

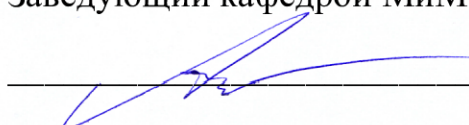
МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего образования  
«Тульский государственный университет»

Политехнический институт  
Кафедра «Машиностроение и материаловедение»

Утверждено на заседании кафедры  
«Машиностроение и материаловедение»  
«\_30\_» \_\_января\_\_ 2023 г., протокол № 6\_\_

Заведующий кафедрой МиМ

 А.В. Анцев

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ**  
**по выполнению лабораторных работ**  
**по дисциплине (модулю)**  
**«Современные материалы в инженерии»**

**основной профессиональной образовательной программы**  
**высшего образования – программы специалитета**

по специальности

**17.05.02 Стрелково-пушечное, артиллерийское и ракетное оружие**

со специализацией

**Стрелково-пушечное вооружение**

Формы обучения: очная

Идентификационный номер образовательной программы: 170502-01-23

Тула 2023 год

## ЛИСТ СОГЛАСОВАНИЯ

**Разработчик:**

Петрушина Алла Геннадьевна, доц. каф. МиМ, к.т.н.

(ФИО, должность, ученая степень, ученое звание)

  
(подпись)

## Лабораторная работа №1

### Измерение твердости

#### Цель работы:

1. Познакомиться с методами измерения твердости металлических материалов.
2. Приобрести навыки измерения твердости методами Роквелла (прибор ТК-2) и Бринелля (прибор ТШ-2).
3. Освоить методику перевода единиц твердости в единицы характеристик механических свойств, получаемых при испытаниях на растяжение.

#### Краткие теоретические сведения:

##### 1. Измерение твердости металлических материалов

Распространенность испытаний на твердость объясняется относительной простотой и низкой стоимостью их проведения, возможностью испытаний материалов различной пластичности и прочности, небольшим объемом образцов, возможностью проведения измерений непосредственно на деталях. При испытаниях на твердость могут быть получены оценки иных механических свойств, таких как предел текучести, предел прочности и другие.

Наибольшее практическое значение имеют статические испытания твердости вдавливанием в испытуемое тело другого, более твердого тела - индентора [от англ. indenter, от лат. in - в, внутрь и dens ( dentis) - зуб] (методы Бринелля, Роквелла, Виккерса, метод микротвердости). Значительно реже используются динамические испытания твердости по отскоку шарика (методы Шора, Полюди) и еще реже используется измерение твердости царапанием (склерометрия). В машиностроении и приборостроении основным методом измерения твердости является измерение твердости вдавливанием - дюрометрия.

##### 2. Измерение твердости методом Бринелля (ГОСТ 9012 - 59)

Сущность метода Бринелля заключается во вдавливании шарика (стального или из твердого сплава) в образец (изделие) под действием усилия, приложенного перпендикулярно поверхности образца в течение определенного времени, и измерении диаметра отпечатка после снятия усилия.

В качестве индентора применяются:

- стальной шарик диаметром 10,0; 5,0; 2,5; 2,0 или 1,0 мм, имеющий твердость не менее 850  $HV_{10}$  (850 единиц твердости по Виккерсу, измеренной при нагрузке 100 Н (10 кгс)).
- шарик из твердого сплава диаметром 10,0; 5,0; 2,5; 2,0 или 1,0 мм, имеющий твердость не менее 1500  $HV_{10}$ .

Твердость по Бринеллю при применении стального шарика обозначают символом  $HB$ , а при применении шариком из твердого сплава - символом  $HBW$ . Численно твердость  $HB$  ( $HBW$ ) равна отношению приложенного усилия  $F$  к площади сферического отпечатка  $A$  и рассчитывается по формуле:

$$HB(HBW) = \frac{0,102 \cdot F}{A} = \frac{0,102 \cdot F}{\pi \cdot D \cdot (D - \sqrt{D^2 - d^2})},$$

где  $F$  - усилие, Н;  $D$  - диаметр шарика, мм;  $d$  - диаметр отпечатка, мм.

Запись результата измерения состоит из числового значения твердости из трех значащих цифр, символа твердости по Бринеллю  $HB(HBW)$ , диаметра шарика, приложенного усилия и продолжительности выдержки под нагрузкой, если последняя отличается от (10...15) с. Например, запись 575  $HBW$  2,5/187/30 означает твердость по Бринеллю 575 единиц, измеренную при применении шарика из твердого сплава диаметром 2,5 мм, при усилии 187 кгс и продолжительности выдержки под нагрузкой 30 с.

При измерении твердости индентором диаметром 10 мм при усилии 3000 кгс и продолжительности выдержки от 10 до 15 с твердость по Бринеллю обозначают только числовым значением твердости и символом  $HB$  или  $HBW$ , например 185  $HB$ , 620  $HBW$ . При твердости металлов более 450 единиц по Бринеллю для измерения используют шарик только из твердого сплава, во избежание деформации индентора, а при твердости менее 450 единиц применяют стальные шарик или шарик из твердого сплава. Максимально допустимая твердость металлов при применении метода Бринелля в 650 единиц.

Отбор и подготовка образцов к измерению состоит из следующих этапов:

1. Определяется необходимая толщина образца, которая должна превышать глубину отпечатка не менее чем в 8 раз. В любом случае после испытаний на противоположной стороне образца не должно быть заметно следов деформации от индентора.

2. Поверхность образца (изделия) должна быть гладкой, ровной и свободной от окарины или оксидной пленки. Обработку поверхности образца (изделия) допускается проводить шлифовкой на наждачной бумаге или мелким напильником. При использовании шарика диаметром 1 мм поверхность образца должна быть отполирована.

3. Используя стандарт ГОСТ 9012 – 59 выбираются оптимальные усилия измерения (диаметр шарика, усилие, длительность выдержки).

Диаметр отпечатка  $d$  измеряют с помощью инструментального микроскопа или других средств измерения.

### 3. Измерение твердости методом Роквелла (ГОСТ 9013-59)

Сущность метода Роквелла заключается во внедрении в поверхность образца (или изделия) алмазного конуса или стального сферического наконечника под действием последовательно прикладываемых предварительного  $F_0$  и основного  $F_1$  усилий и в определении глубины внедрения индентора после снятия основного усилия  $F_1$ . Принципиальным отличием метода измерения твердости по Роквеллу от метода Бринелля заключается в том, что в методе Роквелла за меру твердости принимают **глубину отпечатка**, а в методе Бринелля **диаметр отпечатка**.

Для измерения твердости используют специальные приборы (например, твердомер ТК – 2). Приборы должны обеспечивать приложение усилий, указанных в табл.1.

В качестве индентора используются: алмазный конусный наконечник (шкалы  $A$ ,  $C$ ); стальной шариковый наконечник диаметром 1,588 мм (шкалы  $B$ ).

Численное значение твердости считывается со шкалы индикатора или показателя цифрового отсчетного устройства прибора с округлением результата до 0,5 единицы твердости. Запись результата измерения состоит из численного значения твердости из трех значащих цифр и символа твердости. Например, запись 65,0  $HRC$  означает твердость по Роквеллу равную 65 условным единицам по шкале  $C$ , полученным при вдавливании алмазного наконечника в поверхность образца (изделия) с общим усилием  $F = 1500 H$ .

Таблица 1

Условия измерения твердости методом Роквелла

Шкала твердости	Обозначение единиц измерения	Предварительное усилие $F_0, H$	Основное усилие $F_1, H$	Общее усилие $F, H$	Диапазон измерения единиц твердости
$A$	$HRA$	100	500	600	20...88
$B$	$HRB$	100	900	1000	20...100
$C$	$HRC$	100	1400	1500	20...70

Отбор и подготовка образцов к измерению твердости проводится аналогично рассмотренным в методе Бринелля.

Твердость по шкале  $A$  измеряют на твердых сплавах, на металлах после поверхностной упрочняющей обработки, на тонких и хрупких образцах. Твердость по шкале  $B$  измеряют на сталях в отожженном состоянии, на цветных металлах, если их твердость не превосходит 200  $HB$ . Твердость по шкале  $C$  измеряют на упрочненных термообработкой или пластическим деформированием сталях и тугоплавких металлах и сплавах.

Выбор шкалы осуществляется из следующих соображений:

- если твердость образца (изделия) не известна, то первое измерение следует проводить по шкале  $C$ ;

- если твердость при этом окажется больше 20  $HRC$ , то это число принимают за результат измерения;

- если твердость окажется менее 20  $HRC$ , то следует повторно измерить твердость по шкале  $B$ .

В настоящее время получены зависимости, описывающих связь твердости с характеристиками механических свойств, получаемых при испытаниях на растяжение, ползучесть, сопротивление усталости, износ, некоторые из которых приведены в табл.2.

Таблица 2

Формулы перевода единиц твердости в характеристики прочности при растяжении

Формула перевода	Погрешность	Область применения
$\sigma_{0.2} = 3,67 \cdot HB - 240$	$\approx 10 \%$	Легированные стали перлитного и мартенситного классов ( $HB \geq 150$ )
$\sigma_{0.2} = 2 \cdot HB$	$\approx 10 \%$	То же ( $HB < 150$ )
$\sigma_B = 3,45 \cdot HB$	$< 10 \%$	Углеродистые и низколегированные стали ( $HB \geq 150$ )
$\sigma_B = 325 + 207 \cdot \exp(0,0377 \cdot HRC)$	$\approx 2 \%$	Углеродистые и легированные конструкционные стали в литом, горячекатанном и термообработанном состояниях

#### Отчет

1. Определить твердость образцов различных материалов. На каждом образце твердость измерить три раза и за результат измерений принять среднее арифметическое значение.
2. Заполнить табл. 3. Для сравнения твердости разных образцов все результаты измерений, полученные при различных нагрузках и на различных шкалах пересчитать в твердость по Бринеллю.
3. Используя табл. 2 определить предел прочности при растяжении для исследуемых сталей. Полученные результаты занести в табл.3.
4. Сделать выводы о влиянии состава материала, термической, термомеханической и механической обработки на твердость металлического материала. Указать, какой способ упрочнения сталей является наиболее эффективным.

Таблица 3

Материал	Тип индентора	Нагрузка, Н	Твердость			$\sigma_B$ , МПа
			HRB	HRC	HB	
Медь						
Латунь						
Алюминий						
Дюралюмин						
Сталь в холоднокатанном состоянии						
Сталь в горячекатанном состоянии						
Сталь в отожженном состоянии						
Сталь в закаленном состоянии						
Сталь в отпущенном состоянии						

Контрольные вопросы:

1. Что называется твердостью металлов?
2. Как обозначается твердость по Роквеллу и Бринеллю?
3. В чем разница методов измерения твердости по Бринеллю и Роквеллу?
4. Каким методом можно измерить твердость закаленной стали?
5. Каким методом следует измерять твердость алюминиевых деталей?
6. Как влияет на твердость металла термообработка, обработка давлением?
7. Запишите результат измерения твердости, если стрелка индикатора твердости остановилась на значении 46,75 HRB

8. Почему при измерении твердости неизвестного материала нужно в качестве индентора использовать алмаз?

*Литература:*

1. ГОСТ 9012-59
2. ГОСТ 9013-59
3. Геллер Ю.А., Рахшадт А.Г. Материаловедение, М., Металлургия. 1980. 447с.
4. Самохоцкий А.И., Куняевский М.Н. Лабораторные работы по металловедению и термической обработке металлов. М. Машиностроение, 1981, 173 с
5. Паисов И.В. Пособие к лабораторным работам по материаловедению и термической обработки металлов, М., Металлургия, 1968, 95с

## **Лабораторная работа № 2** **Микроскопический анализ материалов**

**Цель работы :**

1. Изучить методику приготовления микрошлифов
2. Изучить оптическую схему и конструкцию вертикального металлографического микроскопа МИМ-7
3. Зарисовать микроструктуры микрошлифов с помощью микроскопа МИМ-7

**Краткие теоретические сведения:**

Под микроанализом понимают изучение строения металлов и сплавов с помощью металлографического микроскопа при увеличении в 50—2000 раз.

При помощи микроанализа определяют:

- 1) форму и размер кристаллических зерен, из которых состоит металл или сплав;
- 2) изменение внутреннего строения сплава, происходящее под влиянием различных режимов термической и химико-термической обработки, а также после внешнего механического воздействия на сплав;
- 3) микропороки металла — микротрещины, раковины и т. п.;
- 4) неметаллические включения — сульфиды, оксиды и др.;
- 5) химический состав некоторых структурных составляющих по их характерной форме и характерному окрашиванию специальными реактивами и в некоторых случаях приблизительно определяют химический состав изучаемого сплава.

Для микроскопического анализа из испытываемого материала вырезают образец и путем ряда операций (шлифования, полирования, травления) доводят до такого состояния, когда при рассмотрении его в металлографический микроскоп выявляются неметаллические включения, мелкие поры, графит в чугунах (после шлифования и полирования) или микроструктура (после шлифования, полирования и травления).

Подготовленная для исследования под микроскопом поверхность образца называется *микрошлифом*.

Таким образом, микроскопический анализ состоит: 1) из приготовления микрошлифов и 2) исследования микрошлифов с помощью металлографического микроскопа.

На вырезанном образце выравнивают поверхность, которая предназначена для микроанализа. Получение плоской поверхности достигается опиливанием напильником (если материал мягкий) или заточкой на абразивном круге (если материал твердый). При заточке образца из закаленной стали необходимо следить за тем, чтобы образец сильно не нагревался, так как при этом в поверхностном слое может произойти отпуск и структура стали изменится. Поэтому при заточке образец необходимо периодически охлаждать погружением в воду.

Полученную плоскую поверхность образца шлифуют на шлифовальной (наждачной) шкурке с зернами различных размеров (номеров) .

Шлифование начинают на шкурке с более крупным абразивным зерном, затем постепенно переходят на шлифование шкуркой с более мелким абразивным зерном.

Шлифуют вручную на шкурке, положенной на толстое стекло, или на специальных шлифовальных станках. При шлифовании вручную образец подготовленной плоскостью прижимают рукой к шлифовальной шкурке и водят им по бумаге в направлении,



перпендикулярном к рискам, полученным после опилования напильником. Шлифуют до полного исчезновения рисок, после этого поверхность образца вытирают ватой (или промывают), поворачивают на  $90^\circ$  и шлифуют на шкурке с более мелким абразивным зерном до полного исчезновения рисок, полученных от предыдущего шлифования. При замене шкурки одного размера зернистости другим образец вытирают ватой и поворачивают на  $90^\circ$ , чтобы риски при последующей обработке получались перпендикулярными к рискам от предыдущей обработки.

Можно шлифовать также специальными пастами, нанесенными на небольшие листы чертежной бумаги.

Механическое шлифование осуществляется на специальных шлифовальных машинах, имеющих несколько кругов диаметром 200—250 мм, приводимых во вращение от электродвигателя. На поверхность кругов надевают или наклеивают шлифовальную шкурку. Методика механического шлифования аналогична методике ручного шлифования.

После окончания шлифования на шлифовальной шкурке самой мелкой зернистости полированием удаляют риски и обрабатываемая поверхность образца получается блестяще зеркальной. Полировать можно механическим и электролитическим способами.

Механическое полирование производят на специальном полировальном станке, обтянутом сукном или фетром. Сукно смачивают полировальной жидкостью.

После полирования образец промывают водой; полированную поверхность протирают ватой, смоченной спиртом, а затем просушивают прикладыванием фильтровальной бумаги или легким протиранием сухой ватой.

Чтобы предохранить полированную поверхность от окисления, образцы хранят в эксикаторе с хлористым кальцием.

При электролитическом полировании в ванну с электролитом погружают полируемый образец, являющийся анодом, и катод из нержавеющей стали. Для электролитического полирования различных сталей, чугунов и сплавов цветных металлов применяют различного состава электролиты и различные режимы.

При электролитическом полировании под действием тока в процессе электролиза на поверхности металла образуется пленка продуктов анодного растворения: толщина пленки на выступах значительно меньше, чем во впадинах, поэтому выступы растворяются более интенсивно и поверхность образца выравнивается.

При электролитическом полировании поверхность образца получается без пленки деформированного металла и, следовательно, без искажения структуры в поверхностном слое, что возможно при механическом полировании.

По зеркальной поверхности образца, полученной после полирования, нельзя судить о строении сплава. Только неметаллические включения (сульфиды, оксиды, графит в сером чугуне) вследствие их окрашенности в различные цвета резко выделяются на светлом фоне полированного микрошлифа. Поэтому для выявления микроструктуры полированную поверхность образца подвергают травлению, т. е. действию растворов кислот, щелочей, солей. При травлении неоднородные участки металла или сплава становятся видимыми под микроскопом.

Сущность процесса выявления структуры металлов и сплавов травлением заключается в различной степени растворения или окрашивания отдельных структурных составляющих — зерен чистых металлов, твердых растворов, химических соединений. Различные структурные составляющие обладают разным электродным потенциалом. Когда полированная поверхность сплава покрыта травителем, являющимся электролитом, одни структурные составляющие сплава, имеющие более электроотрицательный электродный потенциал, будут являться анодами и растворяться, другие структурные составляющие, с более положительным электродным потенциалом, будут катодами и сохраняться неизменными. Так как таких анодных и катодных участков много, то в результате травления на поверхности микрошлифа образуются многочисленные впадины и выступы, которые и характеризуют микроструктуру сплава.

При освещении протравленного микрошлифа на металлографическом микроскопе лучи света будут по-разному отражаться от различно протравившихся структурных составляющих. Структурные составляющие, протравившиеся слабо, отразят в поле зрения микроскопа больше лучей света и будут казаться светлыми; структурные составляющие, протравившиеся сильно, отразят в поле зрения микроскопа, вследствие рассеяния света, меньше лучей и будут казаться темными. Таким образом, на разнице в состоянии поверхности и количестве отраженных лучей и основано выявление структуры сплавов.

Продолжительность травления зависит от марки стали и структуры, но обычно достаточна выдержка в несколько секунд.

Признаком протравливания является потускнение поверхности. После травления микрошлиф промывают водой, протирают ватой, смоченной спиртом, а затем просушивают прикладыванием фильтровальной бумаги или легким протиранием сухой ватой.

В результате травления должно быть четкое выявление микроструктуры.

После изготовления микрошлифа необходимо исследовать его микроструктуру с помощью оптического микроскопа.

Качество микроскопа характеризуется возможным увеличением, совершенством изображения, разрешающей способностью микроскопа.

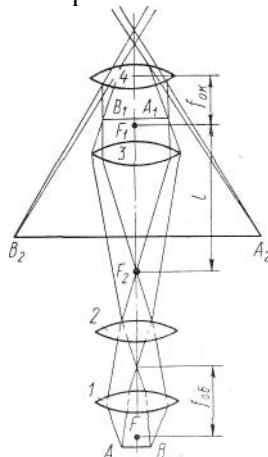


Рис. 1 Оптическая схема микроскопа

Увеличение микроскопа равно произведению увеличений объектива и окуляра. Объектив увеличивает рассматриваемый предмет, а окуляр увеличивает лишь изображение, получаемое от объектива, и не добавляет к нему никаких новых особенностей структуры, если они не выявлены объективом.

Увеличение объектива

$$N_{об} = \frac{l}{f_{об}}$$

где  $l$  — оптическая длина тубуса, т. е. расстояние между соседними фокусами  $F_1$  и  $F_2$ , для микроскопа МИМ-7 оно равно 250 мм;

$f_{об}$  — фокусное расстояние объектива.

Увеличение окуляра, так же как и для лупы,

$$N_{ок} = \frac{250}{f_{ок}}$$

где  $f_{ок}$  — фокусное расстояние окуляра.

Общее увеличение микроскопа

$$N_{м} = N_{об} N_{ок} = \frac{l}{f_{об}} \cdot \frac{250}{f_{ок}}$$

Разрешающая способность микроскопа  $d$  (способность различать мельчайшие детали предмета) характеризуется уравнением

$$d = \frac{\lambda}{A}$$

где  $\lambda$  — длина волны света в ангстремах;

$A$  — числовая апертура объектива.

Световые лучи от электрической лампы 1 (рис. 2) проходят через коллектор 2 и, отражаясь от зеркала 3, попадают на светофильтр 4 (обычно желтый для получения изображения с резкими контурами), затем на апертурную диафрагму 5 (для ограничения световых пучков и получения высокой четкости изображения), линзу 6, фотозатвор 7, полевою диафрагму 8 (для ограничения освещенного поля рассматриваемого участка на микрошлифе), преломляются пентапризмой 9, проходят через линзу 10, попадают на отражательную пластинку 11 направляются объектив 12 и



на микрошлиф 13, установленный на предметном столике. Отразившись от микрошлифа 13, лучи вновь проходят через объектив 12 и, выходя из него параллельным пучком, попадают на отражательную пластинку 11 и ахроматическую линзу 14. При визуальном наблюдении в ход лучей вводится зеркало 15, которое отклоняет лучи в сторону окуляра 16. При фотографировании зеркало 15 выключается выдвижением тубуса вместе с окуляром и зеркалом и лучи направляются непосредственно к фотоокуляру 17, проходят через него на зеркало 18, от которого отражаются и попадают на матовое стекло 19, где и дают изображение. Для фиксирования микроструктуры матовое стекло 19 заменяется кассетой с фотопластинкой.

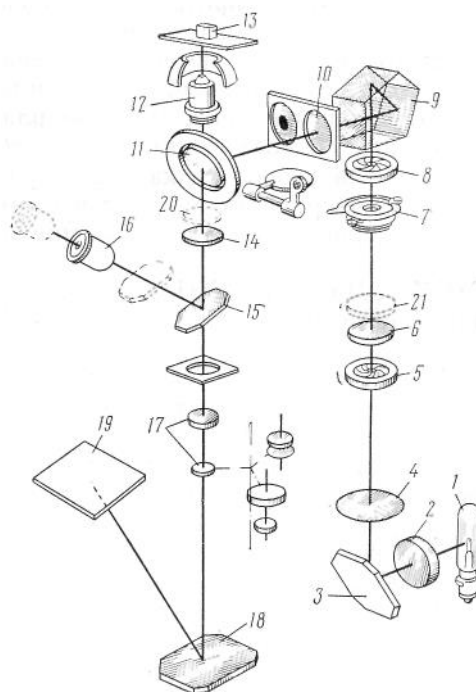


Рис. 2. Оптическая система микроскопа МИМ-7

Для наблюдения в поляризованном свете в систему включают вкладной анализатор 20 и поляризатор 21.

Микроскоп МИМ-7 (рис. 3) состоит из трех основных частей: осветителя, корпуса и верхней части.

Осветитель I имеет фонарь 1, внутри кожуха которого находится лампа. Центрировочные винты 2 служат для совмещения центра нити лампы с оптической осью коллектора.

Корпус II микроскопа. В корпусе микроскопа находятся: диск 3 с набором светофильтров; рукоятка 4 переключения фотоокуляров; посадочное устройство для рамки 5 с матовым стеклом или кассеты с фотопластинкой 9 X 12 мм; узел апертурной диафрагмы, укрепленный под оправой осветительной линзы 6; кольцо с накаткой 7, служащее для изменения диаметра диафрагмы; винт 8, вращением которого смещается диафрагма для создания косого освещения; винт 9 для фиксации поворота апертурной диафрагмы.

Верхняя часть III микроскопа имеет следующие детали.

1. Иллюминаторный тубус 10, в верхней части которого расположено посадочное отверстие под объектив. На патрубке иллюминаторного тубуса расположена рамка с линзами 11 для работы в светлом и темном поле и рукоятка 12 для включения диафрагмы 24 при работе в темном поле; под кожухом 13 — пентапризма. В нижней части кожуха 13 расположены центрировочные винты 14 полевой диафрагмы, диаметр которой изменяют при помощи поводка 15. Под конусом полевой диафрагмы находится фотозатвор 16.

2. Визуальный (зрительный) тубус 17, в отверстие которого вставляется окуляр 18. При визуальном наблюдении тубус вдвигают до упора, а при фотографировании выдвигают его до отказа.

3. Предметный столик 19, который при помощи винтов 20 может передвигаться в двух взаимно перпендикулярных направлениях. В центре предметного столика имеется окно, в него вставляют одну из сменных подкладок 21 с отверстиями различного диаметра. На предметном столике расположены держатели, состоящие из вертикальных колонок 22 и пружинящих

прижимов 23, которыми микрошлиф прижимается к подкладке предметного столика. Макрометрический винт 24 служит для перемещения предметного столика в вертикальном направлении и этим производится грубая наводка на фокус. Зажимным винтом 25 фиксируют определенное положение предметного столика, чтобы он самопроизвольно не опускался. Для установки столика 19 на нужной высоте на кронштейне столика награвирована риска, которая устанавливается против точки, награвированной на корпусе микроскопа.

4. Микрометрический винт 26, с помощью которого объектив перемещают в вертикальном направлении и точно наводят на фокус. Расход микрометрической подачи 3 мм, цена деления барабана — 0,003 мм.

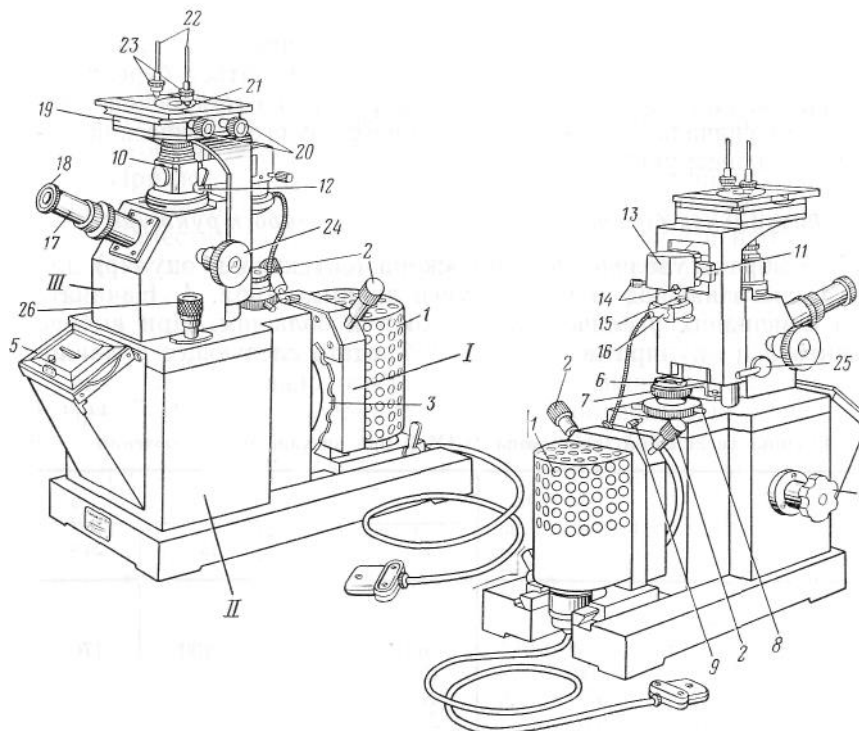


Рис. 4. Общий вид микроскопа МИМ-7

## ОТЧЕТ

1. Ознакомиться с конструкцией и оптической схемой микроскопа МИМ-7.
2. Зарисовать микроструктуры микрошлифов
2. Сделать выводы по работе

### Контрольные вопросы:

1. Что такое микроанализ и для чего его используют?
2. Назовите этапы приготовления микрошлифа
3. Что входит в оптическую систему микроскопа МИМ-7?
4. Что называют объективом и окуляром?
5. Как подсчитать общее увеличение микроскопа?
6. Что представляет собой осветительная часть микроскопа?
7. Какие структурные составляющие можно увидеть на нетравленном шлифе?

