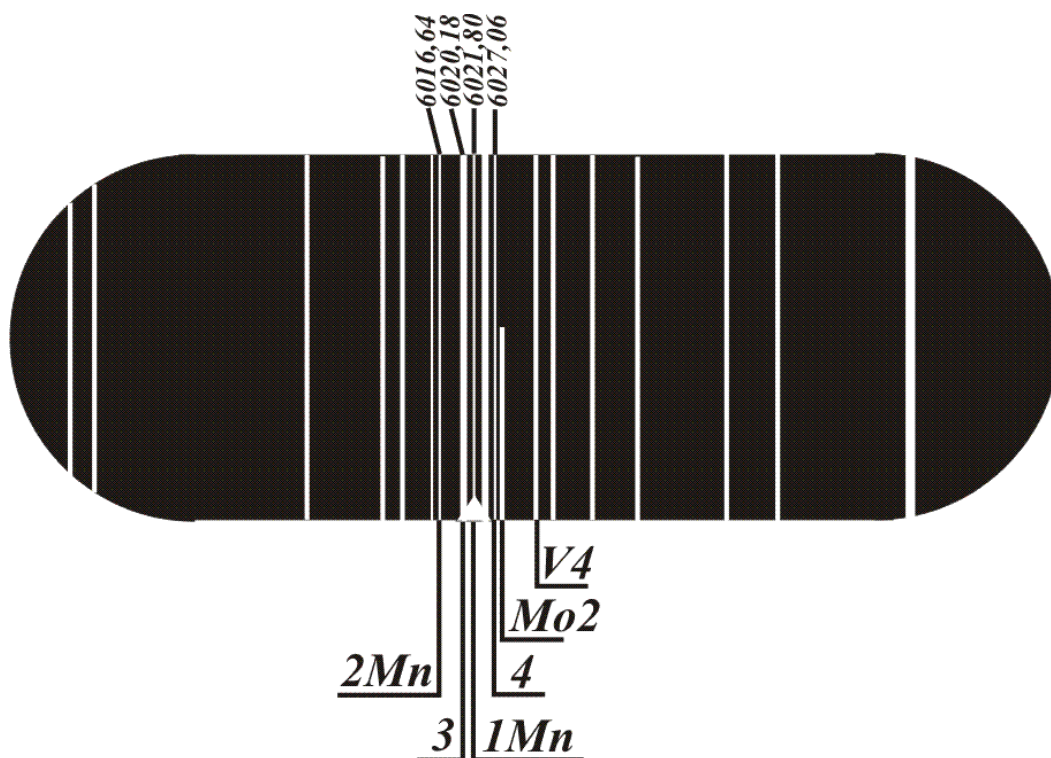


Рис. 17. Группа Mn3

Таблица 16

Определение Mn по группе Mn1

Содержание марганца, %	Интенсивность линий
0,3...0,5	1<2
0,6...0,7	1=2
1,0...2,0	1>2
3,0...4,0	1=3

Определение Mn по группе Mn3

Содержание марганца, %	Интенсивность линий
0,4	2<4
0,7	2>4; 1<3
1,0	1=3

8. Определение ниобия

Определение ниобия проводится по трем группам линий: Nb1, Nb2 и Nb3. Группа Nb1 расположена в голубой области спектра, группа Nb2 в фиолетовой, на участке трех ярких фиолетовых линий железа, и группа Nb3 в светло-зеленой. Предел определяемого содержания по группе ~~Nb1~~ от 0,1 до 1,5 %. Линии 1Nb и 2Nb практически равноинтенсивны, но к 1Nb прилегает линия марганца 4671,09 Å, появляющаяся при концентрации марганца выше 1 %, на линию 2Nb накладывается линия титана 4675,12 Å и мешает определению ниобия, начиная с концентрации титана 0,2 %. Если в пробе одновременно содержится более 0,2 % титана и более 1 % марганца, определение ниобия по группе Nb1 практически невозможно.

