



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

Брянский государственный технический университет

Кафедра «Общей физики»

ОТЧЕТ

по лабораторной работе № _____

(название лабораторной работы)

Выполнил студент группы _____

(Ф.И.О)

Отметка о допуске: _____

Отметка о защите: _____

Брянск 20 ____

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 50 СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ ПРИ ПОМОЩИ СТИЛОСКОПА СЛ – 11

Цель работы: ознакомление с основами качественного и количественного анализа содержания элементов в сплавах.

Теоретическое введение

Спектральный анализ представляет собой способ исследования веществ, основанный на изучении их спектров. Всякое вещество при определенных условиях, например, при высокой температуре, может стать источником света. Свет, испускаемый любым источником, имеет сложный спектральный состав, т.е. содержит излучения различных длин волн. Лучи разных длин волн могут быть разделены. Результат такого разделения называют спектром.

Исследования показывают, что твердые и жидкие вещества любого химического состава, излучающие свет, дают один и тот же сплошной спектр, в видимой части которого одни цвета непрерывно переходят в другие от красного до фиолетового. Такой спектр называется сплошным. Он не годится для определения химического состава вещества.

Светящиеся пары и газы, находящиеся в атомарном состоянии, дают линейчатые спектры испускания, состоящие из отдельных различных по цвету (по длине волны) спектральных линий, между которыми имеются темные промежутки. Изучение линейчатых спектров показало, что каждый химический элемент имеет свой линейчатый спектр, характерный именно для данного элемента, это и используется в спектральном анализе. Если вещество имеет сложный химический состав, т.е. состоит из атомов различных элементов, то в линейчатом спектре этого вещества наблюдаются линии, характерные для каждого из элементов, входящих в состав исследуемого вещества (пробы). По спектру пробы можно произвести как качественный, так и количественный ее анализ.

Задача качественного спектрального анализа состоит в том, чтобы определить какие элементы входят в состав пробы. Для ее решения достаточно установить присутствие в спектре характерных линий элементов, входящих в состав исследуемого вещества.

Задача количественного спектрального анализа состоит в определении концентрации элементов в пробе. Чем в большем количестве содержится элемент в пробе, тем ярче будут его линии в спектре. При проведении количественного спектрального анализа на стилоскопе используют свойство глаза фиксировать равенство или различие яркостей интенсивностей спектральных линий одинакового цвета, т.е. линии, мало отличающихся по длине волны и поэтому

расположенных в спектре недалеко друг от друга. Одна из этих линий принадлежит спектру исследуемого элемента, а другая спектру основного компонента пробы. Если производится анализ стали, то сравниваются интенсивности спектральных линий примеси (исследуемого элемента) - и железа, основного компонента. О таких двух линиях говорят, что они образуют аналитическую пару линий. Линии аналитической пары не должны быть слишком яркими или слишком слабыми, т.к. глаз к таким линиям не чувствителен.

Чтобы получить линейчатый спектр стали или другого металла, надо превратить, хотя бы незначительную часть этого металла, из твердого состояния в состояние атомного газа. В практике спектрального анализа это достигается при помощи активированной дуги переменного тока или конденсированной искры, которые возникают между специальным электродом и исследуемым веществом (второй электрод) при подведении к ним напряжения от специального генератора. Свет дуги или искры, пропущенный через спектральный аппарат (через призмы стилоскопа в нашей работе) дает спектр, пригодный для исследования. Для спектрального анализа различных металлов, сплавов требуется либо дуговой, либо искровой режим работы генератора, это объясняется тем, что энергия, которую должен поглотить атом или ион атома, чтобы стать затем источником света, различна для различных элементов. Температура дуги ниже температуры искры, поэтому дуга пользуется для возбуждения сравнительно легко возбуждаемых атомов элементов. В нашей работе по спектральному анализу сталей на легирующие элементы в качестве источника возбуждения спектра применяется дуга, которая горит при строго определенных условиях. Современные генераторы, питающие дугу (или искру), обеспечивают стабильность режима работы дуги (или искры).