### Литература:

1. Геллер Ю.А., Рахштадт А.Г. Материаловедение, М., Металлургия. 1980. 447с.
2. Лахтин Ю.М., Леонтьев В.П. Материаловедение, М., Машиностроение, 1980, 405с

3.Самохоцкий А.И., Кунявский М.Н. Лабораторные работы по металловедению и термической обработке металлов.М.Машиностроение, 1981, 173с.

4.Паисов И.В. Пособие к лабораторным работам по материаловедению и термической обработки металлов,М.,Металлургия, 1968, 95с.

### Лабораторная работа №3 Изучение микроструктуры железоуглеродистых сплавов (стали)

#### Цель работы:

1. Изучить микроструктуры технического железа, углеродистых сталей в равновесном состоянии.
2. Схематически зарисовать и описать изучаемые микроструктуры.
3. Разобрать микроструктуры по диаграмме состояния железо—цементит.
4. Составить отчет о работе.

#### Краткие теоретические сведения:

Микроструктура технического железа и углеродистых сталей для равновесных условий характеризуется нижней левой частью диаграммы состояния железо-цементит (рис. 1).

Сплавы с содержанием до 0,02% С называются техническим железом, от 0,02 до 0,8% С — доэвтектоидными сталями и от 0,8 до 2,14% С — заэвтектоидными сталями. Сплав с содержанием 0,8% С называется эвтектоидной сталью.

Микроструктура технического железа. Растворимость углерода в  $\alpha$ -железе переменная (см. линию PQ на диаграмме железо — цементит). С понижением температуры растворимость углерода в  $\alpha$ -железе понижается. При 727° С в  $\alpha$ -железе растворяется 0,02% С, а при комнатной температуре 0,006% С. Поэтому сплавы железа с содержанием до 0,006% С имеют структуру только твердого раствора углерода в  $\alpha$ -железе, т. е. феррита. На рис.2 дана микроструктура феррита. В сплавах с содержанием от 0,006 до 0,02% С в связи с понижением растворимости углерода в  $\alpha$ -железе при понижении температуры из феррита выделяется цементит, называемый третичным. Третичный цементит выделяется по границам зерен феррита (рис. 3).

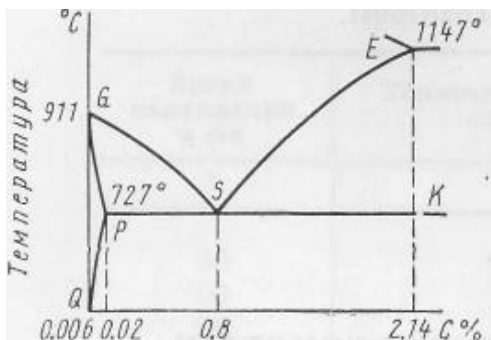


Рис. 1. Нижняя часть диаграммы состояния железо — цементит

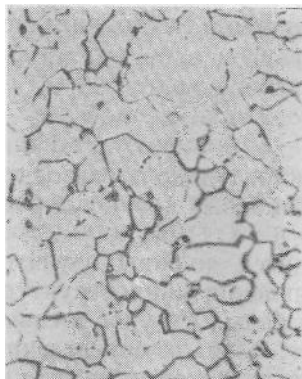


Рис. 2. Железо — феррит (x 200)



Рис. 3. Сталь с 0,015% С — феррит и третичный цементит (x500)

Микроструктура доэвтектоидной и эвтектоидной стали. Микроструктура доэвтектоидной стали (до 0,8% С) состоит из феррита и перлита. Микроструктура эвтектоидной стали (0,8% С) состоит из одного перлита. Микроструктура феррита дана на рис. 2. Что же представляет собой вторая структурная составляющая доэвтектоидных сталей — перлит?

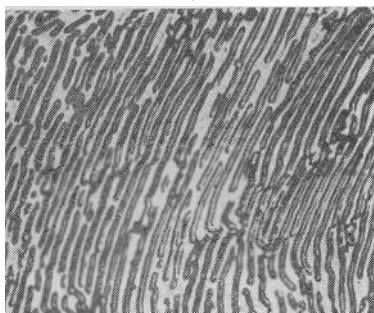


Рис. 4. Эвтектоидная сталь с 0,8% С — перлит (x1000)

На рис. 4 дана микроструктура перлита. Перлит — это эвтектоид — механическая смесь феррита и цементита, получающаяся в результате распада аустенита с 0,8% С. При травлении шлифа стали с 0,8% С, т. е. эвтектоидной стали, поверхность имеет перламутровый отлив, в связи с чем такую структуру и назвали перлитом. На микроструктуре перлита общий светлый фон — феррит, выступающие пластины — цементит, темные места — тени. В зависимости от скорости охлаждения пластины цементита в перлите могут быть длиннее или короче и толще или тоньше.

В доэвтектоидной стали после травления феррит выявляется в виде светлых полей, а перлит — в виде полей полосчатого строения, более темных, чем феррит. Количество перлита и феррита в доэвтектоидной стали зависит от содержания углерода. С увеличением содержания углерода количество феррита уменьшается, а количество перлита увеличивается (рис. 5).

По микроструктуре доэвтектоидной стали можно приблизительно определить содержание в ней углерода, для чего по микроструктуре нужно ориентировочно определить площадь (в процентах), занимаемую ферритом и перлитом. В связи с тем, что в феррите растворено очень небольшое количество углерода, практически можно считать, что в доэвтектоидной стали весь углерод находится в перлите.

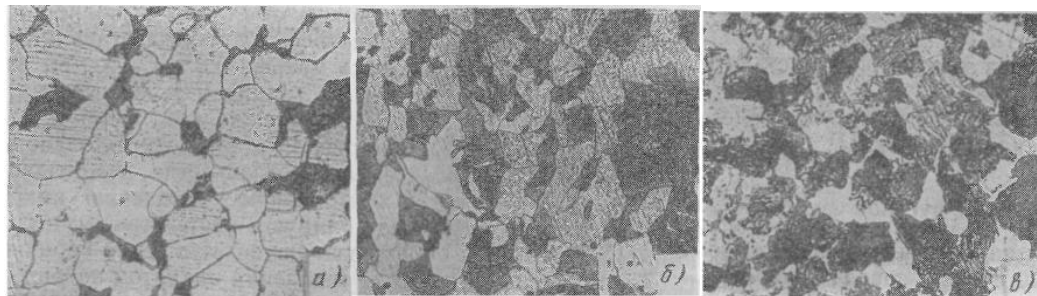


Рис. 6. Доэвтектоидные стали — феррит и перлит (x500):

а — 20% перлита; б — 40% перлита; в — 70% перлита

Тогда содержание углерода С в стали можно определить по формуле  $C = \frac{F_n \cdot 0.8}{100} \%$

где  $F_n$  — площадь, занимаемая перлитом, в %.

Предположим, например, что 30% всей площади занято ферритом, 70% — перлитом.

Содержание углерода в такой стали будет  $C = \frac{70 \cdot 0.8}{100} = 0.56\%$

Микроструктура заэвтектоидной стали. Сталь с содержанием углерода от 0,8 до 2,14% называется заэвтектоидной и имеет структуру, состоящую из перлита и вторичного цементита. Вторичный цементит выделяется из аустенита при охлаждении от температуры  $A_{cm}$  (линия SE) до температуры  $Ar_1$  (линия PSK) (см. рис. 1) вследствие уменьшения растворимости углерода в аустените.

При медленном охлаждении вторичный цементит выделяется в виде сетки по границам зерен аустенита. При достижении температуры  $A_{r1}$  аустенит превращается в перлит. В результате медленного охлаждения заэвтектоидная сталь имеет структуру



Рис. 7. Заэвтектоидная сталь с 1,2% С — перлит и цементит (x500)

Чем больше углерода в заэвтектоидной стали, тем более массивной (толстой) получается цементитная сетка.

#### ОТЧЕТ

1. Просмотреть и изучить микроструктуры технического железа и углеродистых сталей с различным содержанием углерода в равновесном состоянии.
2. Каждую микроструктуру зарисовать.
3. Под каждой зарисованной микроструктурой дать подпись с указанием наименования сплава, его химического состава, наименования структуры и увеличения.
4. На каждой зарисованной микроструктуре указать стрелками различные фазы и структурные составляющие и около стрелок, на полях, написать их наименование.
5. Изобразить диаграмму состояния железо—цементит, провести на ней вертикальные линии, соответствующие рассматриваемым сплавам, и дать описание процессов превращений, происходящих при охлаждении.

#### **Контрольные вопросы:**

1. Какие сплавы называются техническим железом?
2. Что представляют собой доэвтектоидные, эвтектоидные и заэвтектоидные стали?
3. Дайте характеристику структурной составляющей- перлит
4. Как изменяется структура стали при увеличении в ней количества углерода?
5. Что такое третичный цементит?
6. По зарисованным структурам опишите микроструктуру доэвтектоидной стали
7. По зарисованным структурам опишите микроструктуру эвтектоидной стали
8. По зарисованным структурам опишите микроструктуру заэвтектоидной стали

#### **Литература:**

1. Геллер Ю.А., Рахштадт А.Г. Материаловедение, М., Металлургия. 1980. 447с.
2. Лахтин Ю.М., Леонтьев В.П. Материаловедение, М., Машиностроение, 1980, 405с
3. Самохоцкий А.И., Кунявский М.Н. Лабораторные работы по материаловедению и термической обработке металлов. М. Машиностроение, 1981, 173с.
4. Паисов И.В. Пособие к лабораторным работам по материаловедению и термической обработки металлов, М., Металлургия, 1968, 95с.

#### **Лабораторная работа №4**

#### **Изучение микроструктуры железоуглеродистых сплавов (чугуны)**

##### **Цель работы:**

1. Изучить микроструктуры: серых и белых чугунов в нетравленном и травленном виде.

2. Схематически зарисовать и описать изучаемые структуры.
3. Составить отчет по работе.

### Краткие теоретические сведения:

#### **Микроструктура белых чугунов**

В белых чугунах весь углерод находится в связанном состоянии, т. е. в виде цементита. Белый чугун в зависимости от содержания углерода разделяется на доэвтектический (от 2,14 до 4,3%С), эвтектический (4,3% С) и заэвтектический (от 4,3 до 6,67% С). Во всех белых чугунах имеется цементитная эвтектика (ледебурит). Эвтектический белый чугун состоит только из одного ледебурита, поэтому рассмотрение структуры белого чугуна целесообразно начинать со структуры эвтектического белого чугуна.

Микроструктура эвтектического белого чугуна. Микроструктура эвтектического белого чугуна состоит только из одного ледебурита (цементитной эвтектики), образующегося при  $1147^{\circ}\text{C}$  при эвтектической кристаллизации жидкого сплава с содержанием 4,3% С и состоящего (при  $1147^{\circ}\text{C}$ ) из эвтектического цементита и аустенита, содержащего 2,14% С (точка *E* на диаграмме железо—цементит). При последующем охлаждении вследствие уменьшения растворимости углерода в аустените (линия *SE* на диаграмме железо—цементит, рис. 1) из аустенита выделяется (как и в заэвтектоидных сталях) вторичный цементит. Вторичный цементит сливается с цементитом эвтектическим, поэтому в структуре эвтектики невозможно указать, где находится в отдельности эвтектический цементит и вторичный цементит.

При  $727^{\circ}\text{C}$  эвтектика состоит из цементита (эвтектического и вторичного) и аустенита с содержанием 0,8% С. При этой температуре аустенит превращается в перлит. Таким образом, после полного охлаждения ледебурит (цементитная эвтектика) состоит из цементита и перлита (рис. 2).

Микроструктура доэвтектического белого чугуна. Доэвтектический белый чугун после полного охлаждения имеет следующую структуру: ледебурит (цементитная эвтектика) + перлит + вторичный цементит. Вторичный цементит выделяется из аустенита, содержащего при  $1147^{\circ}\text{C}$ —2,14% С, а при  $727^{\circ}\text{C}$ —0,8% С.

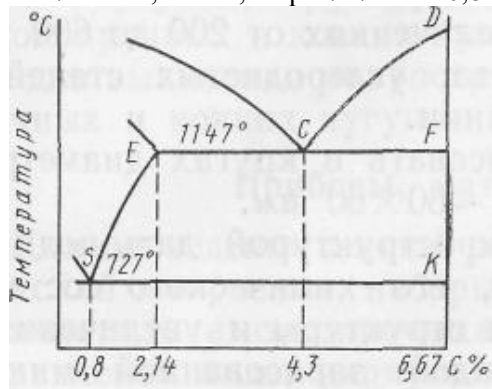


Рис. 1. Правая часть диаграммы состояния железо—цементит

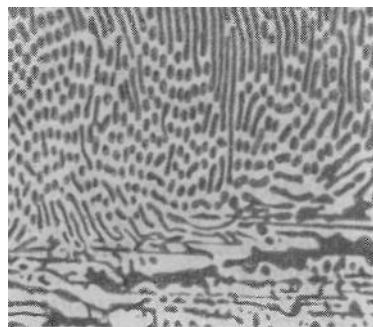


Рис. 2. Эвтектический белый чугун

В белых чугунах с низким содержанием углерода (близким к 2,14%) вторичный цементит выявляется достаточно отчетливо, так как в таких чугунах мало ледебурита.

С увеличением содержания углерода, когда ледебурита становится относительно много, вторичный цементит в структуре сливается с цементитом ледебурита (эвтектическим). Можно считать, что структура таких доэвтектических белых чугунов состоит из ледебурита (цементитной эвтектики) и перлита. На рис. 3 дана микроструктура доэвтектического белого чугуна.

Микроструктура заэвтектического белого чугуна. Микроструктура заэвтектического белого чугуна состоит из ледебурита (цементитной эвтектики) и первичного цементита (рис. 4).

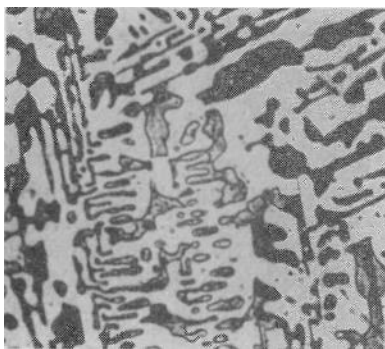


Рис. 3. Дозвтектический белый чугун—перлит и ледебурит (х500)

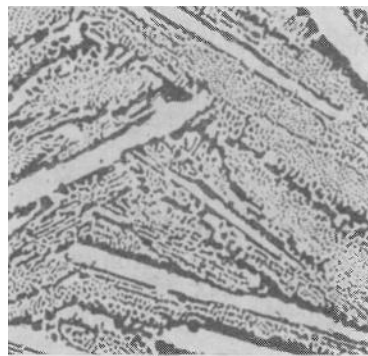


Рис. 4 Заэвтектический белый чугун — цементит первичный и ледебурит (х500)

### Микроструктура серых чугунов

Микроструктура серых чугунов При рассмотрении в микроскоп нетравленного микрошлифа серого чугуна хорошо видны включения пластинчатого графита (рис. 5). На величину и расположение включений графита влияют скорость охлаждения, температура и время выдержки расплавленного чугуна перед отливкой, химический состав чугуна, введение в чугун некоторых примесей (модификаторов). Например, скорость охлаждения влияет таким образом, что при прочих равных условиях графит образуется тем крупнее, чем медленнее охлаждение.

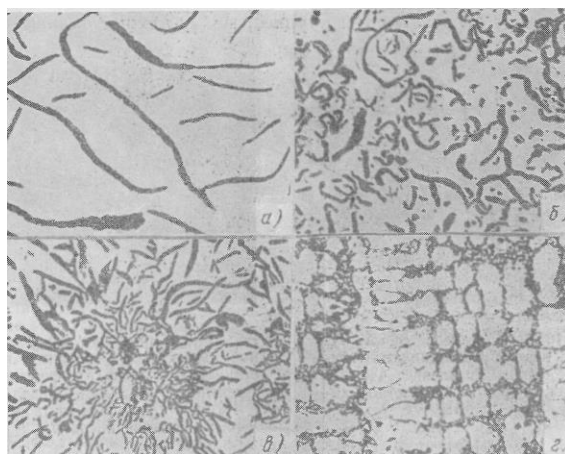


Рис. 5. Включения пластинчатого графита. Шлифы нетравленные (х100): а — прямолинейные; б — завихренные; в — розеточные; г — междендритные

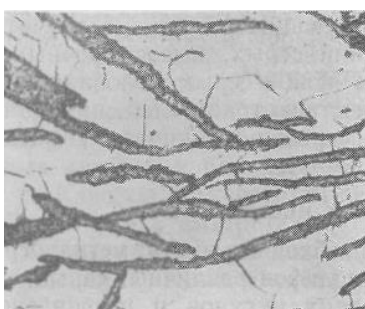


Рис. 6. Ферритный серый чугун — феррит и пластинчатый графит



Рис. 7 Феррито-перлитный серый чугун — феррит + перлит+пластинчатый графит

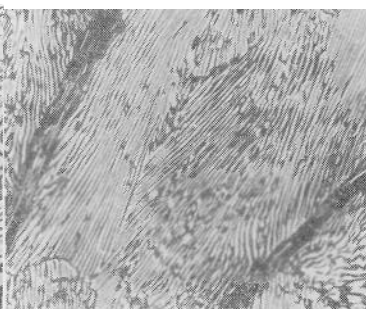


Рис. 8 Перлитный серый чугун — перлит и пластинчатый графит

Чем больше перегрев жидкого чугуна и чем дольше время выдержки при этом, тем мельче получаются графитные включения.

После травления в 2—4%-ном спиртовом растворе азотной кислоты металлическая основа в серых чугунах очень сходна с микроструктурой сталей и в зависимости от количества связанного углерода может быть ферритной, феррито-перлитной и перлитной.



Таким образом, возможны следующие типы структур серых чугунов: феррит + пластинчатый графит — ферритный серый чугун (рис. 6); феррит + перлит + пластинчатый графит — феррито-перлитный серый чугун (рис. 7) (соотношение количества феррита и перлита в структуре чугуна может быть различным, в зависимости от химического состава и условий охлаждения); перлит + пластинчатый графит — перлитный серый чугун (рис. 8).

#### Микроструктура высокопрочных чугунов

При рассмотрении в микроскоп нетравленного микрошлифа высокопрочного чугуна хорошо видны включения шаровидного графита (рис. 9).

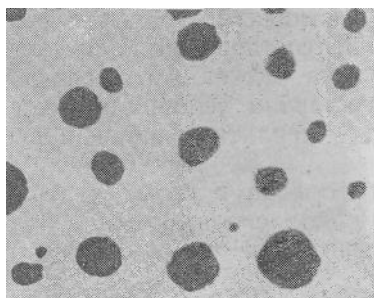


Рис. 9. Высокопрочный чугун—включения шаровидного графита, шлиф нетравлен (x100)

Травление микрошлифа высокопрочного чугуна производят 2—4%-ным спиртовым раствором азотной кислоты.

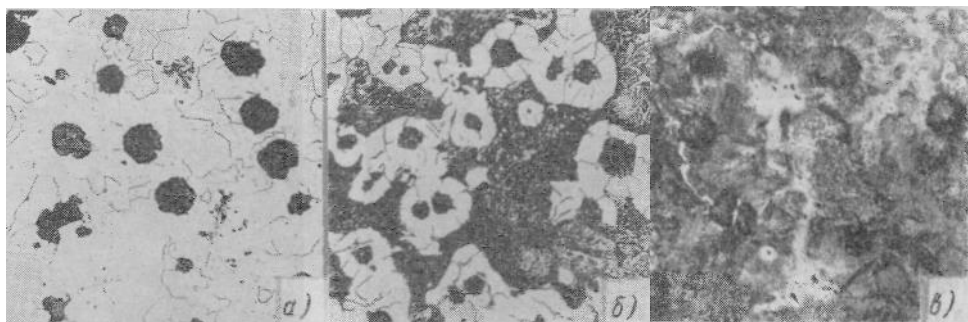


Рис. 10 Высокопрочный чугун (x100)

*а* — феррит и шаровидный графит; *б* — феррит + перлит + шаровидный графит; *в* — перлит и шаровидный графит

В высокопрочных чугунах могут быть те же типы структур, которые были указаны для серых чугунов, но графит в этих чугунах шаровидный. Таким образом, возможны следующие типы микроструктуры высокопрочных чугунов: феррит + шаровидный графит — ферритный высокопрочный чугун (рис. 10, *а*); феррит + перлит + шаровидный графит — феррито-перлитный высокопрочный чугун (рис. 10, *б*) (соотношение между количеством феррита и перлита в высокопрочном чугуне может быть различным в зависимости от химического состава и условий охлаждения); перлит + шаровидный графит — перлитный высокопрочный чугун (рис. 10, *в*).

Микроструктура ковких чугунов При рассмотрении в микроскоп нетравленного микрошлифа ковкого чугуна хорошо видны включения хлопьевидного графита (углерода отжига) (рис. 11). Микрошлиф ковкого чугуна травят 2—4%-ным спиртовым раствором азотной кислоты.

Металлическая основа ковкого чугуна может быть ферритной, феррито-перлитной и перлитной. В соответствии с этим различают ферритный, феррито-перлитный и перлитный ковкий чугун (рис. 12). При рассмотрении в микроскоп нетравленного микрошлифа ковкого чугуна хорошо видны включения хлопьевидного графита (углерода отжига) (рис. 11). После травления металлическая основа ковкого чугуна может быть ферритной, феррито-перлитной и перлитной. В соответствии с этим различают ферритный, феррито-перлитный и перлитный ковкий чугун (рис. 12).

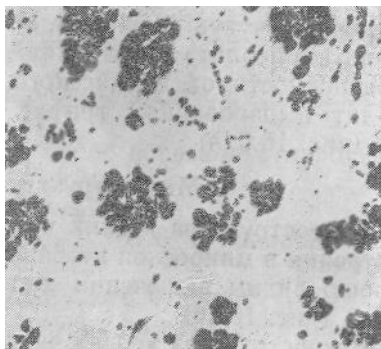


Рис. 11. Ковкий чугун — включения хлопьевидного графита (углерода отжига), шлиф нетравлен (x100)

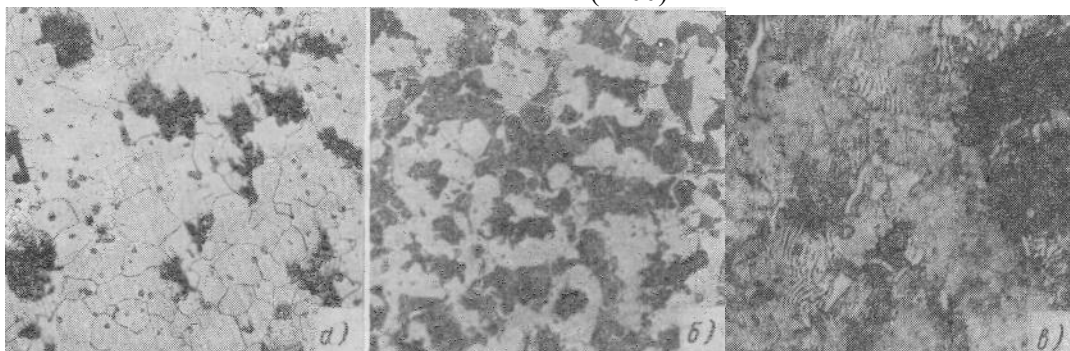


Рис. 12. Ковкий чугун: а — феррит и углерод отжига; б — феррит + перлит + углерод отжига (x200); в — перлит и углерод отжига (x300)

#### ОТЧЕТ

1. Просмотреть и изучить микроструктуры различных чугунов
2. Каждую микроструктуру зарисовать .
3. Под каждой зарисованной микроструктурой дать подпись с указанием наименования сплава, его химического состава, наименования структуры и увеличения.
4. На каждой зарисованной микроструктуре указать стрелками различные фазы и структурные составляющие и около стрелок, на полях, написать их наименование.
5. Изобразить диаграмму состояния железо—цементит, провести на ней вертикальные линии, соответствующие рассматриваемым сплавам, и дать описание процессов превращений, происходящих при охлаждении.

#### **Контрольные вопросы:**

1. Какие сплавы называются чугунами?
2. Что представляет собой металлическая основа у серых чугунов ? Какую роль в формировании свойств она играет?
3. Дайте характеристику структурной составляющей- ледебурит
4. Как изменяется структура белого чугуна при увеличении в нем количества углерода?
5. В чем отличие белых и серых чугунов?
6. Какие чугуны называют ковкими ? Какова их структура?
7. Какие чугуны называют высокопрочными ? Какова их структура?
8. Какие чугуны называют обычными серыми? Какова их структура?

#### **Литература:**

1. Геллер Ю.А. ,Рахштадт А.Г. Материаловедение, М., Металлургия.1980. 447с.
2. Лахтин Ю.М. ,Леонтьев В.П. Материаловедение, .М.,Машиностроение,1980,405с
3. Самохоцкий А.И., Кунявский М.Н. Лабораторные работы по материаловедению и термической обработке металлов.М.Машиностроение, 1981, 173с.
4. Паисов И.В. Пособие к лабораторным работам по материаловедению и термической обработки металлов,М.,Металлургия, 1968, 95с.