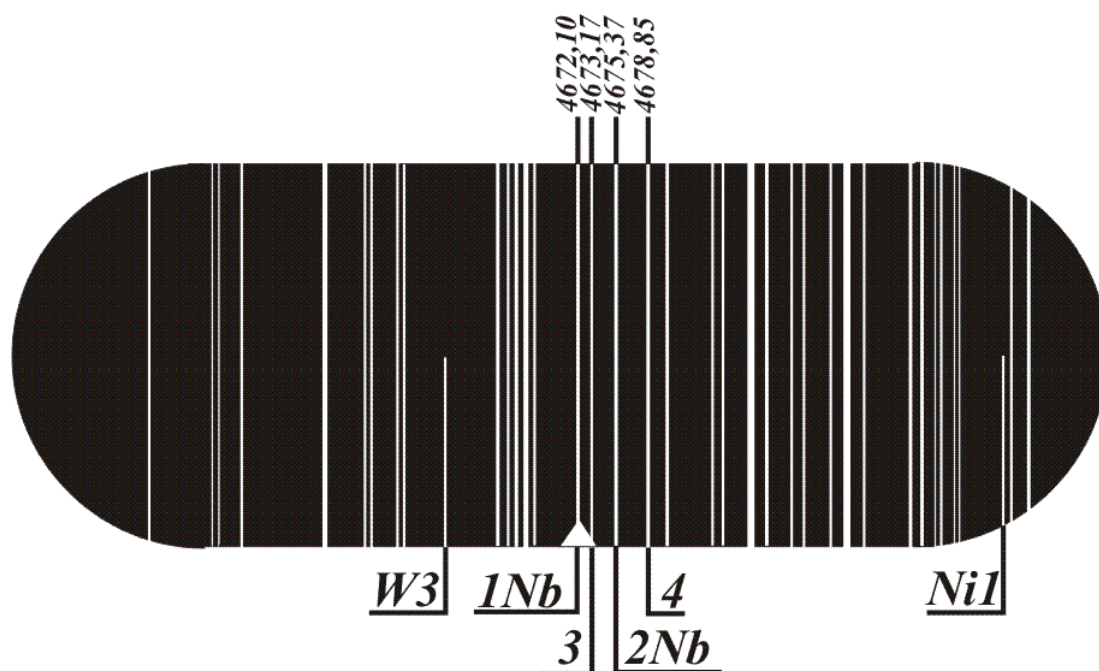


Рис. 18. Группа Nb1

Линия «1» группы Nb2 четко выявляется при содержании ниобия более 0,3 %.

Линия ниобия четко выявляется при содержании ниобия 0,2 %. В этом случае определяется только наличие ниобия по группе Nb2 или группе Nb3.

Определение Nb по группе Nb1

Содержание ниобия, %	Интенсивность линий
0,1...0,5	$1 \leq 3$
0,6...1,0	$1 > 3; 1 \leq 4$
более 1,5	$1 > 4$