Чтобы определить процентное содержание какого-нибудь элемента в сплаве, надо сравнить яркость определенной спектральной линии этого элемента с яркостью соответствующей линии основного компонента.

Линии сравнения задаются т.н. спектроскопическими признаками (таблицы сравнения интенсивности линий).

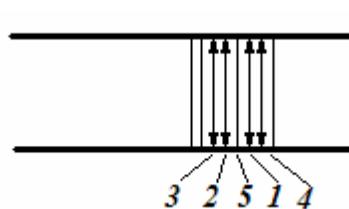
Спектроскопические признаки, по которым определяется содержание исследуемого элемента в пробе, представляет собой оценки интенсивностей аналитических пар линий, соответствующих различным концентрациям элемента в пробе. Спектроскопические признаки являются результатом специальных спектроскопических исследований.

Т.к. результат сравнения яркостей линий зависит от материала вспомогательного электрода, то вспомогательным электродам из равного материала соответствует свои спектроскопические признаки. В

нашей работе вспомогательным электродом является медный дисковый электрод.

Приведем спектроскопические признаки для определения концентрации *Mn*, *Mo*, *Cr* при стилископических анализах легированных сталей с дугой переменного тока и постоянным медным дисковым электродом.

1. Анализ стали на марганец $[Mn-2]$, $n = 132,5$



Спектроскопические признаки

$$2=4 \rightarrow 0,3 \%$$

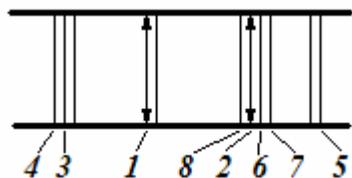
$$3=4 \rightarrow 0,7 \%$$

$$1=5 \rightarrow 1,3 \%$$

$$\lambda_1 = 6021,79 \text{ \AA}$$

Здесь изображен один из участков спектра легированной стали, содержался *Mn*. Этот участок спектра содержит линию *Mn* с длиной волны $\lambda_1 = 6021,79 \text{ \AA}$ (оранжевая часть спектра); эта линия отмечена цифрой 1. Другие две линии марганца в этом участке спектра отмечены цифрами 2 и 3. Цифрами 4 и 5 отмечены линии сравнения, принадлежащие железу (основной компонент пробы). Линии марганца на изображаемом участке спектра отмечают на концах стрелочками. Линии, неотмеченные цифрами (левая сторона изображаемого участка спектра) не являются линиями сравнения и приведены они здесь просто для лучшей ориентировки при разыскивании в сложном спектре пробы нужного его участка для исследования. Справа от участка спектра приведены спектроскопические признаки, которые нужно понимать так: $2=4 \rightarrow 0,3\%$ означает, что если яркость линии 2 равна яркости линии 4, то в пробе содержится 0,3 % марганца; $1=5 \rightarrow 1,3$ означает, что при равенстве яркостей 1 и 5 линия приведенного участка спектра в пробе содержится 1,3 % марганца и т.д.

2. Анализ стали на молибден $[Mo-1]$, $n=119,0$



Спектроскопические признаки

$$1=3 \rightarrow 0,1 \%$$

$$1=4 \rightarrow 0,2 \%$$

$$2=7 \rightarrow 0,4 \%$$

$$2=8 \rightarrow 0,8 \%$$

$$2=6 \rightarrow 1,5 \%$$

$$1=6 \rightarrow 1,5 \%$$

$$1=5 \rightarrow 3 \%$$

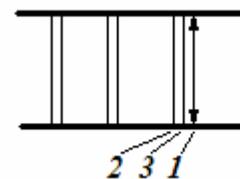
$$\lambda_1 = 5533,0 \text{ \AA} \text{ Зеленая часть спектра.}$$