## Лабораторная работа № 5 Термическая обработка сталей

### Цель работы

Цель работы — научить учащихся самостоятельно производить закалку и отпуск углеродистой стали.

В процессе выполнения работы учащиеся должны изучить: устройство муфельной печи; методику проведения и режимы закалки и отпуска.

### Приборы, материалы и инструмент

Для проведения работы необходимо иметь: муфельную печь; термоэлектрический пирометр; масляную ванну; соляную ванну; закалочный бак с водой; закалочный бак с маслом; прибор типа Роквелла; образцы углеродистой стали — конструкционной 40— 65 и инструментальной У9— У12; клещи; штангенциркуль; шлифовальную бумагу.

**Подготовка образцов для термической обработки.** Образцы должны быть цилиндрические или прямоугольные диаметром или толщиной 10—15 мм, высотой 15—20 мм из углеродистой конструкционной стали 40—65 и углеродистой инструментальной стали У9—У12. На боковой поверхности каждого образца должно быть клеймо марки стали. Марку стали образца записывают в графу 2 протокола. Образцы измеряют при помощи штангенциркуля, и результаты замера записывают в графу 3 протокола.

### Определение твердости углеродистой стали в исходном (отожженном состоянии)

Определить твердость (по *HRB*) образцов в исходном (отожженном) состоянии, сделать перевод полученного результата на твердость по *HB* и оба значения твердости, записать в графы 4 и 5 протокола. Нормы твердости в отожженном состоянии углеродистой стали приведены в табл. 26.

Таблица 26 Нормы твердости углеродистой стали в отожженном состоянии

Марка стали	Твердость отожженной стали <i>HB</i> (не более)	Марка стали	Твердость отожженной стали <i>HB</i> (не более)
40	197	У9	192
45	207	У10	197
50	217	У12	207

### Закалка образцов и определение твердости углеродистой стали после закалки

**Оборудование для закалки.** Стальные образцы нагревают в муфельных электропечах различных конструкций.

Одна из конструкций муфельной печи, удобной в эксплуатации, показана на рис. 17.1. Печь представляет собой металлический корпус 1, внутри которого помещен муфель, собранный из

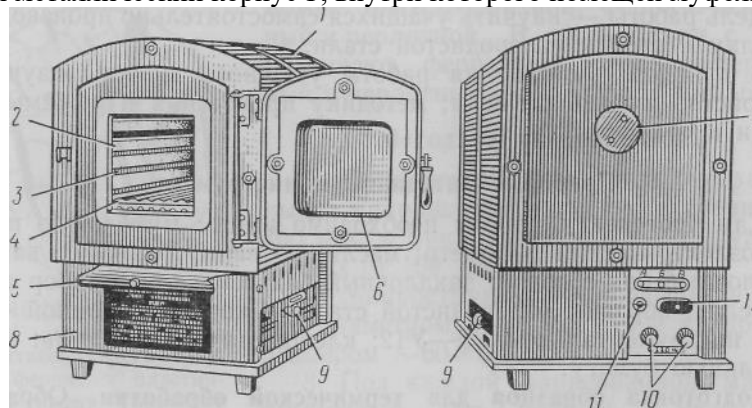


Рис. 17.1. Муфельная печь

четырех шамотных плит 2. В каждой плите имеется по четыре продольных паза, в которых помещены нагревательные спирали 3.

На поду печи установлена отдельная керамическая плитка 4, на которую помещают нагреваемые образцы. При необходимости керамическую плитку можно вынуть, положить на выдвижной столик 5, расположить на плитке образцы и вновь поместить в печь. Пространство между плитами и корпусом заполнено теплоизоляционным материалом. Спереди рабочая камера закрывается

керамической дверцей 6 с металлической обшивкой. В задней стенке печи имеется отверстие 7 для установки термопары.

Температуру в печи регулируют рычажным реостатом, изготовленным в виде подставки 8 к печи. Реостат вводят и выводят передвижением ручки 9, расположенной на правой боковой стенке подставки, где сделаны надписи «Введен» и «Выведен».

На задней стенке подставки находятся две клеммы 10 для подключения шнура и три штепсельных гнезда 11 с буквами А, Б и В. При включении штепсельной вилки 12 в гнезда А и Б печь потребляет полную мощность, а при включении в гнезда Б и В — рабочую мощность.

Максимальная температура нагрева печи 1000° С. Время разогрева до максимальной температуры 120 мин.

Перед тем как включить печь, реостат выводят, т. е. ручку 9 ставят в крайнее правое положение, а штепсельную вилку 12 включают в гнезда А и Б. Затем печь включают в сеть. Когда достигнута максимальная температура, штепсельную вилку 12 переставляют в гнезда Б и В (рабочий режим печи). Если необходима меньшая температура, постепенно вводят реостат передвижением ручки 9 справа налево.

### Методика проведения закалки

1. Определить температуру закалки стали, пользуясь для этого нижней частью диаграммы железо—цементит (рис. 17.2). Для среднеуглеродистых доэвтектоидных сталей (40—65) нормаль-



Рис. 17.2. Оптимальный интервал температур закалки углеродистой стали  
ной температурой закалки является температура на 30—50° С выше линии GS (см. рис. 17.2), т. е.  $A_{c3} + (30—50^{\circ} \text{С})$ . Для высокоуглеродистых заэвтектоидных сталей (У9 — У12) нормальной температурой закалки является температура на 30—50° С выше линии PSK (см. рис. 17.2), т. е.  $A_{c1} + (30—50^{\circ} \text{С})$ . Температуру закалки записать в графу 6 протокола.

2. Определить время нагрева образцов из расчета 1,5 мин на 1 мм диаметра или толщины образца и записать в графу 7 протокола.

3. Образцы поместить в печь, нагретую до температуры закалки для стали данной марки, и выдержать в печи требуемое время. При нагревании до температуры закалки образцов из стали 40 — 65 исходная феррито-перлитная структура превратится в структуру аустенита, а в образцах из стали У9—У12 при температуре закалки будет структура аустенит и цементит, т. е. часть цементита остается нерастворенной.

4. Образцы последовательно один за другим вынуть из печи и охладить в воде (часть образцов) и в масле при непрерывном энергичном движении образца в охлаждающей жидкости. При охлаждении в воде происходит распад аустенита с образованием мартенсита. При охлаждении в масле образуется смешанная мартенсито-трооститная структура.

5. Оба торца образцов зачистить на шлифовальной шкурке.

6. Определить твердость закаленных образцов по HRC и полученный результат записать в графы 8 и 9 протокола.

### Отпуск образцов и определение твердости углеродистой стали после отпуска

**Оборудование для отпуска.** Чтобы обеспечить равномерность нагрева образцов, низкотемпературный отпуск ( $200^{\circ}\text{C}$ ) надо проводить в масляной ванне, средне- и высокотемпературный отпуск ( $300\text{—}600^{\circ}\text{C}$ ) — в соляной ванне. При отсутствии масляной и соляной ванн может быть использована электрическая муфельная печь (см. рис. 17.1).

#### **Методика проведения отпуска**

1. Определить время выдержки при температуре отпуска из расчета 2—3 мин на 1 мм диаметра или толщины образца и записать в графу 10 протокола.

2. Образцы поместить в масляную ванну, нагретую до  $200^{\circ}\text{C}$ , выдержать в ней необходимое время и охладить на воздухе.

В результате отпуска при  $200^{\circ}\text{C}$  происходит превращение мартенсита заковки в мартенсит отпуска, снижение внутренних напряжений и хрупкости; твердость остается почти без изменений.

3. Оба торца зачистить на шлифовальной бумаге.

4. Определить твердость по *HRC* и полученный результат записать в графы 11 и 12 протокола.

5. Образцы поместить в соляную ванну, нагретую до  $400^{\circ}\text{C}$ , выдержать в ней необходимое время и охладить на воздухе. В результате отпуска при  $400^{\circ}\text{C}$  происходит превращение мартенсита в троостит отпуска (мелкодисперсную феррито-цементитную смесь), твердость снижается.

6. Оба торца зачистить на шлифовальной шкурке.

7. Определить твердость по *HRC* и полученный результат записать в графы 13 и 14 протокола.

8. Образцы поместить в соляную ванну, нагретую до  $600^{\circ}\text{C}$ , выдержать в ней необходимое время

и охладить на воздухе. В результате отпуска при  $600^{\circ}\text{C}$  образуется сорбит отпуска, феррито-цементитная смесь более крупная, чем троостит. Твердость еще более снижается.

9. Оба торца зачистить на шлифовальной шкурке.

10. Определить твердость по *HRC* и полученный результат записать в графы 15 и 16 протокола.

11. Построить кривые влияния температуры отпуска на изменение твердости закаленной стали в координатах температура отпуска — твердость (рис. 17.3).

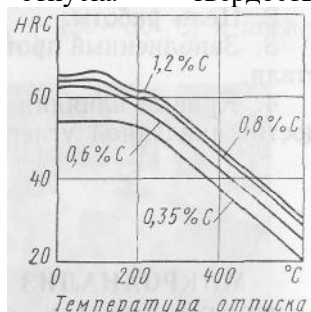


Рис. 17.3. Кривые влияния температуры отпуска на изменение твердости закаленных углеродистых сталей с различным содержанием углерода

#### **Протокол термической обработки углеродистой стали**

№ по пор.	Марка стали	Диаметр или толщина образца в мм	Твердость в исходном состоянии		Температура закалки в $^{\circ}\text{C}$	Время нагрева при закалке	Твердость после закалки <i>HRC</i>	
			<i>HRB</i>	<i>HB</i>			в воде	в масле
1	2	3	4	5	6	7	8	9

Продолжение

Время выдержки при отпуске в мин	Твердость после отпуска 200° С <i>HRC</i>		Твердость после отпуска 400° С <i>HRC</i>		Твердость после отпуска 600° С <i>HRC</i>	
	Закалка в воде	Закалка в масле	Закалка в воде	Закалка в масле	Закалка в воде	Закалка в масле
10	11	12	13	14	15	16

Отчет о проведенной работе должен содержать следующее:

1. Задание.
2. Цель работы.
3. Заполненный протокол термической обработки углеродистой стали.
4. Кривые влияния температуры отпуска на изменение твердости закаленной углеродистой стали.

### **Лабораторная работа №6** **Прокаливаемость сталей**

#### **1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ:**

- 1.1. Познакомиться с методикой определения прокаливаемости сталей методом торцевой закалки в соответствии с ГОСТ 5657 – 69;
- 1.2. Дать сравнительную оценку прокаливаемости углеродистых и легированных сталей.

#### **2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ**

Объемная закалка сталей на мартенсит является главным способом упрочнения большой группы конструкционных сталей. Для деталей, работающих в условиях растяжения, требуется, чтобы мартенситная структура была сформирована по всему сечению деталей (болты, шпильки, корпусные детали и т.д.). Для обеспечения однородности структуры охлаждение при закалке необходимо проводить таким образом, чтобы избежать распада аустенита на феррито - карбидную смесь. Этого можно достичь, если скорость охлаждения  $V_{охл}$  будет превышать критическую скорость. *Критической скоростью закалки  $V_{кр}$* , называется минимальная скорость охлаждения, при которой аустенит еще не распадается на феррито - карбидную смесь.

Очевидно, что для тел конечных размеров скорость охлаждения на поверхности всегда больше, чем в центре (рисунок 1). Если скорость охлаждения в центре детали больше критической, то весь объем аустенита при закалке превратится в мартенсит. Если в центре тела скорость охлаждения меньше, чем критическая, то мартенсит образуется только в поверхностных слоях, где  $V_{охл} > V_{кр}$ , а в центре аустенит будет распадаться на феррито - карбидную смесь. При этом тело не прокалится насквозь. Неполную прокаливаемость целесообразно рекомендовать для изделий, работающих в условиях циклического знакопеременного нагружения, изгиба или кручения, когда действующие напряжения максимальны в поверхностных слоях.

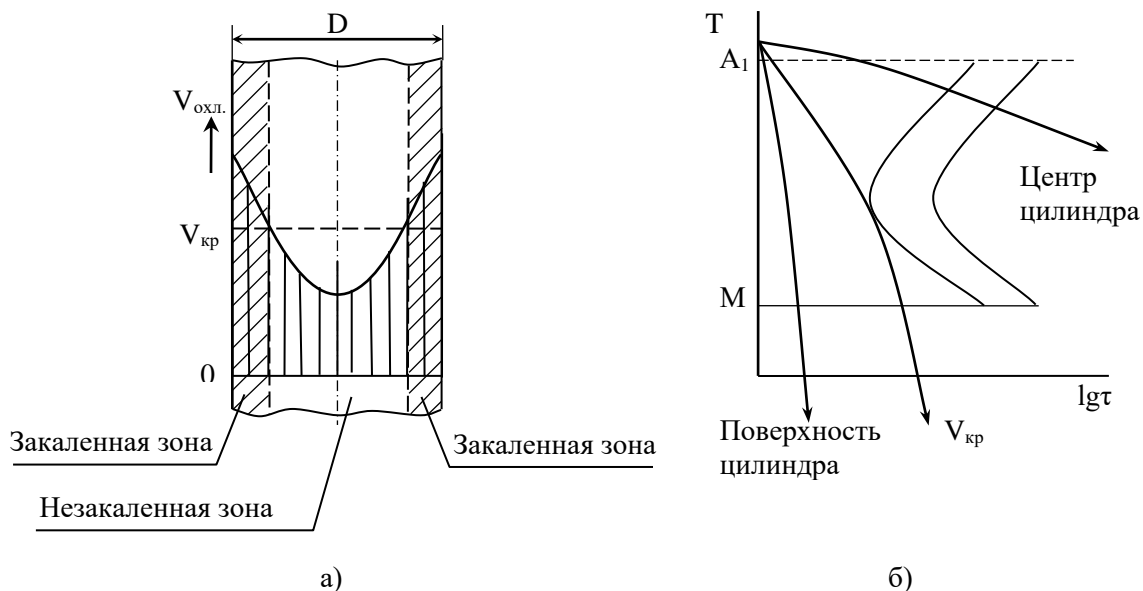


Рисунок 1 – Схемы, показывающие различную скорость охлаждения по сечению и связанную с этим несвязную прокаливаемость: а) эпюра распределения скоростей охлаждения по сечению цилиндра при закалке; б) диаграмма изотермического превращения аустенита и скоростей охлаждения при закалке цилиндра

Прокаливаемость является одним из важнейших технологических свойств сталей и количественно характеризуется глубиной проникновения закаленной зоны. Прокаливаемость зависит как от внутренних (химический состав, размер аустенитного зерна и т.д.), так и от внешних факторов (интенсивность охлаждения), а также от геометрических размеров и массы тела (отношение поверхности тела к его объему). Для описания прокаливаемости как свойства стали, определение этой характеристики проводят в стандартных условиях, исключая влияние внешних факторов и размеров закаливаемого тела.

Для практической оценки прокаливаемости используют критерий, называемый *критическим диаметром*  $D_{\text{кр}}$ , представляющий собой максимальный диаметр цилиндра, который прокаливается насквозь в данном охладителе (вода, масло, воздух и т.д.). Очевидно, что для различных охладителей  $D_{\text{кр}}$  будет разным.

Для экспериментального определения прокаливаемости используют метод торцевой закалки (ГОСТ 5657-69). Для проведения торцевой пробы, предварительно нормализованные стандартные образцы (рисунок 2) в течение (30...50) мин прогревают в печи до температуры, рекомендуемой для нагрева данной стали под закалку. Если для испытуемой стали указан интервал температур нагрева под закалку, то образец прогревают до температуры, соответствующей верхнему значению этого интервала. Для исключения обезуглероживания и окисления нагрев ведут в защитной атмосфере или в специальном приспособлении, обеспечивающем защиту поверхности образца от окисления. Продолжительность выдержки при нагреве составляет 30 мин.

Стандартный образец после нагрева в печи быстро переносят в специальную установку, в которой его охлаждают струей воды под определенным напором только с торца (рисунок 2).



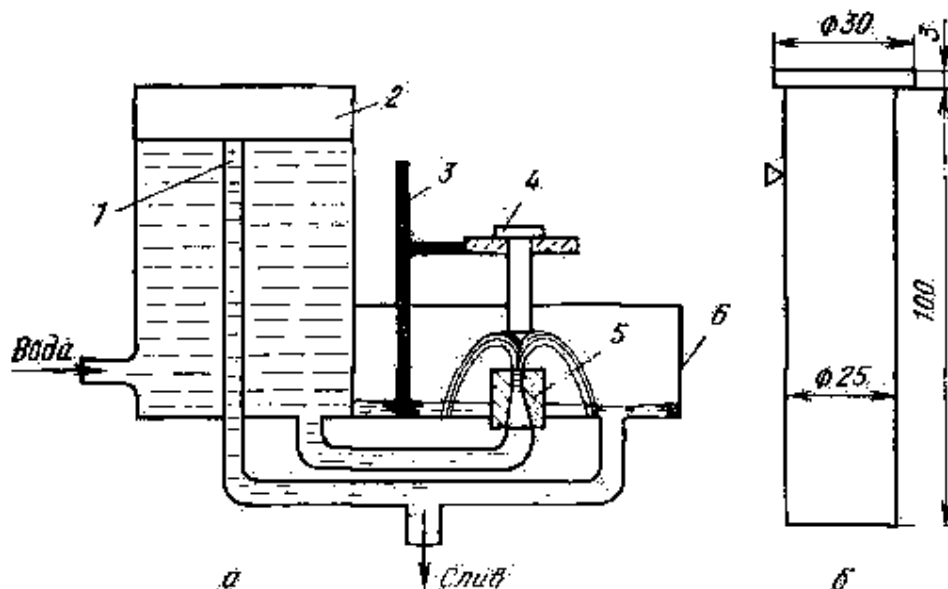


Рисунок 2 Установка (а) и образец (б) для торцевой закалки: 1 - уравнильная трубка для создания постоянного напора; 2 – напорный бачок; 3 - штатив; 4 – образец; 5 – сопло; 6 – сливная коробка.

После полного охлаждения образца по его двум диаметрально противоположным образующим сошлифовывают площадки на глубину 0,5 мм. По длине этих площадок через 1,5 – 3,0 мм измеряют методом Роквелла твердость по шкале С и строят кривую прокаливаемости в координатах твердость HRC - расстояние от торца  $l$ . Чем меньше прокаливаемость стали, тем быстрее падает твердость при удалении от торца. Для разных плавов одной марки стали получается набор кривых прокаливаемости, так как химический состав стали, а, следовательно, и прокаливаемость меняются в некоторых пределах. Поэтому сталь определенной марки характеризуется марочной *полосой прокаливаемости* (рисунок 3). Индексами (цифровыми показателями) прокаливаемости марки могут служить максимальная или минимальная твердость на определенном расстоянии от охлаждаемого торца ( $\Pi \frac{HRC_{max}(HRC_{min})}{l}$ ), или максимальное и минимальное расстояние от торца до точек с заданной твердостью ( $\Pi \frac{HRC}{l_{min} : l_{max}}$ ). Например,  $\Pi \frac{60}{10}$  - твердость 60 HRC на расстоянии 10 мм от торца;  $\Pi \frac{48}{6 : 20}$  - твердость 48 HRC имеет место на расстоянии от 6 до 20 мм. (определяется по полосе прокаливаемости).

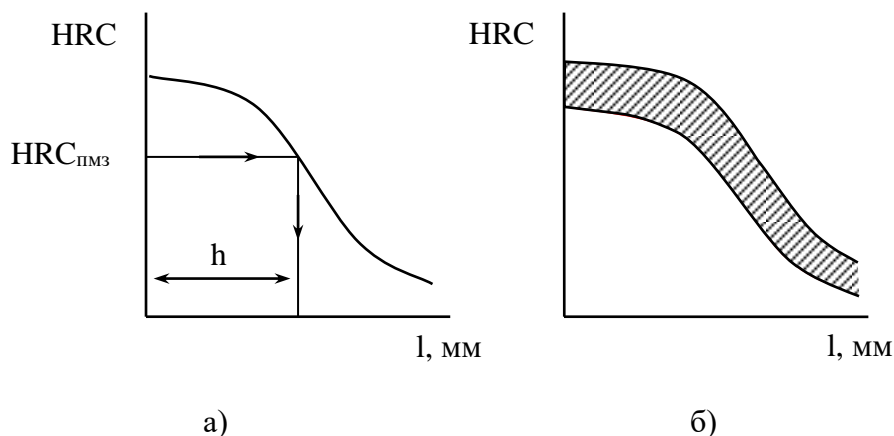


Рисунок 3 Кривая прокаливаемости, построенная по данным торцевой пробы (а) и полоса прокаливаемости для той же стали (б).  $HRC_{ПМЗ}$  – твердость полумартенситной зоны.

При оценке прокаливаемости, закаленными считают слои, в которых содержится не менее 50 % мартенсита и остальное троостит (полумартенситная зона (ПМЗ)) или слой со структурой 95 % мартенсита. Если имеются данные по твердости 50 (95)-процентного мартенситного слоя для исследуемой стали, то, имея кривую прокаливаемости, можно определить расстояние от торца до соответствующей зоны  $h$  (рисунок 3, а).

Легирование любыми элементами, кроме кобальта, увеличивает прокаливаемость стали.

### 3. ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ, ОБОРУДОВАНИЕ

Объекты исследования – образцы сталей 40 и 40Х в нормализованном состоянии. Нагрев сталей под закалку осуществляют в камерных печах. Торцовую закалку провести на специальной установке. Измерения твердости проводят на приборах типа ТК по шкале С.

### 4. ЗАДАНИЕ НА РАБОТУ

1. Провести торцовую закалку на исследуемых образцах;
2. На двух сошлифованных площадках измерить твердость образцов на заданных расстояниях от торца (таблица);
3. Построить кривые прокаливаемости, принимая за твердость HRC среднее значение для двух результатов измерений на одинаковом расстоянии от торца.

### 5. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Предварительно нормализованные стандартные образцы из углеродистой и легированной сталей поместить в печь для нагрева под закалку. Температуру нагрева выбрать в соответствии с марочным составом сталей по справочнику. Время выдержки при данной температуре составляет 25 мин.
2. Провести охлаждение образцов в установке для торцовой закалки.
3. На шлифованных площадках образцов измерить твердость HRC на расстояниях от торца, рекомендуемых стандартом (таблица). Полученные результаты записать в таблицу.
4. По результатам измерения твердости построить кривые прокаливаемости. Имея данные по твердости 50 (95)-процентного мартенситного слоя определить положение полумартенситной зоны и зоны 95 % мартенсита.

### 6. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Цель работы;
2. Краткие теоретические сведения;
3. Порядок выполнения работы;
4. Результаты измерений;
5. Кривые прокаливаемости для исследуемых сталей;
6. Выводы по работе.

Таблица – Результаты измерений

Расстояние от торца, мм	1,5	3,0	4,5	6,0	7,5	9,0	10,5	12,0	13,5	15,0	18,0	21,0	24,0	27,0
Сталь 40, HRC														
Сталь 40Х, HRC														

### 7. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Что такое прокаливаемость сталей? Какая разница между прокаливаемостью и закаливемостью сталей?

2. Какие существуют количественные критерии прокаливаемости конструкционных сталей?
3. Что подразумевается под закаленным слоем?
4. Какие внешние и внутренние факторы влияют на прокаливаемость сталей?
5. В каких случаях необходимо знание 50 % прокаливаемости или 95 % прокаливаемости?

### **Лабораторная работа № 7** **Микроанализ сплавов на основе меди**

#### **Цель работы**

Цель работы — научить учащихся самостоятельно проводить микроанализ меди, латуней и бронз.

В процессе выполнения работы учащиеся должны изучить микроструктуры меди, латуней и бронз в связи с диаграммами состояния.

#### **Приборы, материалы и инструмент**

Для проведения работы необходимо иметь: металлографический микроскоп; коллекцию микрошлифов меди, латуней и бронз; циркуль и линейку.

#### **Микроструктура меди**

Микроструктура деформированной и отожженной меди дана на рис. 1. Структура — зернистая, с наличием двойников.

Кислород с медью образует соединение  $\text{Cu}_2\text{O}$  (закись меди). По диаграмме состояний системы медь—кислород (рис. 2), при содержании кислорода 0,39% (3,4%  $\text{Cu}_2\text{O}$ ) образуется эвтектика  $\text{Cu—Cu}_2\text{O}$ .

В меди, недостаточно раскисленной при выплавке, сохраняются включения закиси меди. На рис. 3 дана микроструктура литой меди (нетравленный шлиф), соответствующая по диаграмме состояний системы медь—кислород эвтектическому сплаву.



Рис. 1. Микроструктура деформированной и отожженной меди; травление солянокислым раствором хлорного железа (x200)

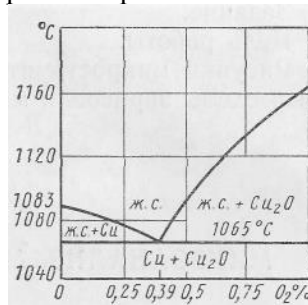


Рис. 2. Диаграмма состояния медь—кислород

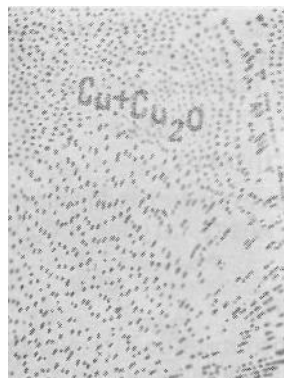


Рис.3. Микроструктура меди, содержащей 0,39% кислорода — эвтектика Cu — Cu<sub>2</sub>O (X250); шлиф нетравлен

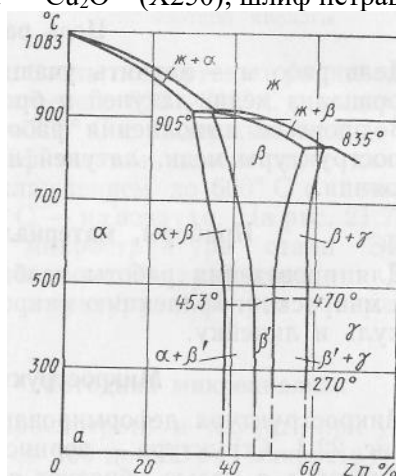


Рис. 4. Диаграмма состояния медь —цинк  
**Микроструктура латуней**

Диаграмма состояний системы медь—цинк дана на рис. 4. Практическое применение находят однофазные латуни с содержанием цинка до 39% ( $\alpha$ -латуни) и двухфазные латуни с содержанием цинка от 39 до 45% ( $\alpha + \beta'$ -латуни).