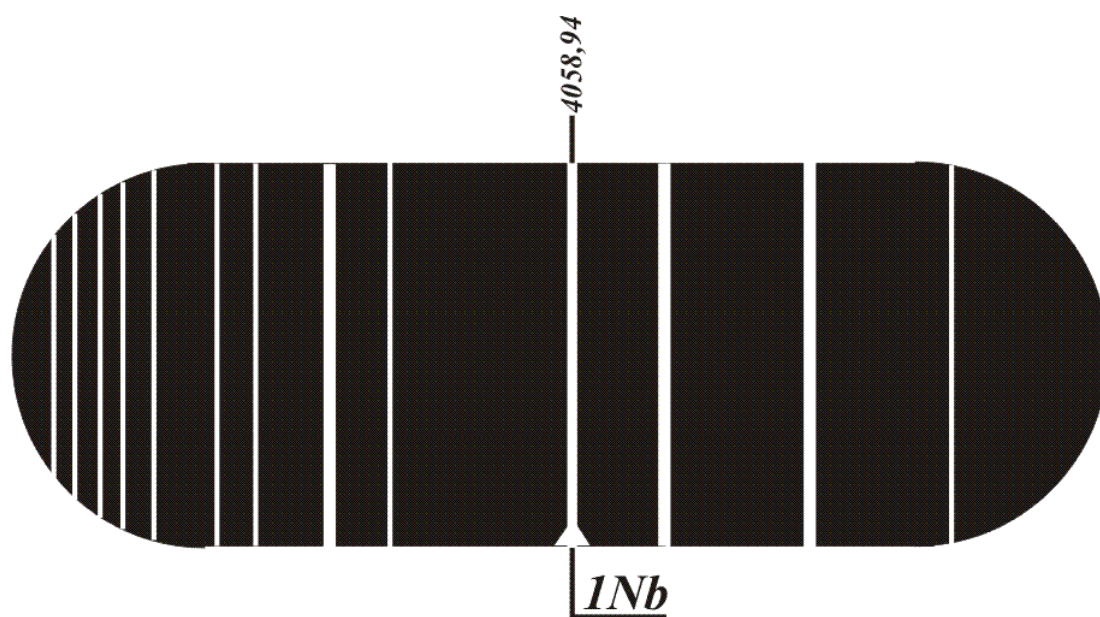


Рис. 19. Группа Nb2

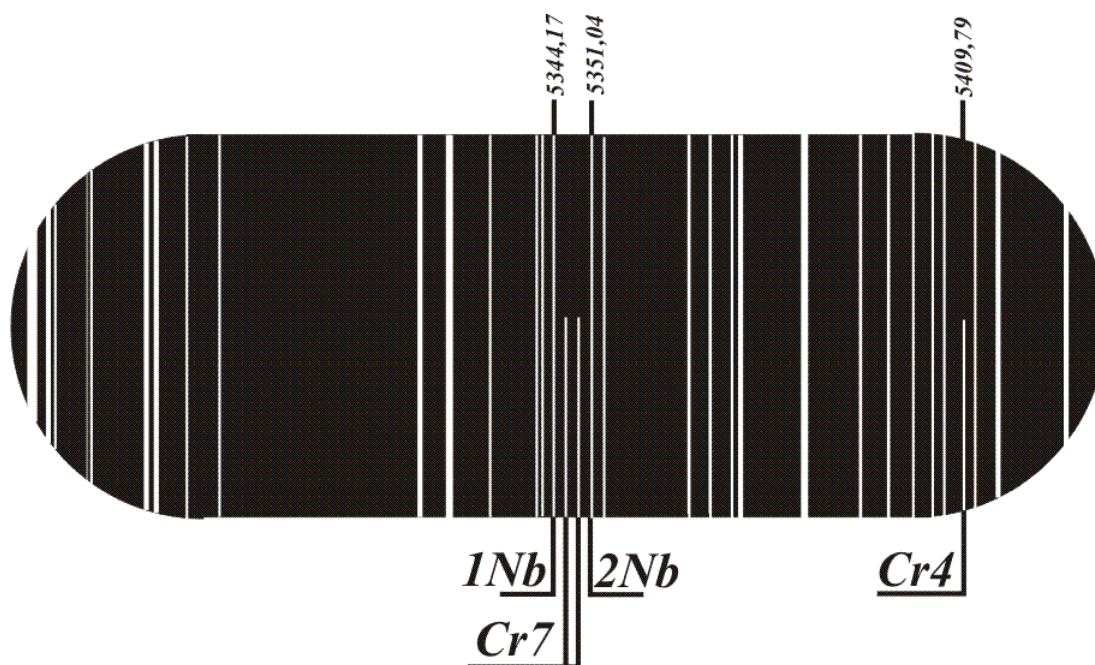


Рис. 20. Группа Nb3

Группа Nb2 позволяет уверенно обнаруживать наличие ниобия, если содержание его не менее 0,3 %. Помехой может оказаться интенсивная линия ванадия 4099,80 Å, накладывающаяся на линию 2Nb. По группе Nb3 устанавливается наличие более 0,2 % ниобия, если содержание хрома не превышает 4 %.

Использование группы Nb3 очень удобно, так как позволяет одновременно анализировать и хром по группе Cr7. В сложнoleгированных сталях определение ниобия по группе Nb1 вызывает затруднения.

9. Определение кобальта

Определение кобальта производится по одной группе спектральных линий Co1, в зеленовато-голубой области спектра. Определяются содержания кобальта в пределе от 2 до 10 %.