3. Анализ стали на хром

$[Cr-4]$, $n=98,8$

$[Cr-1]$, $n=110$

$[Cr-2]$, $n=117$



$$\lambda_1 = 4922 \text{ \AA}$$

$$1 \leq 2 \rightarrow 10 \%$$

$$1=2 \rightarrow 15 \%$$

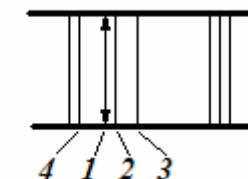
$$2 < 1 < 3 \rightarrow 20 \%$$

$$\lambda_1 = 5204,5 \text{ \AA} \quad \lambda_2 = 5208,4 \text{ \AA}$$

$$1=4 \rightarrow 0,05 \%$$

$$1 < 3 \rightarrow 0,1 \%$$

$$1=3 \rightarrow 0,2 \%$$



$$\lambda_1 = 5409,8 \text{ \AA}$$

$$1=2 \rightarrow 1 \%$$

$$1=3 \rightarrow 2,5 \%$$

$$1=4 \rightarrow 4 \%$$

Необходимо иметь в виду, что при определенной концентрации элемента в пробе его спектральные линии, пригодные для анализа, располагаются только в определенном участке спектра. Так, например, при малых концентрациях хрома в стали, спектральные линии, пригодные для анализа, находятся на участке спектра вблизи волны длиной 5204,5 А. При больших же концентрациях хрома эти линии становятся очень яркими и потому непригодны для анализа. При таких концентрациях пригодны для анализа линии, находящиеся на участке вблизи волны в 4922 А, которые ранее были очень слабыми.

Из всего изложенного следует, что спектральный анализ легированных сталей на легирующие элементы при помощи стилископа состоит из трех этапов:

1. Превращение части анализируемого вещества в газообразное состояние и возбуждение свечения газа. Это достигается при помощи дуги или искры, питаемой генератором.

2. Разложение изучаемого светящегося газа в спектр, путем пропускания световых лучей через оптическую систему стилископа.

3. Пользуясь спектроскопическими признаками, отыскать в наблюдаемом через окуляр стилископа спектре нужный для анализа его участок и оценить по этим признакам концентрации элементов в пробе.

Описание установки

Стилископ СЛ-11 и генератор к нему смонтированы в одной компактной установке, в которой стилископ расположен над генератором. Оптическая схема стилископа (без фотометрического клина) приведена на рис. I.

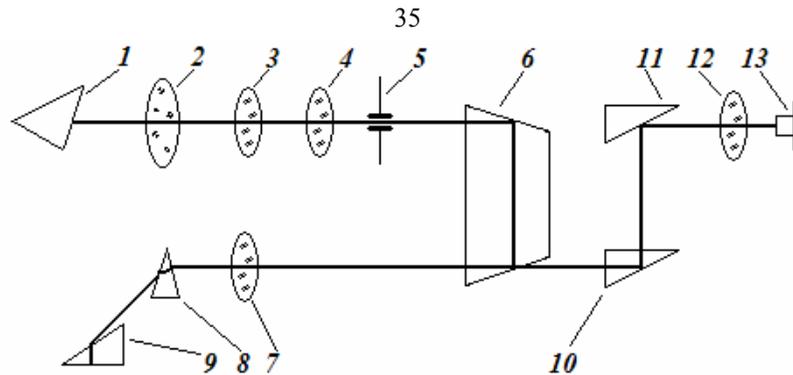


Рис. 1

Свет от дуги с помощью трехлинзовой системы (линзы 2,3,4), которая введена для равномерного освещения цели 5, направляется на отрагательную призму 6, а затем на объектив в фокусе которого помещена цель 5; полученный параллельный пучок падает на диспергирующие призмы 8 и 9. Большой катет призмы 9 посеребрен, поэтому лучи, отражаясь от него, проходят в обратном направлении через призмы, вследствие чего дисперсия пучка увеличивается. Снова пройдя объектив, световые лучи попадают на прямоугольную призму 10 и зеркало 11, которое направляет их в окуляр 12. Глаз наблюдателя при соответствующей фокусировке увидит спектр.