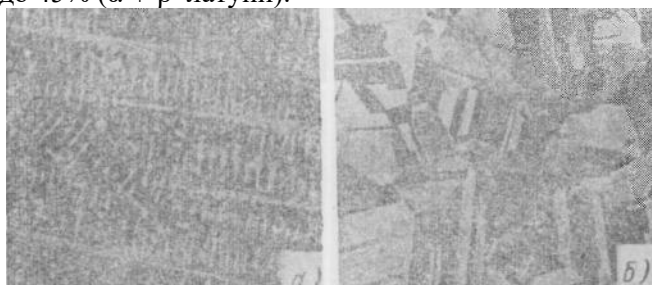


Рис. 5. Микроструктура  $\alpha$ -латуни: а — литая(X250); б — деформированная и отожженная (X100); травление солянокислым раствором хлорного железа

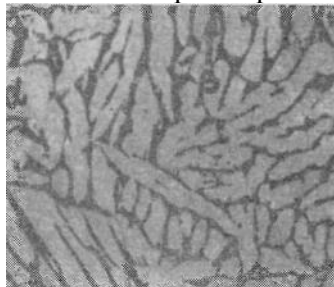


Рис. 6. Микроструктура литой  $\alpha + \beta$ -латуни с 40% цинка (типа Л62) (x150); травление солянокислым раствором хлорного железа

**Микроструктура  $\alpha$ -латуней.** Микроструктура  $\alpha$ -латуни с содержанием 30% цинка (Л70) дана на рис. 5.

Микроструктура литой  $\alpha$ -латуни (рис.5, *a*) имеет дендритное строение. Светлые участки — дендриты, богатые медью, затвердевшие первыми из жидкого состояния; темные участки — междендритные пространства, обогащенные цинком.

Микроструктура деформированной и отожженной  $\alpha$ -латуни (рис.5, *б*) имеет зернистое строение и характерные полосы двойников.

Вследствие различной ориентировки зерен (анизотропии) они травятся с разной интенсивностью, поэтому получают различную окраску.

**Микроструктура  $\alpha + \beta$ -латуней.** Границей между однофазной  $\alpha$ -латунью и двухфазной  $\alpha + \beta$ -латунью является 39% цинка (см. рис. 4).

Микроструктура  $\alpha + \beta$ -латуни с содержанием цинка 40% в литом состоянии дана на рис. 6. Структура похожа на видманштеттову структуру литой стали.

**Микроструктура сложных (многокомпонентных) латуней.** Микроструктуры некоторых сложных латуней приведены на рис. 7.

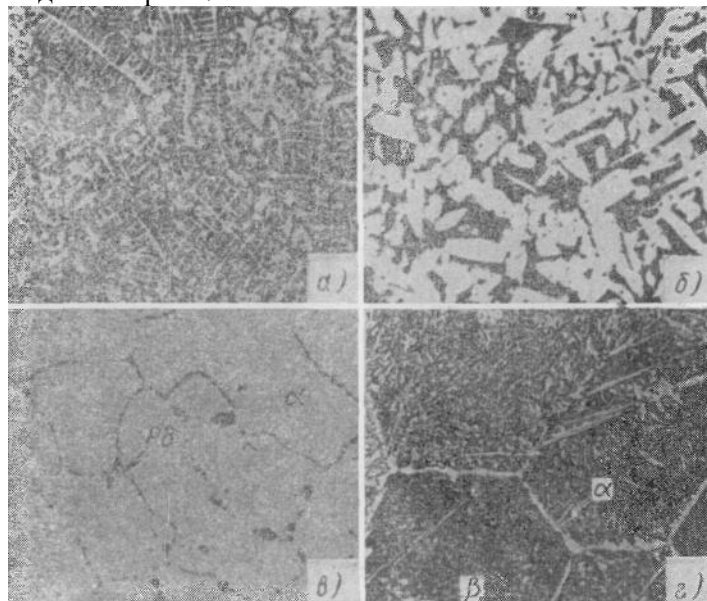


Рис. 7. Микроструктуры сложных (многокомпонентных) латуней:

*a* — литая алюминиевая латунь ЛА77-2 (Х75), дендриты  $\alpha$ -твердого раствора; *б* — литая железомарганцовистая латунь ЛЖМц 59-1-1, Х 250,  $\alpha$ - и  $\beta$ -фазы. Мелкие точки на  $\alpha$ -фазе — включения железа; *в* — свинцовистая литая латунь ЛС74-3, Х250. По границам зерен  $\alpha$ -твердого раствора видны темные включения свинца; *г* — литая алюминиево-никелевая латунь типа ЛАН59-3-2, Х250. Темные кристаллы —  $\beta$ -фаза, на фоне которых видны светлые выделения  $\alpha$ -фазы, образующиеся при распаде  $\beta$ -кристаллов; травление солянокислым раствором хлорного железа

### Микроструктура бронз

Микроструктура оловянной бронзы. Часть диаграммы состояния системы Cu—Sn дана на рис.8. Сплошная линия *Abdq* характеризует состояние, получающееся при очень медленном охлаждении или отжиге после отливки; такие условия при обычной отливке не достигаются. Пунктирная линия *Ab'h* характеризует состояние, которое получается в обычных условиях отливки. Штрих-пунктирная линия *dg* характеризует состояние, получающееся при очень длительном (тысячи часов) отжиге.

При содержании до 6—7% Sn (левее точки *h* на рис.8) микроструктура литой бронзы состоит из неоднородного твердого  $\alpha$ -раствора; строение дендритное (рис. 9, *a*). На микроструктуре темные места (оси дендритов) более богаты медью, а светлые места (междоусные пространства) более богаты оловом.

Микроструктура этой бронзы после отжига представляет однородные по составу зерна твердого  $\alpha$ -раствора (рис. 9. *б*).

При содержании больше 6—7% Sn (правее точки *h* на рис. 8), но меньше 14% (левее точки *q*), например при содержании 10% Sn, для равновесных условий должна быть структура твердого.

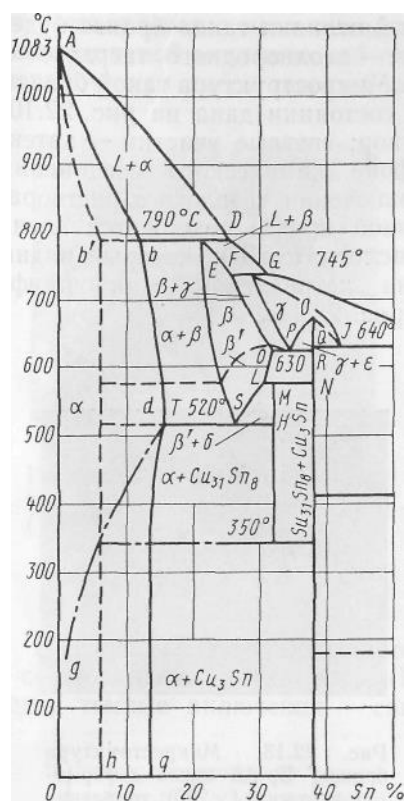


Рис. 8. Часть диаграммы состояния медь—олово

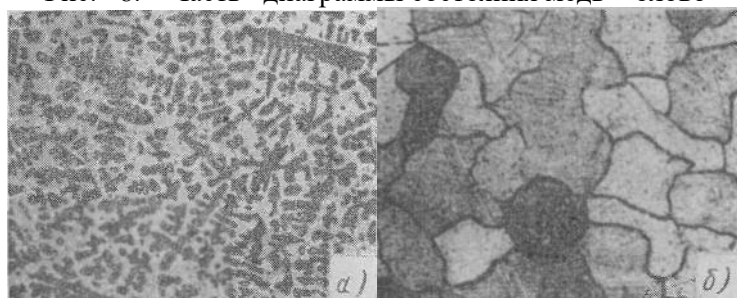


Рис. 9. Микроструктура оловянной бронзы с 5% олова; травление аммиачным раствором двойной соли хлористой меди и хлористого аммония:  
а — литая (X300); б — после отжига (X 150)

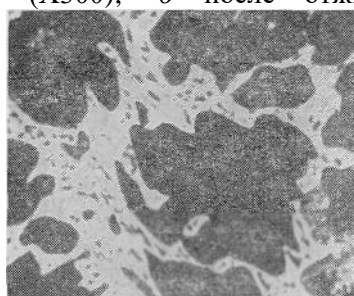


Рис. 10. Микроструктура литой оловянной бронзы с 10% олова (x1000); травление солянокислым раствором хлорного железа

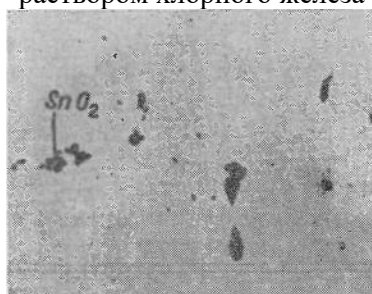


Рис. 11. Включения  $\text{SnO}_2$  в литой оловянной бронзе, шлиф не травлен (X250)

является то, что растворимость бериллия в меди уменьшается с 2,7% при 866° С до 0,2% при 300° С. При закалке в воде с 800° С фиксируется неустойчивое состояние  $\alpha$ -фазы или  $\alpha + \beta$ -фаз, а при последующем старении 300—350° С происходит выделение  $\gamma$ -фазы.

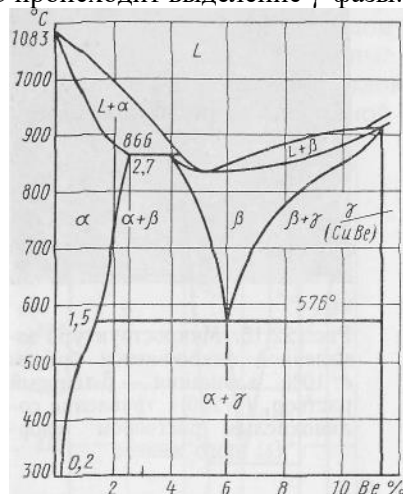


Рис. 18. Часть диаграммы состояния медь—бериллий

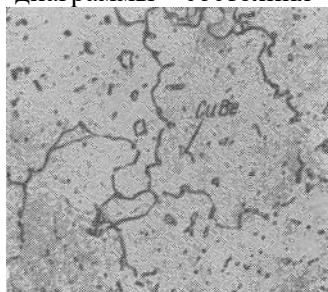


Рис. 19. Микроструктура бериллиевой бронзы Бр.Б2 после закалки и старения (X250); травление солянокислым раствором хлорного железа

На рис. 19 дана микроструктура бериллиевой бронзы Бр.Б2 с содержанием 2% бериллия, после закалки и старения. На фоне зерен твердого  $\alpha$ -раствора видны мелкие светлые включения  $\gamma$ -фазы (CuBe).

#### Методика проведения микроанализа

1. Просмотреть и изучить при увеличениях от 200 до 500 раз микроструктуры меди, латуней и бронз.
2. Микроструктуры зарисовать в кругах диаметром ~60 мм или в квадратах размером ~60х60 мм.
3. Под каждой зарисованной микроструктурой дать подпись с указанием наименования металла и сплава, марки, химического состава, обработки, наименования включений и структуры, увеличения.
4. На каждой зарисованной микроструктуре указать стрелками различные фазы и структурные составляющие и около стрелок, на полях, написать их наименование.
5. Изобразить диаграммы состояний (или их части) сплавов медь—кислород, медь—цинк, медь—олово, медь—свинец, медь—бериллий, провести на них вертикальные линии, соответствующие рассматриваемым сплавам и дать описание процессов, происходящих при охлаждении.

#### Составление отчета

Отчет о проведенной работе должен содержать следующее:

1. Задание.
2. Цель работы.
3. Рисунки включений и микроструктур с соответствующими пояснениями (пример схемы зарисовки микроструктуры показан на рис. 20).



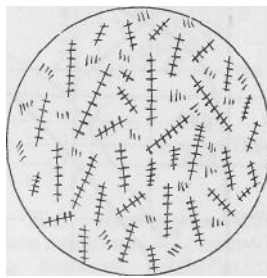


Рис. 20. Схема зарисовки микроструктуры литой оловянной бронзы с 5% олова — дендриты твердого  $\alpha$ -раствора. Травление аммиачным раствором двойной соли хлористой меди и хлористого аммония (x300)

4. Диаграммы состояний (или их части) сплавов медь—кислород, медь—цинк, медь—олово, медь—свинец, медь—бериллий с указанием на них рассматриваемых сплавов и описанием происходящих процессов превращений при охлаждении.

## Лабораторная работа № 8

### Микроанализ сплавов на основе алюминия

#### Цель работы

Цель работы — научить учащихся самостоятельно проводить микроанализ алюминиевых и магниевых сплавов.

В процессе выполнения работы учащиеся должны изучить микроструктуры алюминиевых и магниевых сплавов в связи с диаграммами состояния.

#### Приборы, материалы и инструмент

Для проведения работы необходимо иметь: металлографический микроскоп; коллекцию микрошлифов алюминиевых и магниевых сплавов; циркуль и линейку.

#### Микроструктура алюминиевых сплавов

**Микроструктура силумина.** Силуминами называют сплавы алюминия с кремнием с содержанием 6—13% Si. При содержании 11,6% Si образуется эвтектика из кристаллов твердого раствора кремния в алюминии ( $\alpha$ ) и кристаллов кремния (Si) —  $\alpha + \text{Si}$  (рис..1). Силумин с содержанием кремния, близким к эвтектическому составу (сплав АЛ2 с 10—13% Si), в основном состоит из эвтектики и небольшого количества избыточных кристаллов  $\alpha$  или Si.

На рис..2, а дана микроструктура силумина с 12% Si (заэвтектический сплав). Структура состоит из кристаллов кремния (белые) и эвтектики  $\alpha + \text{Si}$  грубого строения, в которой кремний находится в виде крупных игл. Силумин с такой структурой обладает низкими механическими свойствами.

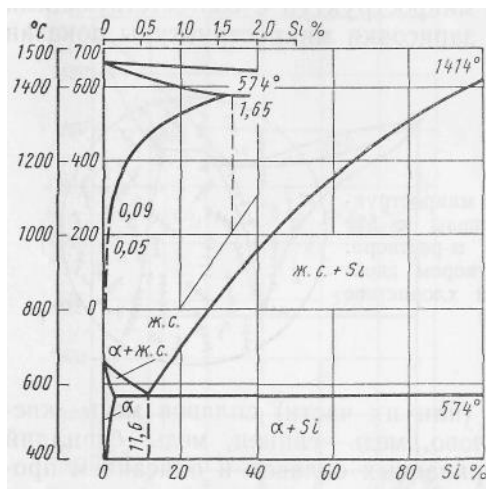


Рис..1. Диаграмма состояния алюминий—кремний



Рис. 2. Микроструктура алюминиевого сплава АЛ2 (x200); травление раствором фтористоводородной кислоты в воде: а — литье немодифицированное; б — литье модифицированное

Если в жидкий сплав перед его кристаллизацией ввести небольшое количество (0,01—0,1%) натрия, это приводит к измельчению включений кремния и значительному улучшению механических свойств силумина. Этот процесс искусственного регулирования размеров и формы называется модифицированием.

Характерным является то, что при модифицировании силумина натрием снижается температура кристаллизации кремния и эвтектики, точка эвтектики сдвигается вправо и заэвтектический сплав становится доэвтектическим (рис.3).

На рис.2, б дана микроструктура силумина с 12% Si после его модифицирования натрием. Структура этого сплава до модифицирования была заэвтектической, а после модифицирования стала доэвтектической.

Структура состоит из первичных дендритов твердого раствора кремния в алюминии (а) (белые) и эвтектики  $\alpha + \text{Si}$  тонкого строения.

Микроструктура алюминиевомедных сплавов. Часть диаграммы состояний сплавов алюминий—медь до концентрации, отвечающей химическому соединению  $\text{CuAl}_2$ , дана на рис. 4. Иначе ее можно назвать диаграммой состояний системы  $\text{Al—CuAl}_2$ .

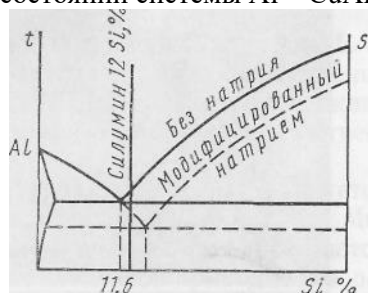


Рис. 3. Диаграмма состояния сплавов алюминий—кремний (пунктиром показано смещение линий после введения модификатора — натрия)

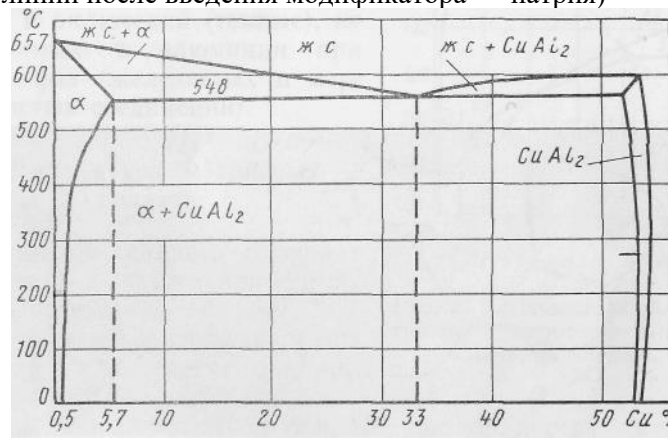


Рис.4. Часть диаграммы состояния алюминий—медь

Алюминиевомедный сплав, например с 4% Си, имеет следующие микроструктуры:

а) после отжига — зерна твердого  $\alpha$ -раствора меди в алюминии (0,1% Си) и точечные включения химического соединения  $\text{CuAl}_2$  (рис. 5, а);

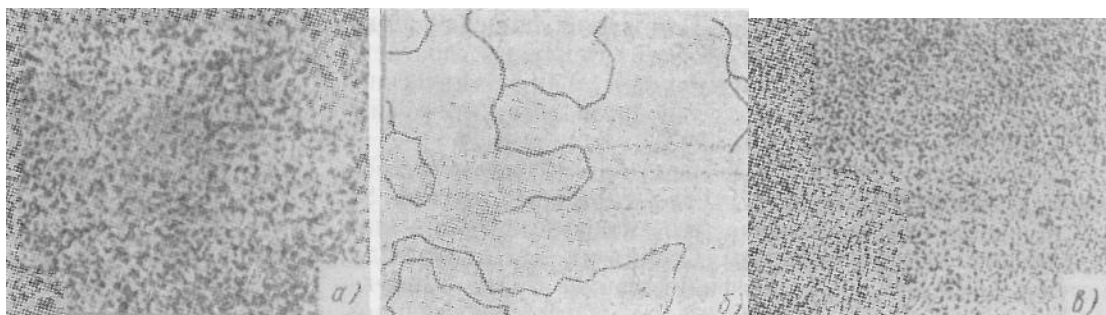


Рис. 5. Микроструктура алюминиевого сплава с 4% меди:

а — после отжига при 360° С; б — после закалки в воде от 530° С; в — после закалки в воде и искусственного старения при 250° С; травление раствором фтористоводородной кислоты в воде

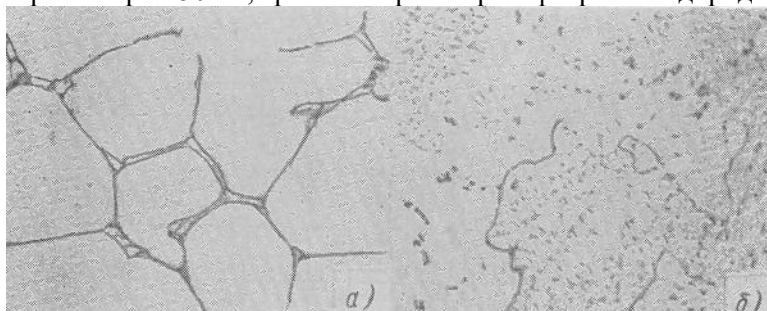


Рис. .6. Микроструктура дуралюмина Д1 (Х200); травление раствором фтористоводородной кислоты в воде: а — после отжига; б — после закалки в воде от температуры 540° С

б) после закалки в воде с 530° С — зерна твердого  $\alpha$ -раствора (пересыщенного) меди в алюминии (4% Си) (рис..5, б).

При нагреве включения  $\text{SiAl}_2$  растворились в алюминии, и быстрым охлаждением был зафиксирован пересыщенный твердый  $\alpha$ -раствор;

в) после закалки и искусственного старения при 250° С — твердый  $\alpha$ -раствор меди в алюминии и точечные мелкодисперсные включения химического соединения  $\text{CuAl}_3$  (рис. 5, в); эти включения выделились из твердого  $\alpha$ -раствора в процессе искусственного старения.

**Микроструктура дуралюмина.** Дуралюмин характеризуется следующим средним составом: 4% Си, примерно по 0,5% Mg, Mn, Si, Fe, остальное — алюминий. Такой дуралюмин называется нормальным (марка Д1). Наличие этих элементов приводит к образованию ряда фаз, растворимых при нагреве (упрочняющих), например  $\text{CuAl}_2$ ,  $\text{Mg}_2\text{Si}$ ,  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  (так называемая фаза S), и нерастворимых, например  $\text{FeAl}_3$ ,  $\text{Cu}_2\text{FeAl}$  (так называемая фаза N),  $(\text{MnFe})\text{Al}_6$ .

Микроструктура дуралюмина после отжига при 360° С (рис.6, а) состоит из твердого  $\alpha$ -раствора и включений различных перечисленных выше фаз.

Микроструктура дуралюмина после закалки в воде от 510° С (рис..6, б) состоит из зерен пересыщенного твердого  $\alpha$ -раствора (белые) и включений (темные), не растворимых в алюминии при нагреве фаз (железистых и марганцевистых соединений).

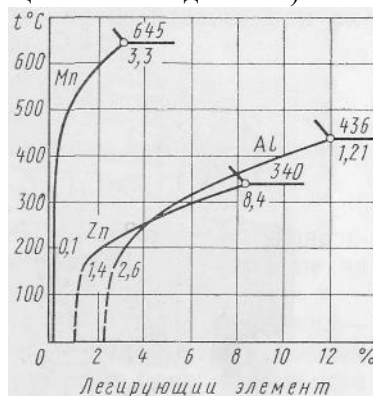


Рис. 7. Начальные области диаграмм состояния магния с различными элементами

### Микроструктура магниевых сплавов

Магниевые сплавы содержат кроме магния также алюминий, цинк и марганец. На рис. 7 даны начальные области диаграмм состояний с алюминием, цинком, марганцем. Как видно, все

эти элементы обладают ограниченной поэтому при определенном химическом составе магниевые сплавы способны подвергаться термической обработке (закалке и старению).

На рис.8, а дана микроструктура литейного магниевого сплава марки МЛ5 (7,5—9,0% Al; 0,2—0,8% Zn; 0,15—0,5% Mn; остальное — магний) после литья.

Структура состоит из  $\alpha$ -твердого раствора сложного состава (светлое поле) и включений  $Mg_4Al_3$ .

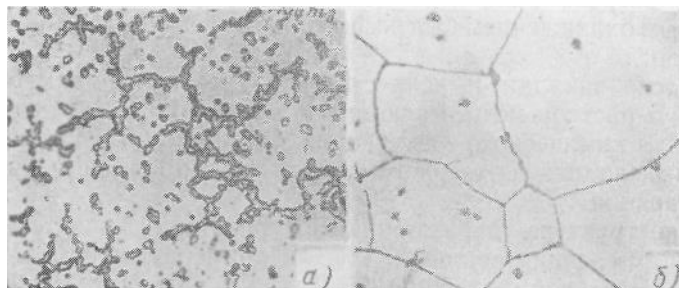


Рис.8. Микроструктура литейного магниевого сплава МЛ5:

а — после литья; б — после отжига и закалки (Х250); травление раствором щавелевой кислоты в воде

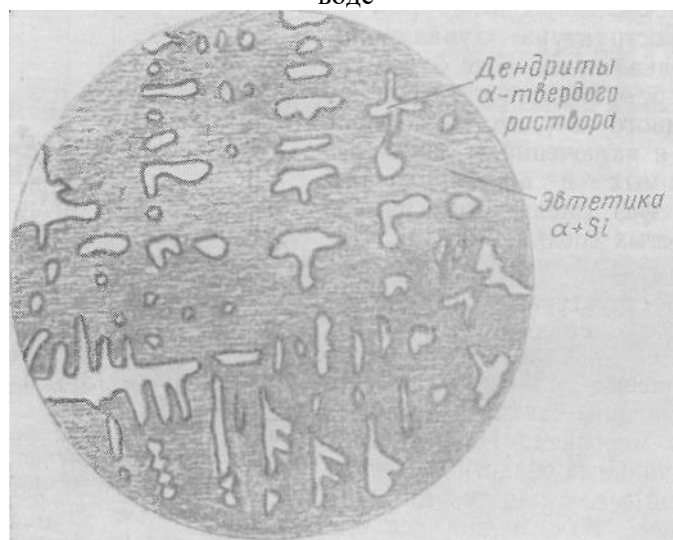


Рис. 9. Схема зарисовки микроструктуры алюминиевого сплава АЛ2, модифицированного натрием — дендриты твердого раствора кремния в алюминии (а) и эвтектика  $\alpha + Si$ . Травление раствором фтористоводородной кислоты в воде(х200)

Структура этого сплава (МЛ5) после диффузионного отжига при  $360^\circ C$  и закалки от  $410—415^\circ C$  с охлаждением на воздухе приведена на рис. 8, б. Внутри и по границам зерен  $\alpha$ -твердого раствора видны включения марганцовистой фазы и остатки нерастворившегося соединения  $Mg_4Al_3$ .

#### Методика проведения микроанализа

1. Просмотреть и изучить микроструктуры алюминиевых и магниевых сплавов.
2. Микроструктуры зарисовать в кругах диаметром ~60 мм или в квадратах размером ~60X60 мм.
3. Под каждой зарисованной микроструктурой дать подпись с указанием наименования сплава, марки, химического состава, обработки, наименования структуры, увеличения.
4. На каждой зарисованной микроструктуре указать стрелками различные фазы и структурные составляющие и около стрелок, на полях, написать их наименование.
5. Изобразить диаграммы состояний (или их части) сплавов алюминий—кремний и алюминий—медь, провести на них вертикальные линии, соответствующие рассматриваемым сплавам, и дать описание процессов превращений, происходящих при охлаждении.