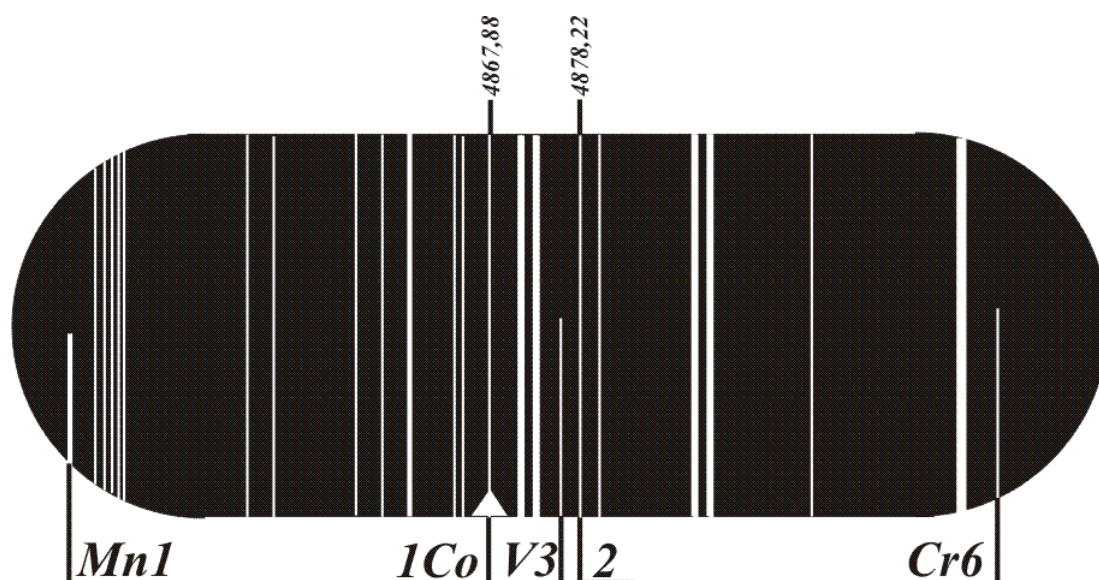


Рис. 21. Группа Co1

Таблица 19

Определение Co по группе Co1

Содержание кобальта, %	Интенсивность линий
2	1<2
5	1=2
10	1>2

10. Определение кремния

Производится по одной группе линий Si2 в пределах концентраций от 0,1 до 4 %. Группа Si2 расположена в оранжево-красной области спектра.

Определение Si по группе Si1

Содержание кремния, %	Интенсивность линий
0,1...0,15	1≤3
0,3	1=4
0,6	1=6; 2=3
1,2...1,4	1>6; 1≤7
1,8...2,0	1≥7; 2<6
3,0...4,0	1>7; 2≤7