Если спектра не окажется в поле зрения окуляра 13(рис.1) то необходимо повернуть моховичок, расположенный над окуляром, до положения 20° , награвированное на шкале, расположенной слева от окуляра. Максимальной резкости спектральных линий добивается поворотом головки кронштейна окуляра, в которую вставляется.

На линейчатый спектр обычно накладывается сплошной спектр, образующий как бы фон. Фон обусловлен рядом причин, на рассмотрении которых мы здесь останавливаться не будем. Повертывая призму 9 (рис.1) рукояткой измерительного барабана перемещает спектр в ту или другую сторону до тех пор, пока требуемая для анализа область спектра окажется в центре поля зрения окуляра. На боковой поверхности измерительного барабана нанесена равномерная шкала с ценой деления 2° ; рядом помещена вторая шкала, на ней нанесены символы химических элементов. Этими шкалами пользуются во время работы.

Для удобства работы имеется два стеклянных окуляра с различным увеличением. Окуляр с увеличением 20^\times применяется при изучении спектров, богатых линиями (стали и т.п.); при анализе цветных металлов используют окуляр с увеличением $12,5^\times$.

Электрическая схема генератора приведена на рис. 2 (электрическая схема активированной дуги).

Генератор активированной дуги состоит из низковольтной и высоковольтной цепей. К генератору подводится от сети ток переменного напряжения 220 В (частота 50 Гц).

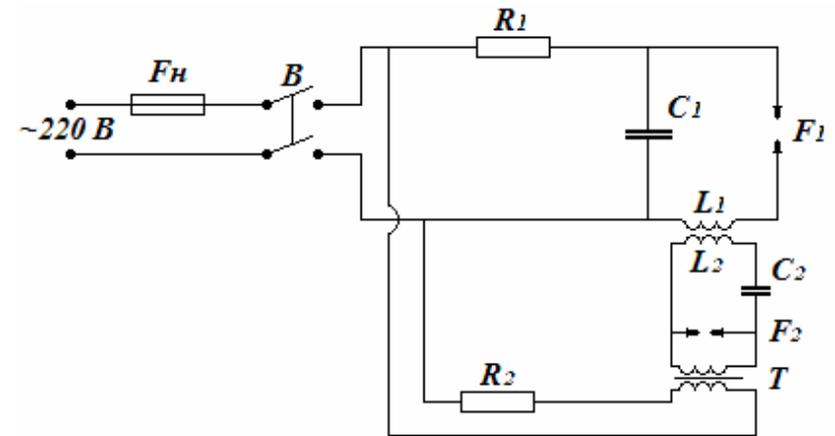


Рис. 2

Переменный ток низкой частоты (50 Гц) питающий дугу проходит по низковольтной цепи через предохранитель F_n , выключатель В, сопротивление R_1 , рабочий дуговой промежуток F_1 , и катушку связи L_1 . Но дуга переменного тока низкой частоты между металлическими электродами не может поддерживаться самостоятельно. При прохождении тока через нулевое значение дуга гаснет. Если же к электродам дуги подвести достаточно высокое напряжение большой частоты, то высокочастотные искры, проскакивая между электродами дуги, будут ионизировать газ в междуэлектродном промежутке и зажимать дугу после каждого ее погасания. Дуга, активированная высокочастотным током, поддерживается достаточно устойчиво, хотя горение ее прерывается 100 раз в секунду.