#### Составление отчета

Отчет о проведенной работе должен содержать следующее:

1. Задание.
2. Цель работы.
3. Рисунки микроструктур с соответствующими пояснениями (пример схемы зарисовки микроструктуры показан на рис. 9).

4. Диаграммы состояний (или их части) сплавов алюминий— кремний и алюминий—медь с указанием на них рассматриваемых сплавов и описанием происходящих процессов превращений при охлаждении.

### **Лабораторная работа № 9**

## **ДЕЛОВАЯ ИГРА: ВЫБОР МАТЕРИАЛОВ И ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ДЛЯ ДЕТАЛЕЙ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ПРОИЗВОДСТВА**

### **1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ:**

- 1.1. Ознакомиться с сущностью закалки стали и условиями ее технического применения
- 1.2. Определение оптимальной температуры нагрева под закалку углеродистых сталей.

### **2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ**

Закалка – термическая обработка, заключающаяся в нагреве выше температуры фазовых превращений или температуры растворения избыточных фаз, в выдержке и последующем охлаждении со скоростью, превышающей критическую. Способность стали повышать твердость в результате закалки называется закаливаемостью.

Назначение закалки – получение высокой твердости и прочности. Пластические свойства и вязкость после закалки низкие.

Основные параметры закалки – температура нагрева, время выдержки и скорость охлаждения.

Температура нагрева и время выдержки должны быть такими, чтобы произошли необходимые фазовые превращения, например образование высокотемпературной фазы – аустенита.

Мартенситное превращение наблюдается при закалке в сталях. Оно происходит при очень быстром и непрерывном охлаждении в интервале температур начала ( $M_n$ ) и конца ( $M_k$ ) превращения, чтобы подавить возможные диффузионные процессы образования перлитных структур. На схеме диаграммы изотермического превращения аустенита (рисунок 1.) условно показана область мартенситного превращения. Условно, так как в подавляющем большинстве сталей мартенситное превращение в изотермических условиях не развивается.

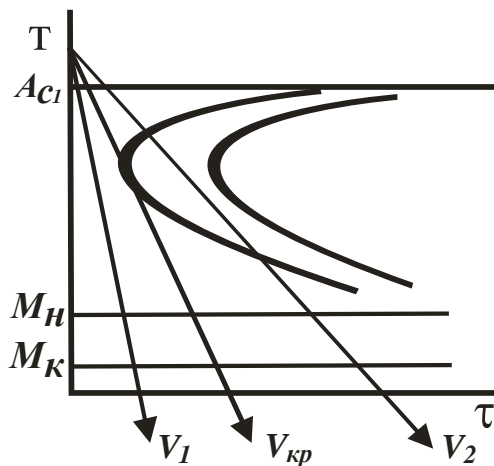


Рисунок 1. Диаграмма изотермического распада аустенита.  
 $V_2 < V_{кр} < V_1$

В углеродистых сталях, содержащих более 0,6 % С, при охлаждении до температуры 0 °С в структуре может оставаться некоторое количество аустенита (остаточный аустенит  $A_{ост}$ ).

Минимальная скорость охлаждения, при которой аустенит превращается в мартенсит, называют критической скоростью заковки  $V_{кр}$ . Ее можно определить по диаграмме изотермического превращения аустенита (рисунок 1.), как касательную к С – образной кривой.

Критическая скорость охлаждения зависит от содержания углерода в стали (таблица 1)

Таблица 1 - Твёрдость стали, охлажденной с критической скоростью

Содержание углерода, %	Твердость НВ	Критическая скорость охлаждения, град/с
0,025	150	33000
0,2	352	1200
0,4	534	600
0,8	627	200

Скорость охлаждения в спокойной воде составляет 600 град/с, следовательно, минимальное содержание углерода в стали для заковки в воде должно быть не менее 0,4 %.

Мартенситное превращение – это бездиффузионный процесс, а *мартенсит* – это пересыщенный твердый раствор внедрения углерода в  $\alpha$  – Fe. В процессе мартенситного  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения углерод остается в твердом растворе, искажая кристаллическую решетку  $\alpha$  - Fe, так как его растворимость в  $\alpha$  - Fe значительно меньше, чем в  $\gamma$  – Fe. Мартенсит имеет тетрагональную пространственную решетку.

Свойства мартенсита сталей зависит от количества растворенного в нем углерода: с увеличением количества углерода возрастает твердость и хрупкость.

Для определения оптимальной температуры нагрева, позволяющей получить максимальную твердость стали при заковке, используют диаграмму состояния Fe - Fe<sub>3</sub>C (рисунок 2).

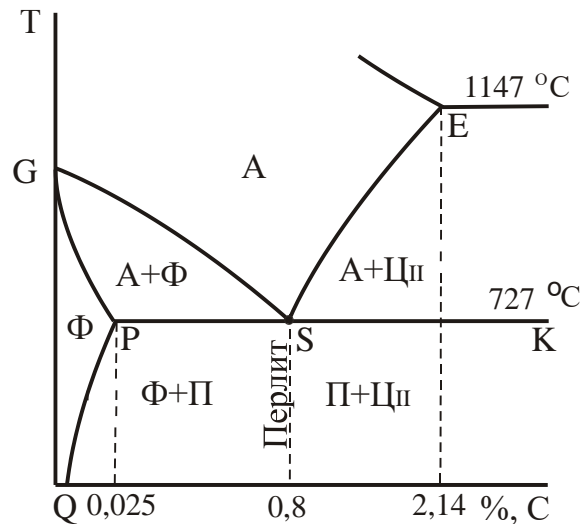


Рисунок 2 «Стальной участок» диаграммы состояния Fe - Fe<sub>3</sub>C

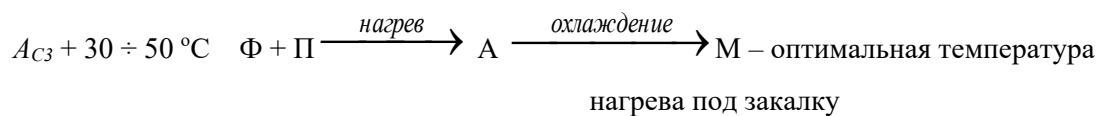
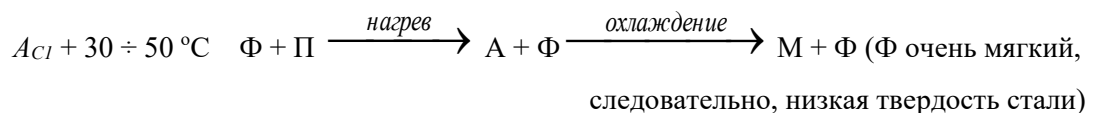
На рисунке 2 линии означают совокупность критических температур и при нагреве обозначаются следующим образом: линия PSK -  $A_{C1}$ , линия GS -  $A_{C3}$ , линия ES -  $A_{cm}$ .

Нагрев доэвтектоидной стали ниже  $A_{C3}$ , но выше  $A_{C1}$  приводит к неполной закалке. Аустенит, после резкого охлаждения, превратится в мартенсит, но наряду с мартенситом, сохраняются не претерпевшие превращения при нагреве зерна мягкого феррита (80 HB). Нагрев до температуры значительно выше  $A_{C3}$ , может вызвать перегрев или пережог. Следовательно, оптимальная температура нагрева под закалку -  $A_{C3} + 30 \div 50$  °C.

Нагрев заэвтектоидной стали под закалку ниже  $A_{C1}$  не вызовет образования аустенита и, следовательно, резкое охлаждение не приведет к закалке. Сталь остается относительно мягкой. Нагрев выше  $A_{cm}$  вызовет растворение цементита вторичного, рост зерна аустенита и, как следствие, понижение твердости после закалки. Поэтому оптимальной температурой нагрева под закалку является температура  $A_{C1} + 30 \div 50$  °C.

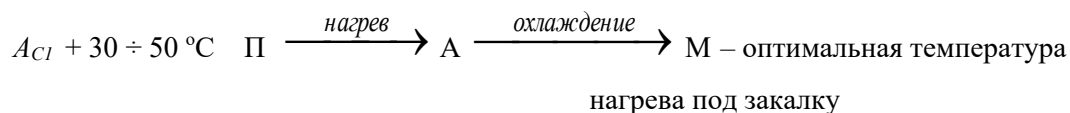
Схемы превращений углеродистых сталей при нагреве и закалке:

*Доэвтектоидные стали:*

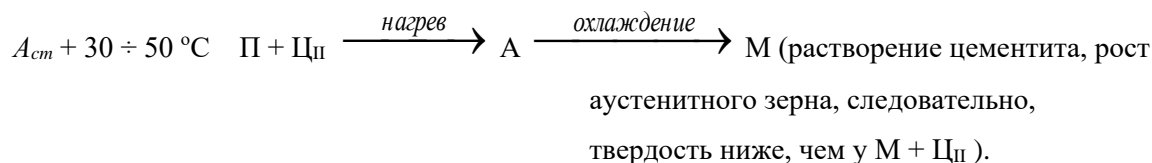
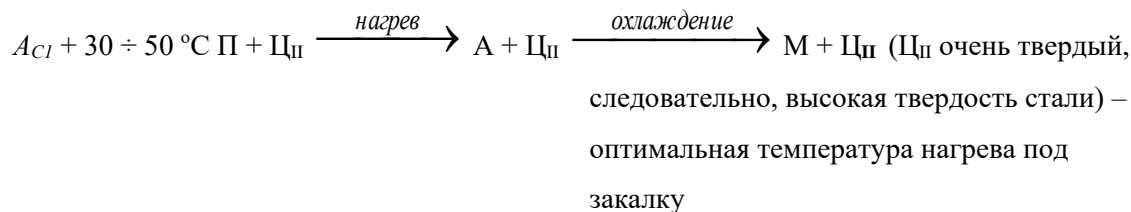


*Эвтектоидные стали:*





*Заэвтектоидные стали:*



Существует два вида закалки – *объемная и поверхностная*. При объемной закалке закаливается весь объем изделия (сквозная закалка), а при поверхностной – только поверхностные слои. Для объемной закалки в зависимости от температуры нагрева различают полную закалку (структура после закалки - мартенсит) и неполную закалку (в структуре помимо мартенсита сохраняется вторая фаза – Ф или Ц).

### 3. ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ, ОБОРУДОВАНИЕ

Объекты исследования – стали Ст3, 40, У10 в отожженном состоянии. Термическую обработку проводят в камерных печах. Измерения твердости проводят на приборах типа ТК.

### 4. ЗАДАНИЕ НА РАБОТУ

1. Провести измерения твердости образцов в отожженном состоянии;
2. Провести закалку сталей от 700, 750, 850 и 920 °С;
3. Провести измерения твердости образцов в закаленном состоянии;
4. Определить структуру сталей в закаленном состоянии.

### 5. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Ознакомиться с краткими сведениями из теории.

2. Измерить твердость образцов, изготовленных из сталей Ст3, 40, У10 в отожженном состоянии. Полученные результаты занести в таблицу 2.
3. Нагреть образцы всех марок стали до температур 700, 750 850и 920 °С, выдержать в печи 20 мин. и закалить охлаждением в воде.
4. Методом Роквелла (ГОСТ 9013-59) измерить твердость образцов после закалки и результаты измерений занести в таблицу 2. Полученные значения твердости перевести в НВ, используя специальную таблицу перевода значений твёрдости, определяемой различными методами.
5. Указать предполагаемую структуру сталей Ст3, 40, У10, полученную в результате закалки от различных температур.
6. Построить график зависимости твердости НВ от температуры нагрева под закалку сталей.
7. Проанализировать изменения структуры и твердости сталей в зависимости от температуры нагрева под закалку и марочного химического состава исследуемых образцов.
8. Сделать выводы по работе и подготовить отчет.

## 6. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Цель работы;
1. Краткие теоретические сведения;
2. Результаты измерений;
3. График зависимости твердости НВ от температуры нагрева под закалку  $T_{\text{зак}}$ ;
4. Выводы по работе.

Таблица 2 – Результаты измерений

Марка стали	НВ стали после отжига	$T_{\text{зак}}, ^\circ\text{C}$	Твердость стали после закалки			Микроструктура стали после закалки
			HRB	HRC	НВ	
Ст3		700				
		750				
		850				
		920				
40		700				
		750				
		850				
		920				

У10		700				
		750				
		850				
		920				

## 7. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Что такое мартенсит? Какие условия его образования? Какая кристаллическая решетка у мартенсита?
2. Какая структура будет у доэвтектоидной, эвтектоидной и заэвтектоидной сталей после полной и неполной закалки?
3. Как влияет содержание углерода в стали на выбор скорости охлаждения?
4. С какой скоростью следует охлаждать сталь, чтобы она закалилась?

### *Лабораторная работа №10*

## НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ.

### Часть 1. ПОСТРОЕНИЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ КРИВЫХ ПОЛИМЕРОВ

#### 1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ:

1. Освоить методику снятия термомеханических кривых на приборе Вика.
2. Определить температуры переходов: температуру стеклования и температуру текучести для термопластичных полимеров.

#### 2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

Различия в свойствах полимеров обусловлены структурой их макромолекул, которые представляют собой цепочки, состоящие из отдельных звеньев. Длина цепи в несколько тысяч раз больше их поперечного сечения, поэтому макромолекулам полимера свойственна гибкость, которая является одной из отличительных особенностей полимеров. Макромолекулы полимеров могут иметь линейную, разветвленную или сетчатую структуру ( рисунок 1).

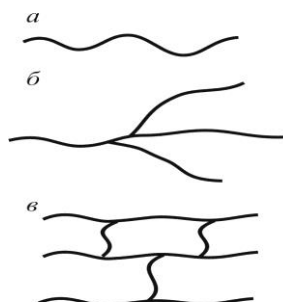


Рисунок 1. Структура макромолекул в полимерах:

а - линейная, б – разветвленная, в - сетчатая

Внутри макромолекулы между атомами во всех трех случаях действуют прочные ковалентные связи. У полимеров с линейной и разветвленной структурой, к которым относятся термопласты, между макромолекулами действуют непрочные Ван-дер-Ваальсовы связи, что позволяет им при нагреве расплавляться до высоковязкой жидкости, а при охлаждении восстанавливать свои свойства. У полимеров с сетчатой структурой – реактопластов – между макромолекулами действуют главным образом прочные ковалентные связи, что лишает их способности размягчаться при повышении температуры. При достижении достаточно высокой температуры они разрушаются.

Механические свойства полимеров (упругие, прочностные) зависят как от их физической структуры, так и физического состояния, температуры и т.д. Полимеры могут находиться в трех физических состояниях: стеклообразном, высокоэластическом и вязкотекучем. Основной причиной изменения состояния является тепловая энергия, которая приводит к колебанию цепи макромолекул.

Для оценки основных технологических и эксплуатационных свойств полимеров необходимо знать температурные области перехода полимеров из стеклообразного состояния в высокоэластическое и из высокоэластического в вязкотекучее. Обнаружить эти физические изменения возможно с использованием термомеханического метода, сущность которого заключается в определении деформируемости полимера под действием неизменной и малой по величине нагрузки.

Каждому физическому состоянию соответствует свой тип деформации. В стеклообразном состоянии наблюдается только упругая деформация  $\epsilon_{\text{упр.}}$ . Атомы, входящие в состав молекулярной цепи, совершают колебательное движение около положения равновесия: движения звеньев и перемещение макромолекул не происходит. Выше температуры стеклования к этой деформации добавляется высокоэластическая составляющая  $\epsilon_{\text{вэл.}}$ , которая превосходит упругую составляющую в тысячи раз. Рост деформации здесь объясняется распрямлением длинных и запутанных макромолекул.

В вязкотекучем состоянии выявляется еще одна составляющая деформации – вязкая  $\epsilon_{\text{вяз.}}$ , которая обуславливает развитие необратимой деформации, связанной с перемещением макромолекул относительно друг друга. В общем случае деформация термопластичного полимера состоит из трех составляющих, которые играют различную роль при низких и высоких температурах:

$$\epsilon = \epsilon_{\text{упр.}} + \epsilon_{\text{вэл.}} + \epsilon_{\text{вяз.}}$$

Произведя измерения деформации образца при различных температурах, можно получить ее температурную зависимость, которая характеризуется термомеханической кривой. Основными параметрами термомеханического метода являются тип осуществляемой деформации, режим нагрева, величина прилагаемого напряжения и характер его воздействия (прерывный или непрерывный).

На рисунке 2 представлены термомеханические кривые полимеров. Кривая типа I характерна для термопластичного полимера - винипласта, который с изменением температуры испытаний может находиться в трех физических состояниях, что соответствует трем участкам термомеханической кривой. Переход из одного физического состояния в другое называется температурным переходом, а средние температуры переходных областей - температурами переходов.

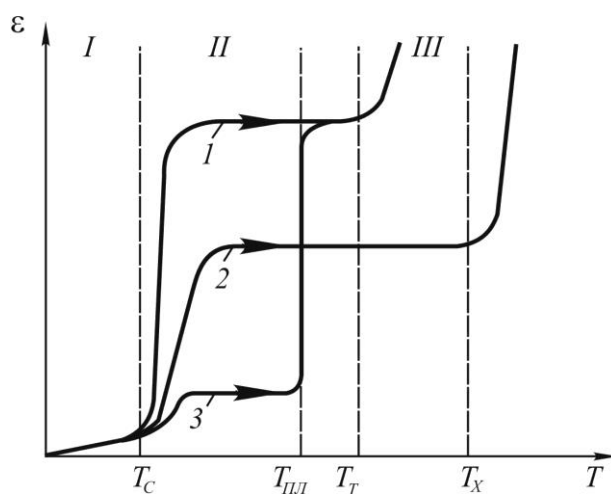


Рисунок 2. Типичные термомеханические кривые некристаллического линейного (1), сетчатого (2) и кристаллического (3) полимеров: I, II, III – зоны, соответственно, стеклообразного, высокоэластического и вязкотекучего состояний некристаллического и кристаллического полимеров;  $T_c$ ,  $T_{пл}$ ,  $T_t$ ,  $T_x$  – температуры, соответственно, стеклования, плавления, текучести и начала химического разложения

Одними из основных характеристик полимеров являются температуры переходов: температура стеклования  $T_c$ , температура текучести  $T_t$  и температура плавления  $T_{пл}$ , которые определяют оптимальные температурные режимы эксплуатации полимерных материалов и их переработки в изделия разными методами.

В машиностроении полимеры используются, как правило, в стеклообразном (ниже  $T_c$ ) и высокоэластическом (ниже  $T_t$ ) состояниях. Переработка их в изделия методами литья под давлением, экструзии (выдавливания) или горячей штамповки осуществляется в вязкотекучем (выше  $T_t$ ) и, реже, в высокоэластическом состояниях.

Кривая 2 характерна для полимера с линейной структурой макромолекул, который вплоть до

температуры плавления  $T_{пл}$  находится в твердом состоянии. При температуре  $T_{пл}$  этот термопластичный материал плавится и деформация скачкообразно возрастает.

### 3. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ

Методика снятия термомеханических кривых термопластичных материалов основана на измерении их деформаций, возникающих в результате периодического вдавливания цилиндрического наконечника с постоянной силой в образец, нагреваемый со скоростью 1-2 °С/мин. Для снятия термомеханических кривых используется прибор Вика (подробное описание которого дано в предыдущей работе). Образцы деформируют при напряжении, равном 0,2-0,3 МПа. Нагружение цилиндрического индентора с площадью основания 1 мм<sup>2</sup> проводят в течение 10 с через каждые 10 °С (для термостойких полимеров) или через 5 °С (для менее термостойких полимеров), начиная с комнатной температуры, а фиксируют достигаемую при данной температуре за это время деформацию с помощью индикатора часового типа.

Для испытания используют цилиндрические (или квадратные) образцы диаметром (стороной) 10-20 мм и толщиной 6-8 мм. При испытании пленочных материалов образцы получают путем набора пакета соответствующей толщины. Для получения стабильных данных для различных образцов из одного и того же материала изготавливают образцы одинаковых размеров.

Испытания проводят в жидкостном термостате в качестве теплопередающей жидкости могут быть использованы трансформаторное масло, глицерин и другие жидкости, которые не оказывают влияния на измеряемую величину. Температуру в процессе измерений фиксируют по показаниям термометра с точностью  $\pm 1,0$  °С.

По данным измерения деформации строят кривую зависимости деформация-температура и определяют графически по перегибам на термомеханической кривой температуры переходов: температуру стеклования  $T_c$ , температуру текучести  $T_t$  и температуру плавления  $T_{пл}$ .

### 4. ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ, ОБОРУДОВАНИЕ

Образцы: образцы термопластичных полимеров: полиметилметакрилат (оргстекло), поливинилхлорид, полистирол.

Оборудование и материалы: измерительный инструмент - штангенциркуль; прибор Вика, термостат, термометр.

### 5. ЗАДАНИЕ НА РАБОТУ

1. Подготовить образцы для испытаний;
2. На основании полученных данных построить термомеханическую кривую для каждого полимерного материала.

## 6. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Измерить высоту образца  $h_0$  с точностью до 0,1 мм.
2. Образец из пластмассы установить на основании штатива прибора под ненагруженным индентором таким образом, чтобы индентор находился в центре или на расстоянии не менее 3 мм от края образца.
3. Прибор Вика с образцом погрузить в жидкостной термостат. Стрелка индикатора перемещений должна соответствовать нулевому положению.
4. Включить термостат с терморегулирующим устройством, задав скорость повышения температуры 1-2 °С/мин.
5. Начиная с комнатной температуры через каждые 5-10 °С в зависимости от материала, производить деформирование образца в течение 10 с при напряжении 0,3 МПа, фиксируя при этом показания индикатора по проникновению индентора вглубь образца на величину  $\Delta h$  (мм). Относительная деформация  $\varepsilon$  образца при вдавливании индентора определяется по формуле  $\varepsilon = \frac{\Delta h}{h_0} 100\%$ , где  $h_0$  - исходная высота образца, когда сжимающая нагрузка равна нулю.
6. Измерения прекращают по достижении температуры плавления полимера, о чем свидетельствует резкое увеличение деформации образца.
7. Изменение деформируемости образцов остальных полимерных материалов в процессе нагрева провести согласно пп. 1-6. Результаты измерений занести в таблицу.
8. На основании полученных данных построить термомеханическую кривую для каждого полимерного материала и по перегибам на кривой  $\varepsilon = f(T)$  определить температуры переходов: температуру стеклования  $T_C$ , температуру текучести  $T_T$  и температуру плавления  $T_{пл}$

Таблица Показатели деформируемости полимеров при нагреве и их температуры перехода

№ п/п	Полимерный материал	Температура, °С										Темпера- тура стеклования, Т <sub>С</sub> , °С	Темпера- тура текучести, Т <sub>Т</sub> , °С	Темпера- тура плавления, Т <sub>ПЛ</sub> , °С
		Деформация ε, %												

## 5. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

В отчете необходимо описать сущность термомеханического метода, привести схему деформирования образца, данные об исследуемом материале. Отчет должен включать таблицу и построенные термомеханические кривые для различных материалов. Анализируя полученные

данные по температурам перехода, составить рекомендации по температурному режиму эксплуатации изделий из полимеров и их переработки.

## 6. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Как влияет структура макромолекулы полимеров на их физико-механические свойства?
2. Дать краткую характеристику физических состояний полимера.
3. В чем заключается сущность термомеханического метода?
4. Что называется термомеханической кривой?
5. Как определить температуры переходов полимеров? Какую информацию они дают о технологических и эксплуатационных свойствах?

## 7. БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Методы испытания, контроля и исследования машиностроительных материалов: Справоч. пособие / Под ред. А.Т. Туманова. Т. 3. Методы исследования неметаллических материалов. - М.: Машиностроение, 1973. – С. 81-94.
2. Практикум по полимерному материаловедению / Под ред. П.Г. Бабаевского. - М.: Химия, 1980. - 297 с.
3. Кербер, М.Л. Полимерные композиционные материалы: структура, свойства, технологии: учеб. Пособие для вузов / Кербер М.Л. [и др.]; под общ. ред. А.А. Берлина. — СПб.: Профессия, 2008. — 560 с.
3. Фомичева Н.Б. Неметаллические материалы: учебное пособие/ Фомичева Н.Б., Сержантова Г.В., Маркова Е.В. [электронный ресурс]; - Тула: ТулГУ, 2011. - 222 с.
4. Крыжановский, В.К. Технические свойства полимерных материалов: учебно-справочное пособие / В.К. Крыжановский, В.В. Бурлов, А.Д. Паниматченко, Ю.В. Крыжановская: под общ. ред. В.К. Крыжановского. — 2-е изд., испр. и доп. — СПб.: Профессия, 2005. — 248 с.
5. Макаров, В.Г. Промышленные термопласты: справочник / В.Г. Макаров, В.Б. Коптенармусов. — М.: Химия: КолосС, 2003. — 208 с.
6. Крыжановский, В.К. Технические свойства полимерных материалов: учебно-справочное пособие / В.К. Крыжановский, В.В. Бурлов, А.Д. Паниматченко, Ю.В. Крыжановская: под общ. ред. В.К. Крыжановского. — 2-е изд., испр. и доп. — СПб.: Профессия. - 2005. — 248 с.



# ТЕРМИЧЕСКОЕ РАСШИРЕНИЕ МАТЕРИАЛОВ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕЛИЧИНЫ ТЕМПЕРАТУРНОГО КОЭФФИЦИЕНТА ЛИНЕЙНОГО РАСШИРЕНИЯ (ТКЛР)

## 1. ЦЕЛЬ РАБОТЫ

1. Изучить методику измерения величины ТКЛР на индикаторном dilatометре.
2. Определить величины ТКЛР металлических и неметаллических материалов.

## 2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ СВЕДЕНИЯ

Теплофизические свойства материалов имеют важное значение для определения практической их ценности. Вследствие теплового расширения возможно возникновение термических напряжений в местах сопряжения деталей или слоев из разнородных материалов, что может привести к возникновению трещин и разрушению элементов конструкций. ТКЛР традиционных материалов (стали, алюминия, бронзы, латуни) и полимерных материалов отличаются в среднем в 10 раз, что создает серьезные трудности при конструировании и эксплуатации биматериалов, где неизбежным является непосредственный контакт материалов с различными ТКЛР. Однако значение ТКЛР полимеров можно резко понизить как за счет введения наполнителей, так и за счет изменения структуры полимера. В таких случаях стремятся по возможности к максимально близости теплофизических характеристик сопрягаемых материалов во всем интервале технологических и эксплуатационных температур.