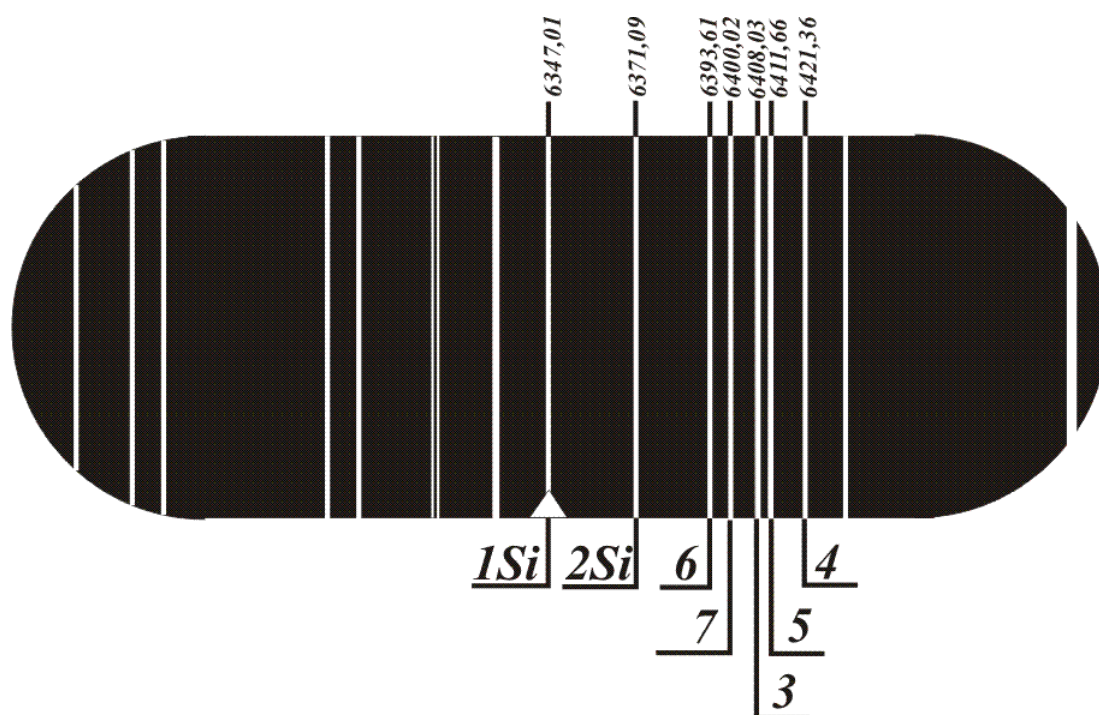


Рис. 22. Группа Si2

Приведенные на рис. 22 спектроскопические признаки получены с низковольтной искрой от генератора дуги переменного тока. Емкость батарей конденсаторов составляла 25 мкФ, ток зарядки 6А, ток питания трансформатора генератора 0,7А, межэлектродный промежуток 0,8 мм. Наблюдение производилось через 30 сек после включения искры.

Результат спектрального анализа, производимого с помощью стилоскопа, определяется с точностью до 20 %, поэтому если содержание элемента оценено равным 1 %, то фактическое содержание этого элемента может находиться в пределах 0,8...1,2 %.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кустанович И.М. Спектральный анализ. – М.: Высшая школа, 1967. – 238 с.
2. Свентицкий Н.С. Визуальные методы эмиссионного спектрального анализа. – М.: Гос. изд-во физ-мат. литературы, 1961. – 335 с.
3. Зайдель А.Н. Основы спектрального анализа. – М.: Наука, 1965. – 320 с.
4. Тарасов К.И. Спектральные приборы. – Л.: Машиностроение, 1977. – 389 с.
5. Кузяков Ю.Я., Семенов К.А., Зоров Н.Б. Методы спектрального анализа. – М.: Изд-во МГУ, 1990. – 213 с.
6. Методические указания по проведению спектрального анализа металла деталей энергетических установок с помощью стилоскопа.
7. 1.720.013 ТО. Стилоскоп СЛ-13. Техническое описание и инструкция по эксплуатации, 1986.
8. Петух М.Л., Янковский А.А. Атлас спектральных линий для дифракционного стилоскопа. Азов. – 34 с.
9. Руководство по спектральному анализу строительных материалов. – М.: Изд-во литературы по строительству, 1972. – 64 с.
10. РД 34 10.122-94 Унифицированная методика стилоскопирования деталей и сварных швов энергетических установок.

Учебное издание

СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ

Лабораторный практикум
проведения лабораторных работ
по курсу «Химико-физические методы контроля и диагностики»

Составители: Капранов Б.И., Короткова И.А.

Издано в авторской редакции

Компьютерная верстка *К.С. Чечельницкая*
Дизайн обложки *О.Ю. Аршинова*

Подписано к печати 28.09.2011. Формат 60x84/16. Бумага «Снегурочка».


Печать XEROX. Усл. печ. л. 2,97. Уч.-изд. л. 2,68.

Заказ ___-11. Тираж 35 экз.



Национальный исследовательский Томский политехнический университет
Система менеджмента качества
Издательства Томского политехнического университета сертифицирована
NATIONAL QUALITY ASSURANCE по стандарту BS EN ISO 9001:2008



ИЗДАТЕЛЬСТВО  ТПУ. 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30
Тел./факс: 8(3822)56-35-35, www.tpu.ru