Высокочастотное напряжение подводится к электродам дуги по высоковольтной цепи, которая включает в себя: вторичную обмотку трансформатора Т, разрядник F_2 , конденсатор C_1 и катушка связи L_2 . Переменное напряжение 220 В, от сети подается на первичную обмотку трансформатора Т; во вторичной обмотке появляется высокое напряжение, которое подводится к активизатору - колебательному контуру, состоящему из катушки индуктивности L_2 , конденсатора C_2 и искрового разрядника F_2 . В колебательном контуре возникает высокочастотный переменный ток, который в катушке связи L_1 , возбуждает переменный ток высокой частоты и высокого напряжения,

активирующий дугу. Блокированный конденсатор C_1 препятствует прохождению тока высокой частоты в сеть. Постоянный электрод устанавливаются на кронштейне с держателем, расположенным под съемным кожухом прибора. Последний одновременно служит столиком для установки исследуемого образца. На столике могут быть установлены образцы любых размеров. Для крепления мелких деталей служит пружинящий прижим. Расстояние между образцом и электродом, равное 3 мм, устанавливается с помощью съемного шаблона помещаемого вместо образца на столик до упора с электродом. Держатель электрода может перемещаться по высоте на 20 мм ступенчато, в направлении, перпендикулярном оси.

Напряжение от генератора к электроду подводится через контакт на кронштейне держателя под съемным кожухом, а к образцу, устанавливаемому на столике, - через заземленный корпус прибора. Генератор соединяется с электродом высоковольтным экранированным кабелем. Прибор заземлен посредством зажима на корпусе.

В начале работы переключатель "вида работ" устанавливается в положение "дуга", переключатель "ток" в положение "4А".

Принадлежности:

1. Стилоскоп СЛ-11 с генератором.
2. Образцы исследуемых материалов.

Порядок выполнения работы

1. Проверить заземление прибора.
2. Снять предметный столик стилоскопа и поставленный медный дисковый электрод. Тщательно зачистить электрод и те участки исследуемых образцов, которые располагается против электрода на предметном столике.
3. Установить постоянный электрод по шаблону, закрепив предварительно предметный столик и расположить на нем исследуемый образец № 1 так, чтобы зачищенная его часть перекрывала отверстие в столике против электрода.
4. Установить переключатель "вид работ" в положение "дуга", а переключатель "ток" в положение "2А". Вставить окуляр с увеличением $20\times$ в головку кронштейна окуляра, а маховичок повернуть до положения $20\times$ по шкале, расположенной на корпусе стилоскопа слева от окуляра. Подсоединить генератор к сети (220 В), нажать выключатель и наблюдать спектр в поле зрения окуляра, достигая фокусировкой нужной резкости линий.
5. Перемещая спектр в поле зрения окуляра при помощи маховичка, отыскивают нужный участок спектра для анализа стали на Mo (при этом 120-е деление шкалы барабана, соединенного с

маховичком будет совпадать с указателем на кольце). Пользуясь указанными в описании спектроскопическими признаками, определите концентрации Mo в пробе №1.

При наблюдении спектра дуга монет непрерывно гореть не более 2-3 минут с последующим перерывом на 5 минут, необходимым для охлаждения генератора.

6. Определить аналогичным образом концентрацию Mo образце № 2 (при этом нужный участок спектра, можно легко найти, если деление 134 совместить с указателем).

7. Проверить содержание Mn и Mo в образце №3. Необходимо иметь в виду, что при каждом новом анализе постоянный дисковый электрод должен поворачиваться так, что под зачищенным участком на образце находился бы зачищенный участок постоянного электрода. Все это делать, отключив предварительно стилоскоп от сети.

Техника безопасности

Открывать крышки и менять образцы на столике стилоскопа или дотрагиваться до образца можно только при выключенном приборе, так как напряжение между электродами достигает 12000 вольт и опасно для жизни.

Контрольные вопросы

1. Что называется спектром и как он возникает?
2. В чем состоят особенности спектра в твердом, жидком и газообразном состоянии?
3. Каковы задачи качественного и количественного спектрального анализа?
4. Какова особенность приборов для спектрального анализа вещества?

Список рекомендуемой литературы

1. Яворский Б.М. Детлаф А.А. Курс физики. Т.3. Волновые процессы. Оптика. Атомная и ядерная физика. -М.: Высш.шк., 1972. - С.345-349.