Реакция материала на тепловое воздействие связана с внутренними структурно-молекулярными перестроениям. Так, при нагревании металлов вследствие увеличения межатомного расстояния в кристаллической решетки увеличивается объем тела и уменьшается плотность. Тепловое расширение твердых тел численно характеризуется температурным коэффициентом объемного расширения. Непрерывное расширение при нагреве описывается формулой

$$V_1 = V_0(1 + \beta(T_1 - T_0)) \quad (1)$$

где  $V_0$  и  $V_1$  — объем тела при начальной и конечной температурах  $T_0$  и  $T_1$  соответственно;  $\beta$  — коэффициент объемного расширения.

Различают средний коэффициент расширения, относящийся к некоторому интервалу температур,

$$\bar{\beta} = \frac{V_1 - V_0}{T_1 - T_0} \cdot \frac{1}{V_0} \left[ \frac{1}{\text{град}} \right] \quad (2)$$

и истинный коэффициент расширения, определенный температуре,

$$\beta = \frac{1}{V} \frac{dV}{dT} \left[ \frac{1}{\text{град}} \right] \quad (3)$$

Поскольку использовать пикнометрический или гидростатический метод при повышенных температурах нельзя, на практике измеряют изменения линейных размеров и затем вычисляют соответствующие изменения объема.

Длина образца изменяется при нагреве так, что

$$l_1 = l_0 [1 + \alpha(T_1 - T_0)], \quad (4)$$

где  $l_1$  и  $l_0$  — длина образца при начальных и конечных температурах  $T_1$  и  $T_0$ ;  $\alpha$  — коэффициент линейного расширения.

При этом истинное и среднее значения термического коэффициента линейного расширения (ТКЛР) определяют соответственно, как

$$\alpha = \frac{1}{l} \frac{dl}{dT} \left[ \frac{1}{\text{град}} \right]; \quad (5)$$

$$\bar{\alpha} = \frac{1}{l_0} \cdot \frac{l_1 - l_0}{T_1 - T_0} \left[ \frac{1}{\text{град}} \right] \quad (6)$$

Для изотропных в отношении теплового расширения материалов с кубической кристаллической решеткой линейный и объемный коэффициент расширения связаны зависимостью  $\beta = 3\alpha$ ,  $\bar{\beta} = 3\bar{\alpha}$ , что позволяет рассматривать их как равноценные характеристики.

Для анизотропных материалов некубических систем расширения по различным кристаллографическим направлениям в общем случае неодинаково. Если обозначить коэффициент вдоль главной кристаллографической оси  $\alpha_{\parallel}$ , а для направления, перпендикулярному главному  $\alpha_{\perp}$ , связь между коэффициентом объемного расширения  $\beta$  и линейными коэффициентами  $\alpha_{\parallel}$  и  $\alpha_{\perp}$  выразится:  $\beta = \alpha_{\parallel} + 2\alpha_{\perp}$ .

Монотонное плавное изменение размеров тела при нагревании характерно только для температурных интервалов, где отсутствуют фазовые превращения, так как фазовые превращения сопровождаются скачкообразным изменением удельного объема и величины ТКЛР.

Изучением изменения размеров тел, связанных с нагревом и охлаждением, занимается дилатометрия, а специально высокочувствительные приборы, служащие для исследования теплового расширения, называются дилатометрами.

Методы определения коэффициентов термического расширения можно разделить на две основные группы:

1. Абсолютные методы измерения ТКЛР, когда изменения длины  $\Delta l$  при изменении температуры на величину  $\Delta T$  измеряются независимо от теплового расширения измерительного устройства или держателя образца.
2. Относительные методы измерения, основанные на сравнении коэффициента расширения исследуемого материала с коэффициентом эталонного вещества.

Непосредственное измерение изменения длины образца в процессе нагрева абсолютным методом относится к сравнительно сложным метрологическим задачам, что ограничивает его применение.

Относительные методы получили широкое распространение в лабораторной практике. Их применяют как для определения ТКЛР, используемых в инженерных расчетах, так и для исследования фазовых превращений. По изменению коэффициента термического расширения полимерного материала и его температурной зависимости можно судить о процессах перестройки молекулярной структуры, процессов полимеризации и структурного стеклования.

Большинство относительных методов основано на применении измерительного устройства, состоящего из цилиндрического образца 3, помещенного в трубку 1 (рис. 1).

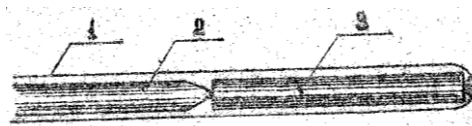


Рис.1. Схематическое изображение измерительной трубки дилатометра.

В процессе измерений сравнивают величину термического расширения образца из исследуемого материала с тепловым расширением трубки, в которой он помещается. Трубку изготавливают из эталонного вещества, которое обладало бы низким и постоянным ТКЛР в широком диапазоне температур. Таким материалам может служить плавленный кварц, который имеет постоянный коэффициент линейного расширения, составляющий  $(0,55-0,56) \cdot 10^{-6} K^{-1}$  в интервале температур от 0 до 1100 °C.

При измерениях образец 3 помещают в трубку 1 с запаянным дном так, чтобы между образцом и стенками трубки сохранялся небольшой зазор. Нижнюю часть трубки с образцом помещают в нагревательную печь или ванну таким образом, чтобы температура по длине образца была постоянной. Верхняя часть трубки 1 выведена из нагретой зоны и может иметь комнатную температуру. Над образцом в трубке помещают кварцевый шток-толкатель 2, который находится в тех же температурных условиях, что и окружающая его часть трубки, и их тепловое расширение одинаково. Таким образом, относительное смещение верхнего торца стержня и края трубки определяется только разностью удлинений образца и окружающей его нижней части трубки, находящихся в изотермической камере. Зная коэффициент линейного расширения материала трубки (плавленный кварц), легко рассчитать ТКЛР исследуемого материала.

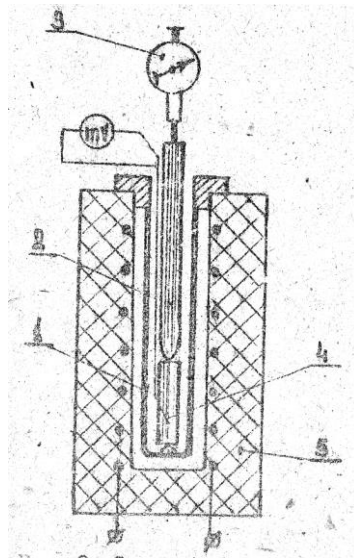


Рис.2. Схематическое изображение индикаторного дилатометра.

Простейшим прибором для измерений термического расширения является индикаторный дилатометр (рис. 2). Прибор состоит из кварцевой трубки 1, толкателя 2, индикаторного микрометра 3 и изотермической камеры 5 (нагревательная печь, термостат с маслом). Температуру образца измеряют в печи термопарой 4, горячей спай которой вставлен в небольшое отверстие в образце; в термостате — термометром. Если при начальной комнатной температуре индикаторный микрометр показывает удлинение образца, равное нулю, то при повышенной температуре показания микрометра  $S$  будут определяться разностью удлинения образцов  $\Delta l_0$  и кварцевой трубки  $\Delta l_T$ . Величина термического удлинения образца при этом может быть представлено выражением

$$\Delta l_0(T) = \Delta l_T(T) + S(T), \quad (7)$$

из которого получили величину ТКЛР

$$\alpha = \frac{1}{l_0} \frac{d(l_0)}{dT} = \frac{1}{l_0} \frac{d(l_T)}{dT} + \frac{1}{l_0} \frac{dS}{dT}, \quad (8)$$

где  $l_0$  — начальная длина образца.

Первое слагаемое в правой части уравнения равно величине ТКЛР кварца. Поэтому окончательно выражение для коэффициента линейного расширения исследуемого образца материала будет иметь вид

$$\alpha = \alpha_K + \frac{1}{l_0} \frac{dS}{dT} \quad (9)$$

### 3. ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ, ОБОРУДОВАНИЕ

Образцы:

— образцы металлов, полимерных материалов.

Оборудование и материалы:

- измерительный инструмент
- штангенциркуль
- нагревательная печь
- термостат
- индикаторный dilatометр
- термометр

#### 4. ЗАДАНИЕ НА РАБОТУ

Используя индикаторный dilatометр, определить термический коэффициент линейного расширения образцов металлических и неметаллических материалов.

Экспериментальные данные графически представить в виде  $S = f(T)$ . На кривой зависимости  $S = f(T)$  выбрать достаточно линейный участок, тогда определяемое значение ТКЛР будет являться истинным значением для средней температуры температурного интервала:

$$\Delta S = S_2 - S_1; \Delta T = T_2 - T_1.$$

Расчет ТКЛР исследуемых материалов произвести по формуле (9).

#### 5. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Измерить длину исследуемых образцов. Вставить образец в кварцевую трубку головки dilatометра. Далее головку dilatометра с металлическим образцом поместить в трубчатую печь, а с образцом полимерного материала — в термостат. Включить печь и термостат.
2. Произвести измерение показаний микрометра при нагреве в диапазоне температур от комнатной до 600 °С металлического образца с интервалом через 40 – 50 °С. При нагреве образца из полимерного материала измерение  $S(T)$  выполнить через 10 °С в интервале температур от комнатной до 100 °С.

#### 6. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Значение  $S(T)$  записать в виде таблицы, построить график для каждого исследуемого материала.
2. Найти значения ТКЛР металлов и неметаллический материалов.
3. Сопоставить значения ТКЛР исследуемых материалов и сделать выводы по работе.

## 7. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Насколько отличается порядок значений ТКЛР металлов и полимерных материалов?
2. Как можно понизить ТКЛР пластмасс?
3. Какова природа термического расширения?
4. Каков принцип устройства индикаторного дилатометра?
5. Какую физическую характеристику необходимо учитывать при конструировании и эксплуатации биматериалов и почему?

## 8. БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Черепин В.Т. Экспериментальная техника в физическом металловедении. – Киев: Техника, 1968. 280 с.
2. Бартенев Г.М., Резимова А.А. и др. определение коэффициентов термического расширения // Методы испытания контроля и исследования машиностроительных материалов. –М.: Машиностроение, 1973. Т. III. –С. 183-189.
3. Методические указания к лабораторным работам: Физика металлов и физические свойства металлов / Д.М.Левин. ТулПИ. – 1985. – 14 с.
4. Кербер, М.Л. Полимерные композиционные материалы: структура, свойства, технологии: учеб. Пособие для вузов / Кербер М.Л. [и др.]; под общ. ред. А.А. Берлина. — СПб.: Профессия, 2008. — 560 с.
5. Фомичева Н.Б. Неметаллические материалы: учебное пособие/ Фомичева Н.Б., Сержантова Г.В., Маркова Е.В. [электронный ресурс]; - Тула: ТулГУ, 2011. - 222 с.
6. Крыжановский, В.К. Технические свойства полимерных материалов: учебно-справочное пособие / В.К. Крыжановский, В.В. Бурлов, А.Д. Паниматченко, Ю.В. Крыжановская: под общ. ред. В.К. Крыжановского. — 2-е изд., испр. и доп. — СПб.: Профессия, 2005. — 248 с.
7. Макаров, В.Г. Промышленные термопласты: справочник / В.Г. Макаров, В.Б. Коптенармусов. — М.: Химия: КолосС, 2003. — 208 с.
8. Крыжановский, В.К. Технические свойства полимерных материалов: учебно-справочное пособие / В.К. Крыжановский, В.В. Бурлов, А.Д. Паниматченко, Ю.В. Крыжановская: под общ. ред. В.К. Крыжановского. — 2-е изд., испр. и доп. — СПб.: Профессия. - 2005. — 248 с.

### Лабораторная работа №11

#### Основы атомно-эмиссионного спектрального анализа.

##### 1. Цель работы:

- 1.1 получить знания теоретических основ атомно-эмиссионного спектрального анализа (АЭСА);
- 1.2. изучить методы атомно-эмиссионного спектрального анализа;

- 1.3 изучить устройство и работу атомно-эмиссионного спектрометра МСА II;
- 1.4 освоить методику подготовки образцов для спектрального анализа;
- 1.5 провести рекалибровку спектрометра МСА II и тестовое определение химического состава образцов сталей известного состава;

## **2. Теоретические сведения**

### **2.1 Общие сведения. Классификация методов АЭСА**

Цель практического эмиссионного спектрального анализа состоит в качественном обнаружении, в полуколичественном или точном количественном определении элементов в анализируемом веществе.

Методы спектрального анализа, как правило, просты, экспрессные, легко поддаются механизации и автоматизации, т. е. они подходят для рутинных массовых анализов. При использовании специальных методик пределы обнаружения отдельных элементов, включая некоторые неметаллы, чрезвычайно низки, что делает эти методики пригодными для определения микроколичеств примесей. Эти методы, за исключением случаев, когда в наличии имеется лишь незначительное количество пробы, являются практически неразрушающими, так как для анализа требуются только малые количества материала образцов.

Точность спектрального анализа, в общем, удовлетворяет практическим требованиям в большинстве случаев определения примесей и компонентов, за исключением определения высоких концентраций основных компонентов сплавов. Стоимость спектрального анализа низка, хотя первоначальные капиталовложения достаточно высоки. Однако последние быстро окупаются вследствие высокой производительности метода и низких требований к материалам и обслуживающему персоналу.

Возбуждаемый спектр излучения пробы регистрируется с помощью спектрографа, спектроскопа или спектрометра. Поэтому способы оценки спектров в спектральном анализе могут быть разделены на три группы.

В спектрографическом качественном анализе заключение о природе элементов в анализируемом образце можно сделать на основании длины волны спектральных линий. В количественном анализе почернение линий, зарегистрированных на фотопленке, в общем случае служит мерилем их интенсивности и, следовательно, искомого количественного состава пробы.

Приборы спектрального анализа для визуальной спектроскопии относительно дешевы, и анализ с их помощью выполняется быстро. Однако эти методы основаны исключительно на субъективных способах измерения интенсивности линий. Поэтому получаемые результаты всегда носят полуколичественный характер.

При применении спектрометрический метода, интенсивность линий в определяют с помощью фотоумножителя (ФЭУ) или твердотельных цифровых приемники света типа ПЗС-линеек (приборы с зарядовой связью, линейные аналоги матричных приемников света в современных [цифровых фотоаппаратах](#)) и измерительной электронной аппаратуры.

Современные ФЭУ - это приборы с непревзойденным отношением сигнал/шум, они не заменимы в случаях, когда требуется анализ очень чистых металлов, но вместе с тем они обладают недостатками. Один из которых заключается в том, что ФЭУ может регистрировать только 1 спектральную линию, да и ту надо выделять точными оптическими щелями 10-100 мкм. Таким образом, получается, что для спектрометров с ФЭУ необходимо: 1) на каждый аналитический канал иметь свой отдельный ФЭУ, что увеличивает объем и стоимость прибора; 2) жестко соблюдать требования по механической стабильности элементов оптики, а следовательно, температурному режиму вплоть до 0,1°C. В ряде случаев их применение (особенно когда необходимо [проводить](#) анализы многих основ) является неоправданно дорогим, т.к. требуется большое

количество аналитических каналов (и соответственно, большое количество дорогостоящих ФЭУ).

Тем не менее, за долгие годы такие приборы ОЭС на ФЭУ доведены до совершенства и на металлургических предприятиях с большим объемом продукции, но не отличающихся большим ассортиментом (не более 2-4 основ), а также при анализе микропримесей в чистых металлах, их использование наиболее целесообразно.

Это хорошо известные и хорошо зарекомендовавшие себя спектрометры ARL, OBLF, SPECTRO, SHIMADZU и т.д. Из отечественных приборов это спектрометры ДФС-51 и МФС-8.

Приборы с ПЗС появились только в самые последние годы. Эти приемники света обладают замечательной способностью. Дело в том, что чувствительная к свету зона разбита на сотни и тысячи отдельных ячеек (пикселей), которые могут измерять интенсивность падающего на них света индивидуально. Поэтому их применение позволило регистрировать весь спектр излучения (сотни и тысячи линий) в диапазоне, на который рассчитан прибор, а не только отдельные линии, как это происходит в приборах с ФЭУ.

Их появление позволило: 1) резко сократить габариты спектрометров; 2) анализировать на одном приборе все металлы и сплавы, не заботясь о количестве

## **2.2 Основы АЭСА**

Атомно-эмиссионный спектральный анализ (- метод элементного анализа, основанный на изучении спектров испускания свободных атомов и ионов в газовой фазе в области длин волн 150-800 нм.

Пробу исследуемого вещества вводят в источник излучения, где происходят ее испарение, диссоциация молекул и возбуждение образовавшихся атомов (ионов). Последние испускают характерное излучение, которое поступает в регистрирующее устройство спектрального прибора.

При качественном АЭСА спектры проб сравнивают со спектрами известных элементов, приведенных в соответствующих атласах и таблицах спектральных линий, и таким образом устанавливают элементный состав анализируемого вещества. При количественном анализе определяют количество (концентрацию) искомого элемента в анализируемом веществе по зависимости величины аналитического сигнала (плотность почернения или оптический плотность аналитической линии на фотопластинке; световой поток на фотоэлектрический приемник) искомого элемента от его содержания в пробе. Эта зависимость сложным образом определяется многими трудно контролируемыми факторами (валовой состав проб, их структура, дисперсность, параметры источника возбуждения спектров, нестабильность регистрирующих устройств, свойства фотопластинок и т.д.). Поэтому, как правило, для ее установления используют набор образцов для градуировки, которые по валовому составу и структуре возможно более близки к анализируемому веществу и содержат известные количества определяемых элементов. Такими образцами могут служить специально приготовленные металлические сплавы, смеси веществ, растворы, в том числе и стандартные образцы, выпускаемые промышленностью. Для устранения влияния на результаты анализа неизбежного различия свойств анализируемого и стандартных образцов используют разные приемы; например, сравнивают спектральные линии определяемого элемента и так называемой элемента сравнения, близкого по химическим и физическим свойствам к определяемому. При анализе однотипных материалов можно применять одни и те же градуировочные зависимости, которые периодически корректируют по поверочным образцам.

Чувствительность и точность АЭСА зависят главным образом от физических характеристик источников возбуждения спектров - температуры, концентрации электронов, времени пребывания атомов в зоне возбуждения спектров, стабильности режима источника и т. д. Для решения конкретной аналитической задачи необходимо выбрать подходящий источник излучения, добиться оптимизации его характеристик с



помощью различных приемов - использование инертной атмосферы, наложение магнитного поля, введение специальных веществ, стабилизирующих температуру разряда, степень ионизации атомов, диффузионные процессы на оптимальном уровне и т.д. Ввиду многообразия взаимовлияющих факторов при этом часто используют методы математического планирования экспериментов.

### 2.3 Сущность метода

Атомно-эмиссионный спектральный анализ – это метод определения химического состава вещества по спектру излучения его атомов под влиянием источника возбуждения (дуга, искра, пламя, плазма).

Возбуждение атомов происходит при переходе одного или нескольких электронов на более отдалённый энергетический уровень. В нормальном состоянии (невозбуждённом) атом имеет наименьшую энергию  $E_0$ . В возбужденном (неустойчивом) состоянии атом может находиться очень короткое время ( $\approx 10^{-7} - 10^{-8}$  сек) и всегда стремится занять нормальное невозбуждённое состояние. При этом атом отдаёт избыточную энергию в виде излучения фотона.

$$\Delta E = E_2 - E_1 = h\nu = h \frac{c}{\lambda};$$

где  $E_2, E_1$  – энергия верхнего и нижнего уровня;  $\nu$  – частота;  $c$  – скорость света;  $\lambda$  – длина волны излучения;  $h$  – постоянная Планка.

Для перехода атома на более высокий энергетический уровень ему необходимо передать энергию называемую потенциалом возбуждения. Наименьшая энергия необходимая для отрыва от невозбуждённого атома его внешнего валентного электрона – потенциал ионизации (энергия возбуждения).

Спектральная линия – излучение какой-либо одной длины волны, соответствующая определённому энергетическому переходу возбуждённого атома.

Интенсивность спектральной линии ( $I$ ) прямо пропорционально числу возбуждённых частиц ( $N^*$ ), т.к. возбуждение атомов имеет термическую природу. Возбуждённые и невозбуждённые атомы находятся между собой в термодинамическом равновесии, которая описывается уравнением Больцмана:

$$\frac{N^*}{N^0} = \frac{g^*}{g^0} * e^{-\frac{E}{kT}}$$

где  $N^0$  – число невозбуждённых атомов;  $g^*, g^0$  – статические веса возбуждённых и невозбуждённых состояний атомов;  $E$  – энергия возбуждения;  $k$  – постоянная Больцмана;  $T$  – температура.

Таким образом, при постоянной температуре  $N^*$  прямо пропорционально  $N^0$ , т.е. фактически общему числу данных атомов в пробе. Общее число атомов прямо пропорционально концентрации ( $c$ ) элемента в пробе.

Таким образом, интенсивность эмиссионной спектральной линии может быть использовано в качестве аналитического сигнала для определения концентрации элемента:

$$I = a * c$$

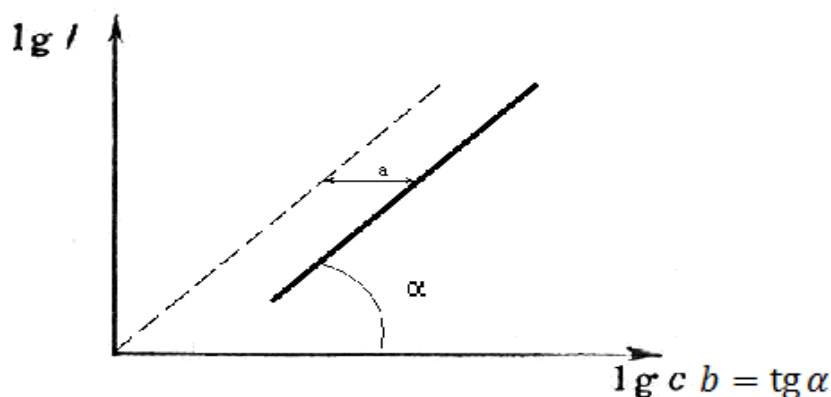
где  $a$  – коэффициент, зависящий от условий процесса.

В АЭСА решающее значение имеет правильный выбор условий атомизации и измерения аналитического сигнала, поэтому в реальных условиях АЭСА используется формула Ломакина – Шайбе:

$$I = a * c^b$$

где  $b$  – постоянный коэффициент, зависящий от энергетических переходов, обусловленной излучением данной спектральной линии; определяет угол наклона градуировочного графика контролируемого элемента.

$$b = \operatorname{tg} \alpha$$



«Градуировочный график зависимости интенсивности спектральной линии от концентрации определяемого элемента»

Так как химический состав образцов контролируется в широком интервале концентраций, формулу Ломакина – Шайбе используют в логарифмических координатах:

$$\lg I = \lg a + b \cdot \lg c$$

«математическое основание для проведения количественного АЭСА»

## 2.4 Область применения

Основные области применения – анализ состава металлов и сплавов в металлургии и машиностроении, исследование геологических образцов и минерального сырья в горнодобывающей промышленности, анализ вод и почв в экологии, анализ моторных масел и других технических жидкостей на примеси металлов с целью диагностики состояния машин и механизмов.

## 2.5. Источники возбуждения спектров

В практике атомно-эмиссионного спектрального анализа в качестве источников возбуждения спектров применяют пламя, электрические дуги постоянного и переменного тока, низко- и высоковольтную конденсированную искру, низковольтный импульсный разряд, различные формы тлеющего газового разряда и др. За последние 10–15 лет широкое распространение получили различные виды высокочастотных разрядов: высокочастотная индуктивно-связанная плазма (ИСП) в атмосфере инертных газов при атмосферном давлении, сверхвысокочастотный (микроволновый) разряд и др.

### Пламя

Пламя используют как атомизатор и источник возбуждения спектров в методе фотометрии пламени, а также как один из основных способов атомизации веществ в методе атомно-абсорбционного анализа. Наиболее часто используются пламена смеси воздух—ацетилен ( $T=2100\text{--}2400\text{ K}$ ) и оксид азота(I)—ацетилен ( $T=3000\text{--}3200\text{ K}$ ), реже — пламена смесей воздух—пропан ( $T=2000\text{--}2200\text{ K}$ ) и оксид азота(I)—пропан ( $T=3000\text{ K}$ ).

Ввод анализируемой жидкости в пламя обычно осуществляется путем ее пневматического распыления. Применяют распылители главным образом двух типов: угловые и концентрические, работающие вследствие создаваемого разряжения над отверстием распыляющего капилляра (или вокруг него), второй конец которого погружен в раствор анализируемой пробы. Вытекающая из капилляра жидкость разбрызгивается

струей газа, образуя аэрозоль. Качество работы распылителя оценивают по отношению количества жидкости и газа ( $M_{ж}/M_{г}$ ), расходуемых в единицу времени.

Температура пламени обеспечивает достаточно низкий предел обнаружения элементов, энергии, возбуждения резонансных линий которых не превышают 5 эВ; их соединения в достаточной мере атоминируются в пламени. Особое значение метод фотометрии пламени имеет для определения микроколичеств соединений щелочных и щелочно-земельных металлов, для которых предел обнаружения этим методом находится в диапазоне 0,0001–0,01 мг/л. Высокая пространственно-временная стабильность пламен обеспечивает хорошую воспроизводимость результатов, получаемых этим методом. При использовании непрерывного распыления растворов относительное стандартное отклонение, характеризующее воспроизводимость, находится на уровне 0,01 для содержаний, превышающих на два порядка и более предел обнаружения.

Основными ограничениями метода фотометрии пламени являются: необходимость перевода анализируемых проб в раствор, сравнительно высокий уровень матричных эффектов и, как правило, одноэлементность анализа.

### Электрическая дуга

#### Электрическая дуга постоянного тока

Электрическая дуга постоянного тока (рис. 1) — более высокотемпературный источник, чем пламя. Анализируемый образец в измельченном виде помещают в углубление (канал) в нижнем электроде, который, как правило, включают анодом в цепь дуги.

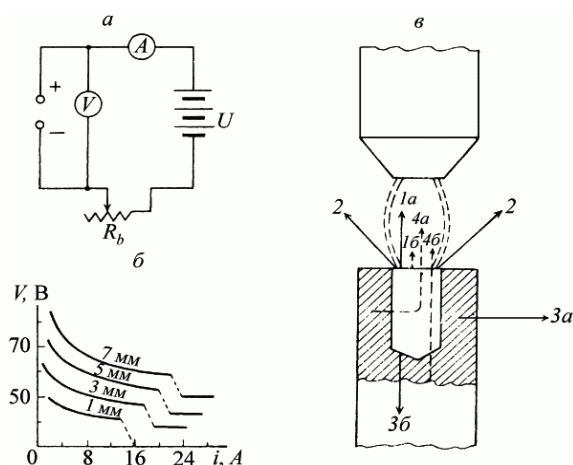


Рис. 1. Дуга постоянного тока как источник возбуждения спектров:

а) схема питания дуги постоянного тока; б) вольт-амперная характеристика дугового разряда постоянного тока; в) схема переноса атомов из канала угольного электрода:  $1$  - доля атомов, участвующих в образовании аналитического сигнала ( $1a$  — вынос в свободном состоянии,  $1b$  — вынос в связанном состоянии в конденсированной фазе);  $2$  — выход вещества помимо зоны возбуждения;  $3a$ ,  $3b$  — диффузия в стенки и дно соответственно;  $4a$ ,  $4b$  — переход вещества в зону возбуждения в виде атомов или соединений из стенок и дна электрода.

Температура плазмы дуги зависит от материала электродов и ионизационного потенциала газа в межэлектродном промежутке. Наиболее высокая температура плазмы ( $\sim 7000$  К) достигается в случае применения угольных электродов. Для дуги между медными электродами она составляет  $\sim 5000$  К. Введение солей щелочных элементов (например, калия) снижает температуру плазмы дуги до 4000 К.

Под действием дуги торец анода разогревается примерно до 3500 К (для угольных электродов), благодаря чему обеспечивается испарение твердых проб, помещенных в кратер анода. Однако температура электрода в направлении от торца очень быстро падает и уже на расстоянии 10 мм составляет всего  $\sim 1000$  К. Придавая электроду специальную

форму, можно уменьшать отвод тепла и тем самым увеличивать до некоторой степени температуру электрода.

В угольной дуге постоянного тока возбуждаются спектры почти всех элементов, за исключением некоторых газов и неметаллов, характеризующихся высокими потенциалами возбуждения. По сравнению с измерениями эмиссии или абсорбции пламени, дуговой разряд обеспечивает снижение предела обнаружения элементов примерно на порядок величины, а также существенное снижение уровня матричных эффектов.

Дуговой разряд отличается неустойчивостью, одной из причин этого является непрерывное перемещение катодного пятна, которое собственно и обеспечивает термоэлектронную эмиссию, необходимую для поддержания разряда. Для устранения неустойчивости дуги в ее цепь включают большое балластное сопротивление  $R$ . Ток, текущий через дугу, по закону Ома

Здесь  $U$  — напряжение источника, питающего дугу;  $r$  — сопротивление дугового промежутка.

$$i = \frac{U}{R + r}.$$

Чем больше балластное сопротивление  $R$ , тем меньше влияние колебаний  $r$  на изменение электрического тока дуги. По этой же причине выгодно увеличивать напряжение питания дуги (можно взять большее  $R$ ). В современных генераторах напряжение питания дуги обычно составляет 350 В. Сила тока дуги, как правило, находится в диапазоне 6–10 А. Для испарения тугоплавких материалов (например,  $Al_2O_3$ ) требуется увеличение силы тока до 25–30 А. Электронные средства позволяют стабилизировать ток дуги на уровне 25 А с флуктуациями не более 1% при изменении питающего напряжения в пределах 200–240 В, а применение магнитных усилителей в качестве регулирующего элемента дает возможность повысить КПД дугового генератора до 90%.

Для улучшения условий возбуждения спектров применяют *контролируемые атмосферы* (например, аргон или другие газовые среды), стабилизацию положения плазмы в пространстве магнитным полем (в частности, вращающимся) или потоком газа. Применение контролируемой атмосферы позволяет избавиться от полос циана, наблюдающихся в области 340–420 нм и перекрывающих многие чувствительные линии разных элементов.

### Электрическая дуга переменного тока

Дуговой разряд можно питать и переменным током, однако такой разряд не может существовать самостоятельно. При изменении направления тока электроды быстро остывают, термоэлектронная эмиссия прекращается, дуговой промежуток деионизируется и разряд гаснет, поэтому для поддержания горения дуги используют специальные поджигающие устройства: дуговой промежуток пробивают высокочастотным импульсом высокого напряжения, но малой мощности (рис. 2).

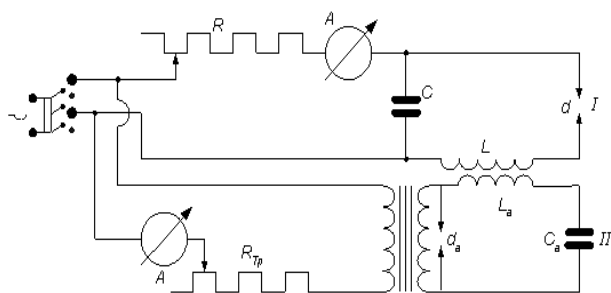


Рис. 2. Схема низковольтной активизированной дуги переменного тока:

$I$  — основной контур;  $II$  — вспомогательный контур;  $R$  — реостат питания дуги;  $A$

— амперметр;  $d$  — рабочий промежуток дуги;  $L$  — вторичная катушка высокочастотного трансформатора;  $C$  — блокировочный конденсатор (0,5–2 мкФ);  $T_p$  — повышающий трансформатор;  $L_a$  — первичная катушка высокочастотного трансформатора;  $C_a$  — конденсатор активизатора (3000 мкФ);  $R_{Tp}$  — сопротивление активизатора;  $d_a$  — разрядный промежуток активизатора

Схему такой дуги можно разделить на две части: основную и вспомогательную. Основная часть схемы выглядит точно так же, как и для дуги постоянного тока, за исключением шунтирующего конденсатора  $C$ , предупреждающего проникновение высокочастотных токов в сеть.

В активизаторе повышающий трансформатор (120/260/3000 В, 25 Вт) создает на вторичной обмотке напряжение  $\sim 3000$  В и заряжает конденсатор  $C_a$ . В момент пробоя вспомогательного разрядника  $d_a$  в контуре, состоящем из катушки  $L_a$ , конденсатора  $C_a$  и разрядника  $d_a$ , появляются колебания высокой частоты. В результате на концах второй (высоковольтной) катушки  $L$  возникает ЭДС около 6000 В, пробивающая рабочий промежуток  $d$ . Эти пробой и служат для периодического поджога дуги, питаемой через основную цепь.

Стабильность электрических и оптических параметров дуги переменного тока зависит от стабильности напряжения, при котором происходит пробой. Управление поджогом по пробую вспомогательного промежутка нужной точности не дает из-за окисления и других изменений рабочих поверхностей разрядника во времени. Более стабильную работу дуги можно обеспечить, регулируя фазу поджога разряда с помощью электронных устройств. Такие схемы управления используют в большинстве современных генераторов.

До некоторой степени импульсный характер дуги переменного тока приводит к тому, что температура разряда становится несколько больше, чем в дуге постоянного тока, а измерения интенсивностей спектральных линий характеризуются лучшей воспроизводимостью. В то же время схема управления может быть настроена таким образом, чтобы пробой промежутка осуществлялся не каждый полупериод, а через один, два, четыре и т.д. Это позволяет регулировать нагревание электродов, что может быть необходимым, например, при анализе легкоплавких сплавов.

Для снижения пределов обнаружения элементов и улучшения воспроизводимости результатов анализа при работе с дуговыми разрядами широко используются добавки некоторых реагентов в анализируемые пробы с целью инициирования различного рода термохимических реакций непосредственно в каналах электродов дуги. Эти реакции позволяют переводить определяемые примеси в легколетучие соединения, а элементы матрицы, мешающие определению примесей, в труднолетучие соединения.

#### **Дуга в варианте просыпки**

Кроме традиционного варианта дуги с вертикально расположенными электродами, при анализе порошковых проб (например, руд и минералов) применяется дуга в так называемом варианте *просыпки (вдувания)*, когда мелкодисперсная проба не испаряется из канала угольного электрода, а просыпается (вдувается) через плазму дугового разряда между двумя (или тремя — при трехфазном питании) горизонтально расположенными угольными электродами.

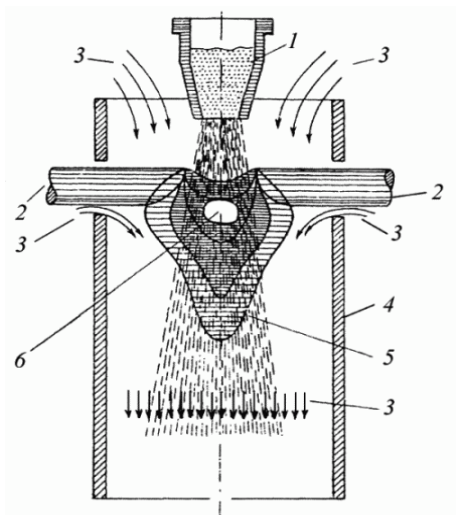


Рис. 3. Принципиальная схема ввода порошковой пробы в дуговой разряд методом просыпки—вдувания: 1 — порошковая проба в вибрирующей воронке; 2 — электроды дуги; 3 — охлаждающий и плазмообразующий потоки воздуха; 4 — цилиндрический воздухопровод; 5 — плазма дуги; 6 — окно в воздухопроводе для наблюдения излучения из рабочей области дуговой плазмы.

Конструкция и принцип действия такой дуги показаны на рис. 3. По параметрам и характеристикам горизонтальная дуга мало отличается от вертикальной, однако благодаря тому, что проба вводится в дугу потоком газа (обычно—воздуха), он стабилизирует форму и положение дуговой плазмы, что само по себе уже способствует снижению случайных погрешностей анализа по сравнению с обычной пространственно нестабилизированной дугой между вертикальными электродами. Кроме того, при равномерном вдувании порошков состав облака дуги во времени остается неизменным, следовательно, основные параметры дуговой плазмы (концентрация атомов и электронов, температура) также остаются постоянными, что значительно упрощает выполнение анализа. Основные проблемы анализа методом вдувания связаны с неполным испарением частиц порошка вследствие кратковременности их пребывания в плазме ( $3 \cdot 10^{-3}$ – $5 \cdot 10^{-3}$  с), что обуславливает зависимость интенсивности спектральных линий от размеров и состава частиц порошкообразных проб.

### **Искра**

#### **Низковольтная искра**

Увеличение емкости шунтирующего конденсатора приводит к тому, что запасенная в нем энергия будет играть заметную роль в общем балансе разряда. Такой тип разряда получил название низковольтной искры. В зависимости от параметров контура низковольтной искры можно получать различные режимы разряда: колебательный ( $CR^2/4L < 1$ ), критический ( $CR^2/4L > 1$ ), аperiodический ( $CR^2/4L \approx 1$ ).

Напряжение на конденсаторах разрядного контура обычно варьировать в интервале 450–1000 В. Изменяя емкость конденсаторов, сопротивление реостатов в силовой цепи и индуктивность вторичной обмотки трансформатора, можно регулировать соотношение между силой тока разряда конденсаторов и силой тока, проходящей через силовую цепь, и тем самым плавно менять температуру разряда в нужном направлении (от мягкого дугового режима до чисто искрового). Современные электронные средства позволяют стабилизировать энергию единичных импульсов с точностью не хуже 0,1%.

#### **Высоковольтная искра**

При спектральном анализе металлов и сплавов наиболее часто в качестве источника света используют высоковольтную конденсированную искру (рис. 4). Повышающий трансформатор заряжает конденсатор  $C$  до напряжения 10–15 кВ. Значение

напряжения определяется сопротивлением вспомогательного промежутка  $B$ , которое в свою очередь выбирают всегда большим сопротивления рабочего промежутка  $A$ . В момент пробоя вспомогательного промежутка одновременно происходит также и пробой рабочего промежутка, конденсатор  $C$  разряжается, а затем заряжается. В зависимости от параметров схемы и скорости деионизации промежутка следующий пробой может произойти или в этом же, или в другом полупериоде. Простота и надежность этой схемы обеспечили ее успешную эксплуатацию.

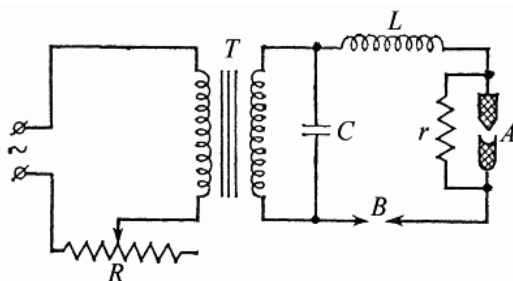


Рис. 4. Схема управляемой конденсированной высоковольтной искры:

$T$  — повышающий трансформатор на 15000 В;  $C$  — конденсатор;  $L$  — переменная индуктивность;  $r$  — блокирующее сопротивление;  $A$  — рабочий промежуток;  $B$  — постоянный вспомогательный промежуток;  $R$  — регулируемое сопротивление

В момент пробоя в узком искровом канале происходит возбуждение, а также высвечивание атомов и молекул азота и кислорода воздуха; это бесполезное и даже мешающее излучение (фон). Однако его длительность невелика ( $\sim 10^{-8}$  с). В следующий момент ток (до 50 А), проходящий через канал, разогревает малую площадку (0,2 мм) электрода. Плотность тока достигает  $10^4$  А/см<sup>2</sup>, и материал электрода выбрасывается в разрядный промежуток в виде факела раскаленных паров, причем, как правило, не вдоль искрового канала, а под некоторым случайным углом к нему.

Каждый новый пробой воздействует на разные участки поверхности образца, и после обыскривания в течение всего выбранного времени экспозиции на образце возникает пятно обыскривания диаметром до 3–5 мм, но незначительной глубины (при работе с угольным противoeлектродом — всего 20–40 мкм). Общее количество испаряющейся за время экспозиции твердой пробы весьма невелико: например, для сталей оно обычно составляет около 3 мг.

Факел выброшенных паров имеет температуру порядка 10000 К, т.е. достаточную не только для возбуждения спектров металлов, но также неметаллов и ионов. Температура непосредственно в начале искры достигает 30000–40000 К.

#### **Высокочастотная индуктивно-связанная плазма**

Благодаря появлению нового способа возбуждения спектров с помощью источника высокочастотной индуктивно-связанной плазмы (ИСП), работающей при атмосферном давлении, произошел резкий скачок в развитии физики, техники и практики атомно-эмиссионного спектрального анализа. Данный источник представляет собой разновидность безэлектродного высокочастотного разряда, поддерживаемого в специальной горелке, состоящей из концентрически расположенных трех (реже — двух) кварцевых трубок (рис. 6). В зазор между внешней и промежуточной трубками подается внешний (охлаждающий) поток газа (аргон или молекулярный газ), по средней трубке — промежуточный поток (только аргон), по центральной трубке осуществляется транспорт аэрозоля анализируемого раствора в плазму. Открытый конец горелки окружен охлаждаемой водой индукционной катушкой, соединенной с ВЧ-генератором. Для получения плазмы используют ВЧ-генераторы с потребляемой мощностью 1,5–5 кВт и рабочей частотой в диапазоне от 27 до 50 МГц.



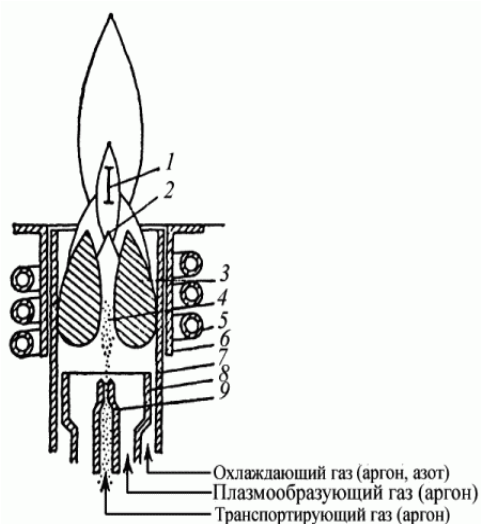


Рис. 5. Схема горелки для высокочастотного индукционного разряда:

1 — аналитическая зона; 2 — зона первичного излучения; 3 — зона разряда (скин-слой); 4 — центральный канал (зона предварительного нагрева); 5 — индуктор; 6 — защитная трубка, предотвращающая пробой на индуктор (устанавливается только на коротких горелках); 7, 8, 9 — внешняя, промежуточная, центральная трубки соответственно

Для возбуждения разряда необходима предварительная ионизация газа, поскольку напряжение на индукторе значительно меньше напряжения пробоя рабочего газа. С этой целью чаще всего используют высоковольтную искру (катушку Тесла). В ионизированном газе возникает разряд, питаемый магнитным полем. Ток высокой частоты, протекающий через катушку-соленоид, создает переменное магнитное поле. Под его воздействием внутри катушки индуцируется вихревое электрическое поле. Вихревой электрический ток нагревает и ионизирует поступающие снизу порции газа за счет джоулевого тепла. Токопроводящая плазма аналогична короткозамкнутой вторичной обмотке трансформатора, магнитное поле которой сжимает кольцевой ток в тор (скин-эффект).

Поток аргона, подаваемый в зазор между промежуточной и внешней трубками, с одной стороны, служит плазмообразующим газом, а с другой — отжимает раскаленную плазму от стенок горелки, предохраняя их от перегрева и разрушения. Аэрозоль анализируемой пробы распространяется вдоль центрального канала разряда, практически не задевая электропроводящего скин-слоя и не влияя на его характеристики; в этом заключается одна из главных особенностей ИСП-разряда, отличающая его, например, от дуговых плазмотронов.

Обычно в плазму вводят аэрозоль, образованный раствором пробы в водном или органическом растворителе. Наряду с этим применяется введение проб в виде конденсатов, образующихся при испарении пробы в электротермическом атоизаторе, дуге, искре, плазме лазерного факела, а также в виде тонкодисперсных порошков, взвешенных в потоке газа или жидкости. Для ввода жидких проб используются различные конструкции пневматических распылителей (концентрический распылитель Мейнхарда, угольные распылители, распылитель Бабингтона, сетчатый распылитель Гильдебранда и др.), а также ультразвуковых распылителей. Во всех типах распылителей используется принудительная подача раствора пробы с помощью перистальтического насоса.

В ультразвуковых распылителях распыление происходит за счет энергии акустических колебаний, а газовый поток служит только для переноса аэрозоля в горелку. Эти распылители образуют тонкий аэрозоль с узким распределением частиц по размерам. Эффективность их генерации, по крайней мере, в 10–20 раз больше, чем у пневматических распылителей, что позволяет получать лучшее отношение сигнал /фон и снижать предел



обнаружения.

Можно выделить следующие безусловные достоинства источника ИСП применительно к задачам атомно-эмиссионного спектрального анализа (АЭСА):

1. благодаря возможности эффективного возбуждения как легко-, так и трудновозбудимых линий ИСП является одним из наиболее универсальных источников света, в котором можно определять (детектировать) почти все элементы периодической системы. ИСП наиболее универсальный источник не только по числу определяемых элементов, но и по типу содержащих эти элементы соединений;

2. в ИСП можно анализировать как большие массы растворов, подавая их в плазмотрон непрерывным потоком, так и микрообъемы (порядка сотен микролитров) при их импульсном введении в транспортирующий газ и импульсной регистрации спектров;

3. диапазон определяемых концентраций для большинства элементов составляет 4–5 порядков, т.е. в ИСП можно определять как малые и средние, так и большие концентрации того или иного элемента, что затруднительно для других источников возбуждения спектров. Градуировочные графики для многих элементов прямолинейны, параллельны друг другу и имеют угол наклона около 45°, что упрощает градуировку и снижает вероятность появления систематических погрешностей анализа;

4. благодаря высокой эффективности возбуждения и малому фону, пределы обнаружения большинства элементов на 1–2 порядка ниже, чем в других источниках возбуждения спектров. Средний предел обнаружения при анализе растворов по всем элементам составляет примерно 0,01 мг/л, снижаясь для некоторых из них до 0,001–0,0001 мг/л;

5. при стабилизации и оптимизации всех рабочих условий факел ИСП обладает хорошей пространственно-временной стабильностью, что обеспечивает высокую инструментальную воспроизводимость аналитических сигналов, иногда на уровне 0,5–1%.

К недостаткам метода спектрометрии ИСП относится сравнительно высокая стоимость эксплуатации спектрометров, связанная с большим расходом аргона (15–20 л/мин). Определение следовых содержаний металлов вблизи предела обнаружения осложняется наличием в спектре молекулярных полос –NO и –ОН в области 200–260 и 280–340 нм, которые возникают на периферии разряда, в месте контакта его с атмосферой. Для снижения интенсивности этих полос применяют горелки с удлиненной на 40–50 мм внешней трубкой с прорезанным окном для вывода излучения.

Для ИСП-разряда характерны очень развитые спектры, с большим числом линий, принадлежащих атомам, а также одно- и двухзарядным ионам. В связи с этим применение данного источника возбуждения осложнено эффектами спектральных помех, что обуславливает более высокие требования к разрешающей силе спектральных приборов. Из-за меньшей яркости источника возрастает роль рассеянного света в приборе.

## **2.6. ГОМОЛОГИЧЕСКИЕ И АНАЛИТИЧЕСКИЕ ПАРЫ СПЕКТРАЛЬНЫХ ЛИНИЙ**

При изменении температуры источника возбуждения спектра (ИВС) значительно изменяется интенсивность спектральных линий, поэтому в качестве аналитических пар спектральных линий используют гомологические спектральные линии.

Спектральные линии, которые с изменением параметров разряда изменяются одинаково, называют гомологическими спектральными линиями.

Относительная интенсивность ( $R$ ) двух гомологических линий различных элементов не зависит от температуры, а определяется только их концентрацией  $c_1$  и  $c_2$ .

$$R = \frac{I_1}{I_2} = B * \frac{c_1}{c_2}$$

где  $B$  – постоянная величина.

Линию сравнения выбирают так, чтобы она принадлежала спектру элемента, содержание которого в пробе не изменяется или зависит только от концентрации анализируемого элемента.

Линии анализируемого элемента и элемента сравнения (внутреннего стандарта) образуют аналитическую пару линий. Относительная интенсивность аналитической пары зависит только от концентрации анализируемого элемента.

## 2.7. ПРИНЦИПИАЛЬНАЯ СХЕМА ПРОВЕДЕНИЯ АЭСА

В основе спектрального анализа лежит изучение строения света, который излучается или поглощается анализируемым веществом. Рассмотрим схему эмиссионного спектрального анализа (рис. 6). Для того чтобы вещество излучало свет, необходимо передать ему дополнительную энергию. Атомы и молекулы анализируемого вещества переходят тогда в возбужденное состояние. Возвращаясь в обычное состояние, они отдают избыточную энергию в виде света. Характер света, излучаемого твердыми телами или жидкостями, обычно очень мало зависит от химического состава и поэтому его нельзя использовать для анализа. Совсем другой характер имеет излучение газов. Оно определяется составом анализируемой пробы. В связи с этим при эмиссионном анализе перед возбуждением вещества его необходимо испарить.

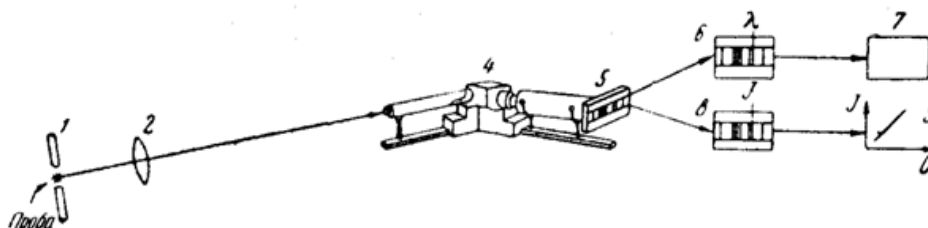


Рис 6. Принципиальная схема эмиссионного спектрального анализа:

1 — источник света; 2 — осветительный конденсор; 3 — кювета для анализируемой пробы; 4 — спектральный аппарат; 5 — регистрация спектра; 6 — определение длины волны спектральных линий или полос; 7 — качественный анализ пробы с помощью таблиц и атласов; 8 — определение интенсивности линий или полос; 9 — количественный анализ пробы по градуировочному графику

Испарение и возбуждение осуществляют в *источниках света*, в которые вводится анализируемая проба. В качестве источников света используют высокотемпературное пламя или различные типы электрического разряда в газах: дугу, искру и др. Для получения электрического разряда с нужными характеристиками служат *генераторы*.

Высокая температура (тысячи и десятки тысяч градусов) в источниках света приводит к распаду молекул большинства веществ на атомы. Поэтому эмиссионные методы служат, как правило, для атомного анализа и только очень редко для молекулярного.

Излучение источника света складывается из излучения атомов всех элементов, присутствующих в пробе. Для анализа необходимо выделить излучение каждого элемента. Это осуществляют с помощью оптических приборов — спектральных аппаратов, в которых световые лучи с разными длинами волн отделяются в пространстве друг от друга. Излучение источника света, разложенное по длинам волн, называется спектром.

Основными частями спектрального прибора (рис. 2) являются: входная щель  $S$ , освещаемая исследуемым излучением; объектив коллиматора  $O_1$ , в фокальной плоскости которого расположена входная щель  $S$ ; диспергирующее устройство  $D$ , работающее в параллельных пучках лучей; фокусирующий объектив  $O_2$ , создающий в своей фокальной

поверхности  $P$  монохроматические изображения входной щели, совокупность которых и образует спектр. В качестве диспергирующего элемента используют, как правило, либо призмы, либо дифракционные решетки.

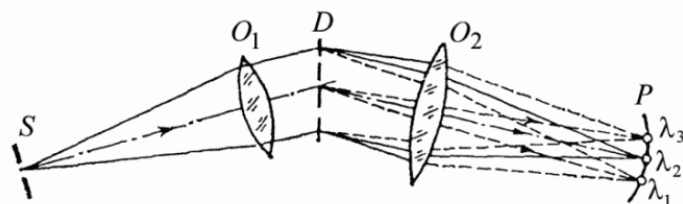


Рис 7.. Принципиальная оптическая схема спектрального прибора ( $\lambda_1 < \lambda_2 < \lambda_3$ )

Спектральные аппараты устроены таким образом, что световые колебания каждой длины волны, попадающие в прибор, образуют одну линию. Сколько различных волн присутствовало в излучении источника света, столько линий получается в спектральном аппарате.

Атомные спектры элементов состоят из отдельных линий, так как в излучении атомов имеются только некоторые определенные волны. В излучении раскаленных твердых или жидких тел присутствует свет любой длины волны. Отдельные линии в спектральном аппарате сливаются друг с другом. Такое излучение имеет сплошной спектр. В отличие от линейчатого спектра атомов, молекулярные спектры испускания веществ, которые не распались при высокой температуре, являются полосатыми. Каждая полоса образована большим числом близко расположенных линий.

Наиболее темным местам в спектре соответствует наибольшая интенсивность света (негативное изображение)

Свет, разложенный в спектральном аппарате в спектр, можно рассматривать визуально или зарегистрировать с помощью фотографии или фотоэлектрических приборов. Конструкция спектрального аппарата зависит от метода регистрации спектра. Для визуального наблюдения спектров служат спектроскопы — стилоскопы и стилометры. Фотографирование спектров осуществляют с помощью спектрографов. Спектральные аппараты — монохроматоры — позволяют выделять свет одной длины волны, после чего он может быть зарегистрирован с помощью фотоэлемента или другого электрического приемника света.

При качественном анализе необходимо определить, к излучению какого элемента относится та или иная линия в спектре анализируемой пробы. Для этого нужно найти длину волны линии по ее положению в спектре, а затем с помощью таблиц определить ее принадлежность тому или иному элементу. Для рассмотрения увеличенного изображения спектра на фотографической пластинке и определения длины волны служат измерительные микроскопы, спектропроекторы и другие вспомогательные приборы.

Интенсивность спектральных линий растет с увеличением концентрации элемента в пробе. Поэтому для проведения количественного анализа нужно найти интенсивность одной спектральной линии определяемого элемента. Интенсивность линии измеряют или по ее почернению на фотографии спектра (спектрограмме) или сразу по величине светового потока, выходящего из спектрального аппарата. Величину почернения линий на спектрограмме определяют на микрофотометрах.

Связь между интенсивностью линии в спектре и концентрацией элемента в анализируемой пробе устанавливают с помощью эталонов — образцов, подобных анализируемому, но с точно известным химическим составом. Эту связь обычно выражают в виде градуировочных графиков.

## 2.8. КЛАССИФИКАЦИЯ МЕТОДОВ АЭСА

После получения спектра следующей операцией является его аполитическая оценка, которую можно проводить объективным либо субъективным методом. Объективные методы можно подразделить на непрямые и прямые. Первая группа охватывает спектрографические, а вторая — спектрометрические методы. В спектрографическом методе фотоэмульсия позволяет получить промежуточную характеристику интенсивности линии, в то время как спектрометрический метод основан на прямом измерении интенсивности спектральной линии с помощью фотоэлектрического приемника света. В субъективном методе оценки чувствительным элементом является человеческий глаз.

### **Спектрографический анализ**

Спектрографический метод состоит в фотографировании спектра и.ч. подходящих пластинках или пленке с помощью соответствующего спектрографа. Полученные спектрограммы можно использовать для качественного, полуколичественного и количественного анализов. При возбуждении и фотографировании спектров проб различных материалов необходимо строго придерживаться соответствующих инструкций. Следует обсудить также организационные вопросы создания и работы спектрографической лаборатории.

Спектрографические методы спектрального анализа имеют особое значение. Это обусловлено главным образом высокой чувствительностью фотоэмульсии и ее способностью интегрировать интенсивность света, а также огромным объемом информации, заложенным в спектре, и возможностью сохранять эту информацию в течение длительного времени. Необходимые приборы и другое оборудование относительно недороги, стоимость материалов низка, метод несложен и легко поддается стандартизации. Спектрографический спектральный анализ пригоден для рутинного анализа и научных исследований. Его недостаток заключается в том, что вследствие трудоемкости фотографических операций он не пригоден для экспрессных анализов, и его точность ниже, например, точности спектрометрического или классического химического анализа. Это не всегда имеет место при определении следов элементов. Можно надеяться на то, что спектрографический анализ получит большое развитие, особенно в области обработки огромного объема полезной информации, заключенной в спектре, с помощью автоматического микрофотометра, связанного с вычислительной машиной.

### **Спектрометрический анализ**

Спектрометрический аналитический метод отличается от спектрографического метода по существу только способом измерения спектра. В то время как в спектрографическом анализе интенсивность спектра измеряют через промежуточную стадию фотографирования, спектрометрический анализ основан на прямом фотометрировании интенсивности спектральных линий. Прямое измерение интенсивности имеет два практических преимущества: из-за отсутствия продолжительной операции обработки сфотографированных спектров и связанных с ней источников погрешностей существенно возрастает как скорость анализа, так и воспроизводимость его результатов. В спектрометрическом анализе операции пробоотбора, подготовки и возбуждения спектров идентичны соответствующим операциям спектрографического метода. То же относится ко всем процессам, протекающим во время возбуждения, и спонтанным или искусственно создаваемым эффектам. Поэтому они не будут здесь больше обсуждаться. Оптическая установка, используемая в спектрометрическом методе, включая источник излучения, его отображение, всю диспергирующую систему и получение спектра, практически идентична спектрографической установке. Однако существенное различие, заслуживающее отдельного обсуждения, состоит в способе подведения световой энергии спектральных линий к фотоэлектрическому слою фотоумножителя. Конечная операция анализа, а именно измерение, совершенно отличается от соответствующей операции спектрографического метода. Поэтому эта

стадия анализа будет обсуждаться при рассмотрении работы спектрометра МСА II.

### **Визуальный анализ**

Третья группа методов эмиссионного спектрального анализа включает визуальные методы, которые отличаются от спектрографического и спектрометрического методов способом оценки спектра и, за исключением редких случаев, используемой областью спектра. Способ оценки спектра *субъективный* в противоположность объективным способам двух других методов. В визуальной спектроскопии приемником света является человеческий глаз и используется видимая область спектра примерно от 4000 до 7600 Å \*.

В визуальных методах спектрального анализа предварительная подготовка проб и возбуждение их спектров по существу не отличаются от аналогичных операций других методов спектрального анализа. В то же время разложение света в спектр производится исключительно с помощью спектроскопа. И наконец, вследствие субъективности способа оценки визуальные методики существенно отличаются от спектрографических и особенно спектрометрических методик. Это означает также, что из трех методов спектрального анализа визуальный обладает наименьшей точностью.

Предел обнаружения визуального метода относительно велик. Наиболее чувствительные линии элементов, за исключением щелочных и щелочноземельных, находятся в ультрафиолетовой области спектра. В видимой области расположены только относительно слабые линии наиболее важных тяжелых металлов. Поэтому их предел обнаружения визуальным методом обычно хуже в десять — сто раз. За исключением очень редких случаев, визуальный метод не пригоден для определения неметаллических элементов, поскольку их линии в видимой области особенно слабы. Кроме того, возбуждение неметаллических элементов требует специального сложного оборудования и интенсивность источника света недостаточна для оценки спектральных линий невооруженным глазом.

В противоположность отмеченным выше недостаткам большое преимущество визуального метода заключается в его простоте, скорости и малой стоимости. Работать со спектроскопом очень легко. Хотя для оценки спектра необходима некоторая тренировка, выполнению простейших анализов можно обучиться быстро. Спектры можно оценивать невооруженным глазом без тех трудностей, которые присущи косвенным методам. Этот метод экспрессен: на определение одного компонента требуется обычно не более минуты. Стоимость относительно простого вспомогательного оборудования для визуального метода низка, пренебрежимо малы также затраты на инструмент для обработки проб, материалы для противоэлектродов и электроэнергию. Методики настолько просты, что после некоторой тренировки анализы могут выполнять неквалифицированные лаборанты. Вследствие высокой экспрессности метода трудозатраты на один анализ низки. Экономическая эффективность метода увеличивается также в связи с тем, что анализ можно проводить без разрушения анализируемого образца и на том месте, где он находится. Это означает, что с помощью портативных приборов можно анализировать без пробоотбора на месте их нахождения промежуточную продукцию (например, металлические штанги), готовую продукцию (например, детали станка) или уже смонтированные изделия (например, перегреваемые трубки паровых котлов). Экономятся также инструмент и время, упрощается организационная работа и отпадает необходимость в деструктивных методах пробоотбора.

Наиболее важной областью применения визуального метода спектрального анализа является контроль металлических сплавов и главным образом легированных сталей в процессе их производства с целью сортировки. Используется метод также для классификации металлов или легированных сталей при отборе ценных материалов из металлического лома.

### **3. Объекты исследования, оборудование**

Атомно-эмиссионный спектрометр МСА II, стандартные образцы состава,

Образцы сталей для определения химсостава.

#### **4. Задание на работу**

Изучить устройство и принцип работы атомно-эмиссионного спектрометра МСА II.  
Провести подготовку исследуемых образцов сталей к проведению спектрального анализа.

Провести рекалибровку спектрометра и тестовый анализ химического состава образцов сталей известного состава.

#### **5. Порядок выполнения работы**

1. Усвоить требования по технике безопасности при работе на спектрометре МСА II
2. Изучить назначение, устройство и работу основных элементов спектрометр МСА II
3. Ознакомиться с работой, порядком включения и выключения спектрометра МСА II
4. Приготовить образцы исследуемых сталей для спектрального анализа и выполнить анализ.

### **ОПИСАНИЕ И РАБОТА СПЕКТРОМЕТРА МСА II**

#### **Назначение**

Спектрометр «МСА» предназначен для измерения интенсивностей аналитических спектральных линий различных элементов. После калибровки по стандартным образцам состава спектрометр используется для количественного эмиссионного спектрального анализа металлов и сплавов при выплавке или входном контроле материалов.

Спектрометр выполнен в настольном варианте, может быть установлен как в лабораторном помещении, так и непосредственно в цехе.

В основу работы спектрометра положен метод эмиссионного спектрального анализа, использующий зависимость интенсивности спектральных линий от содержания элементов в пробе. Общий вид спектрометра представлен на рисунке 8.

Рис 8. Спектрометр эмиссионный «МСА» .



## Устройство и работа спектрометра

### Принцип действия

В основу работы спектрометра положен метод эмиссионного спектрального анализа, использующий зависимость интенсивности спектральных линий от концентрации элемента в образце.

Проба устанавливается на разрядный столик полихроматора так, чтобы герметично перекрыть отверстие разрядной камеры, и прижимается прижимом, как это показано на рис. 6.

Между пробой и подставным электродом разрядного столика при помощи источника возбуждения спектров возбуждается электрический разряд. В разряде происходит испарение и возбуждение свечения атомов образца. Свечение разряда с помощью конденсорной линзы освещает входную щель аргонного полихроматора и одновременно проектируется на торец оптоволоконного кабеля воздушного полихроматора, проходит по кабелю и освещает входную щель воздушного полихроматора.

Полихроматор формирует пучки лучей монохроматического излучения в виде спектральных линий. Совокупность спектральных линий представляет собой спектр, характеризующий состав образца: каждому элементу соответствует своя совокупность спектральных линий, интенсивность которых зависит от концентрации элементов в пробе.

Для анализа пробы следует выбрать пары аналитических линий из спектра каждого анализируемого элемента и линий сравнения из спектра основы.

В спектрометре можно одновременно регистрировать интенсивности любого числа спектральных линий.

Излучение спектральных линий проецируется на ПЗС-линейки. Обычно спектральная линия захватывает своим излучением несколько чувствительных элементов ПЗС-линейки. Аналитический сигнал может формироваться различными программными способами. Например, аналитический сигнал равен сумме полученных интенсивностей на определённом количестве фоточувствительных элементов, засвеченных аналитической линией, делённой на сумму полученных интенсивностей фоточувствительных элементов под линией сравнения. Для получения более точных результатов часто используют вариант формирования сигнала от аналитической линии как сумму полученных интенсивностей на определённом количестве фоточувствительных элементов минус сумма среднефоновых сигналов вблизи аналитической линии на том же количестве элементов. Подобным образом формируют сигнал от линии сравнения и за аналитический сигнал берут их отношение.

Работа спектрометра от момента включения источника возбуждения спектров до получения результатов на экране видеомонитора осуществляется автоматически по заданной программе с помощью компьютера.

Математическое обеспечение анализирует положение спектра по линиям основных элементов анализируемого материала и делает поправки на температуру или удар, вызывающий сдвиг спектра.

Для количественного определения химического состава образцов спектрометр должен быть предварительно градуирован по стандартным образцам с известным химическим составом.

Для каждого элемента (канала) должна быть экспериментально определена градуировочная характеристика, отражающая зависимость аналитического сигнала (интенсивности) соответствующих спектральных линий от содержания элемента в пробе.

Градуировочная характеристика определяется расчетным способом. Она представляется в виде формулы или в виде совокупности формул (полиномов первой, второй или третьей степени) и вводится в память компьютера. Аналитические сигналы спектральных линий анализируемой пробы следует получать в тех же условиях, в которых была определена градуировочная характеристика, и с помощью градуировочной характеристики определять концентрацию анализируемого элемента.

Функциональная схема спектрометра представлена на рисунке 9.



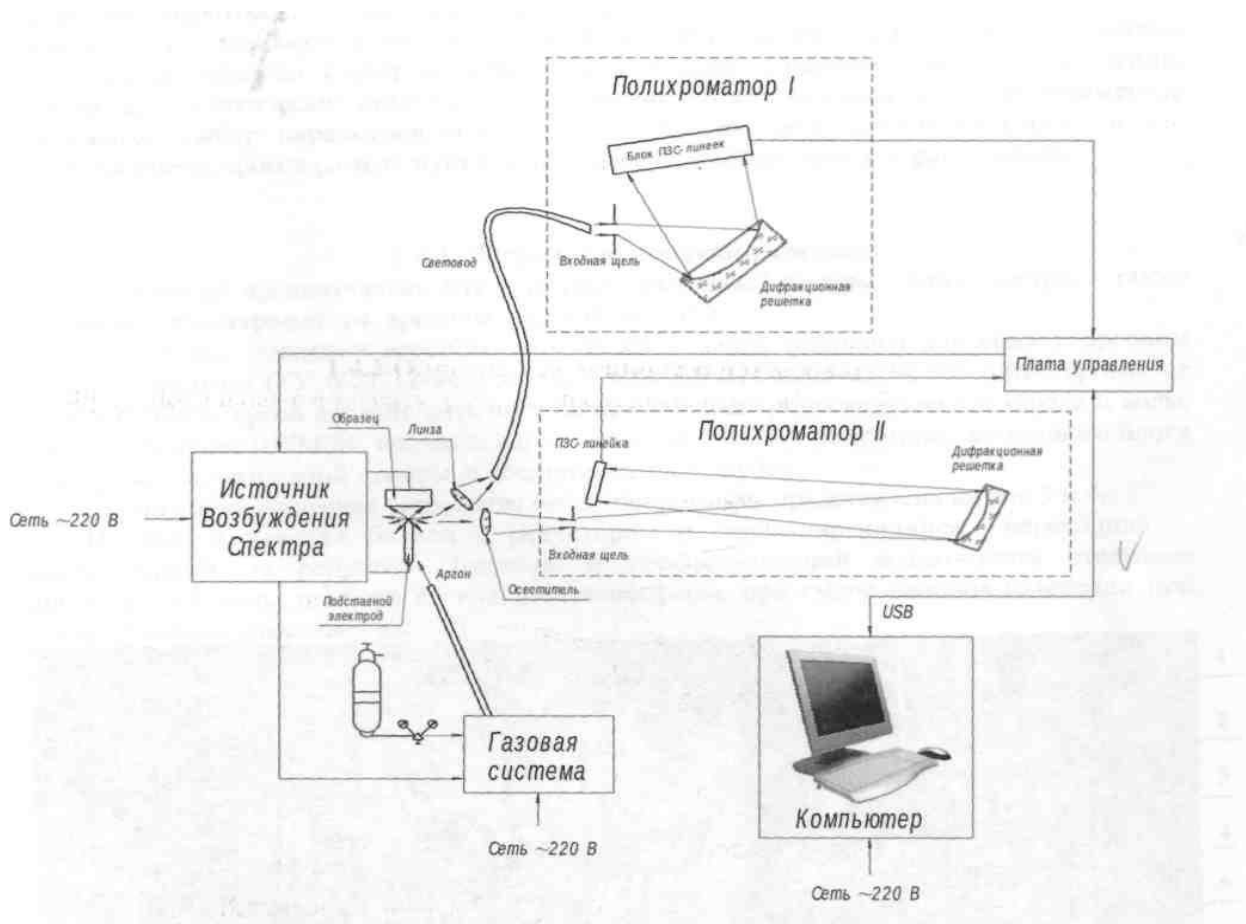


Рис 9. Спектрометр эмиссионный «МСА». Функциональная схема.

Между исследуемым образцом и подставным электродом разрядной камеры с помощью источника возбуждения спектра ИВС создается электрический разряд. Электрический разряд обеспечивает испарение и возбуждение свечения атомов образца, т.е. в промежутке между образцом и электродом образуется излучающая плазма. Излучение плазмы направляется на входные щели обоих полихроматоров с вогнутыми дифракционными решетками, разлагающими излучение в спектр. В фокальной поверхности полихроматоров располагаются приемники излучения - ПЗС-линейки.

Воздушный полихроматор содержит 10 ПЗС-линеек, аргоновый - одну ПЗС-линейку для регистрации спектральных линий углерода, серы и фосфора и линий основы для них.

В блоке ПЗС-линеек сигналы с ПЗС-линеек последовательно обрабатываются в аналогоцифровом блоке, в схеме обработки цифровых сигналов и через (интерфейс-USB) поступают в компьютер, где происходит обработка сигналов путем математических операций. Компьютер также через схему обработки цифровых сигналов управляет работой источника возбуждения спектров и работой ПЗС-линеек.

После окончания времени экспозиции накопленные сигналы обрабатываются в заданном оператором режиме регистрации и, если сделана градуировка по стандартным образцам, высвечиваются на экране видеомонитора в массовых долях элементов исследуемого образца. Выбор времени обжига, времен и количеств циклов накоплений, выбор пар аналитических линий и линий сравнения, выбор порядка следования элементов на бланке, выбор параметров возбуждения источника возбуждения спектров и т.д. задается оператором в разных пунктах программного обеспечения «Градуировка».

### Подготовка образцов к измерениям

Для получения хороших аналитических результатов образец должен удовлетворять следующим главным требованиям. Он должен быть:

а) Представительным.

Представительность означает, что часть образца, которую анализирует спектрометр, должна представлять весь образец.

б) Чистым.

Грязь, находящаяся на поверхности образца, испаряется под воздействием разряда. Даже отпечатки пальцев на поверхности образца могут повлиять на результаты анализа.

в) Однородным.

Воспроизводимость не может быть хорошей, если образец не является однородным.

г) Без трещин и пузырей

Из трещин и вскрытых пузырей поступает кислород, на поверхности пробы образуется неразрушаемая разрядом пленка окисла, материал пробы не выносятся в плазму разряда и получаются неправильные результаты.

д) Поверхность образца должна быть плоской.

е) Поверхность образца не должна быть чересчур гладкой или «заполированной», разряду на такой поверхности не зацепиться за материал и он будет скользить по поверхности не делая углублений с вырывом материала; в результате пятно разряда будет плохого качества.

Образцы для анализа следует затачивать на точильно-шлифовальном станке с электрокорундовым кругом с керамической связкой, зернистостью №50, твердостью СТ-2 по ГОСТ 2424, либо на шкурке шлифовальной бумажной типа 2 на бумаге марки БШ-200 из нормального электрокорунда зернистостью 40-60 по ГОСТ 6456.

Слишком гладкая поверхность образца может получиться, если электрокорундовый круг долго не заменяли или использовали мелкозернистую шлифовальную шкурку.

Электрокорундовый круг можно использовать дольше, если применять так называемую «правку» камня с помощью «правила».

Образцы черных и цветных сплавов нельзя затачивать на одном круге, необходимо использовать сменные круги или шлифовальную шкурку.

### **Последовательность измерений.**

Запустить программу Grad\_5. Открыть методику выполнения измерений командой **Файл/Открыть методику**, выбрав имя файла требуемой Методики. В результате программа откроет указанную Методику на ее первой стадии.

1) Выполнить команду **Методика/8.Рекалибровка** или нажать кнопку **<Рекалибровка>** на панели инструментов. Выполнить операцию рекалибровки во вкладке **<Измерение РОМ>**, если она не выполнялась в течение 8 часов, сделав по три-четыре параллельных измерения каждого рекалибровочного образца методики. После обыскривания каждого образца (а лучше после каждого обыскривания) зачищать поверхность электрода с помощью жесткой металлической кисточки. Если сходимость измерений удовлетворительная, то есть мало отличается от полученной в «день ноль», то зафиксировать значения новых рекалибровочных коэффициентов, нажав кнопку «Обновить текущие КО, К1». В противном случае измерения следует повторить, удалив предыдущие.

2) Выполнить команду **Методика/9.Анализ** или нажать кнопку **<Анализ.>** на панели инструментов. В результате на мониторе появится **Экран Анализа**, а в строке меню появится меню **9.Анализ**.

3) Начать новый анализ нажав на кнопку, ввести название образцов в поле **<Образец:>**, выполнить измерения образцов. Условия измерений должны быть такими же как и в пункте «Рекалибровка». После каждой смены образца (или каждого обыскривания) зачищать поверхность электрода с помощью жесткой металлической кисточки. Для получения результата анализа следует сделать не менее двух измерений образца и взять

выведенное на экран среднее значение. Для перехода к измерению следующего образца щелкнуть мышкой по кнопке со стрелкой вправо. По окончании измерений всех образцов сохранить их в файле с удобным для оператора названием, щелкнув мышкой по кнопке с изображением дискеты.

## **6. Содержание отчета**

1. **Теория вопроса.** Описать основные положения:

- теоретических основ атомно-эмиссионного спектрального анализа;
- условий возникновения атомных спектров;
- методов атомно-эмиссионного спектрального анализа

2. **Техника эксперимента.** Привести функциональную схему спектрометра МСА II его технические характеристики.;

3. **Полученные результаты.** Результаты спектрального анализа оформить в виде таблицы. Привести выводы по работе.

## **Список литературы**

1. Орешенкова Е.Г. Спектральный анализ. М., 1982.
2. Тарасевич Н.И. Руководство к практикуму по спектральному анализу. М., 1977.
3. Основы атомного спектрального анализа / Дробышев Л. И. – М.: Изд-во С – Петербург, 1997. – 200 с.
4. Многокристалльные сборки многоканальных анализаторов атомно-эмиссионных спектров / Лабусов В. А. – Заводская лаборатория. Диагностика материалов. Специальный выпуск. 2007. Т. 73. с. 13 – 17.
5. Новые многоканальные оптические спектрометры на основе анализаторов МАЭС / Лабусов В. А., Путьмаков А. Н., Зарубин Н. А., Гаранин В. Г. – Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. с. 7 – 13.
6. Спектральный анализ в аналитическом контроле металлургического производства / Карпов Ю. А. – Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. с. 3 – 6.
7. Спектрометр эмиссионный МСА. Руководство по эксплуатации. – Изд-во С – Петербург, 2007. – 22 с..

## **Лабораторная работа №12**

### **Определение состава сталей, применяемых в машиностроении и автомобилестроении на атомно-эмиссионном спектрометре МСА II**

#### **1. Цель работы:**

1.1 Практическое изучение конструктивных особенностей и параметров современного спектрометра МСА II с датчиком регистрации на ПЗС-линейке. Приобретение навыков работы на спектрометре.

1.2. Определить химический состав сталей, применяемых в машиностроении и автомобилестроении

## 2. Теоретические сведения

В основу работы спектрометра положен метод эмиссионного спектрального анализа, использующий зависимость интенсивности спектральных линий от концентрации элемента в образце.

Проба устанавливается на разрядный столик полихроматора так, чтобы герметично перекрыть отверстие разрядной камеры, и прижимается прижимом, как это показано на рис. 1.

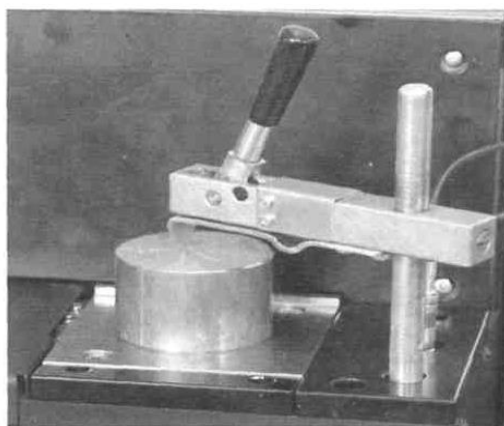


Рис.1. Разрядный столик

Между пробой и подставным электродом разрядного столика при помощи источника возбуждения спектров возбуждается электрический разряд. В разряде происходит испарение и возбуждение свечения атомов образца. Свечение разряда с помощью конденсорной линзы освещает входную щель аргонного полихроматора и одновременно проектируется на торец оптоволоконного кабеля воздушного полихроматора, проходит по кабелю и освещает входную щель воздушного полихроматора.

Полихроматор формирует пучки лучей монохроматического излучения в виде спектральных линий. Совокупность спектральных линий представляет собой спектр, характеризующий состав образца: каждому элементу соответствует своя совокупность спектральных линий, интенсивность которых зависит от концентрации элементов в пробе.

Для анализа пробы следует выбрать пары аналитических линий из спектра каждого анализируемого элемента и линий сравнения из спектра основы.

В спектрометре можно одновременно регистрировать интенсивности любого числа спектральных линий.

Излучение спектральных линий проецируется на ПЗС-линейки. Обычно спектральная линия захватывает своим излучением несколько чувствительных элементов ПЗС-линейки. Аналитический сигнал может формироваться различными программными

способами. Например, аналитический сигнал равен сумме полученных интенсивностей на определённом количестве фоточувствительных элементов, засвеченных аналитической линией, делённой на сумму полученных интенсивностей фоточувствительных элементов под линией сравнения. Для получения более точных результатов часто используют вариант формирования сигнала от аналитической линии как сумму полученных интенсивностей на определённом количестве фоточувствительных элементов минус сумма среднефоновых сигналов вблизи аналитической линии на том же количестве элементов. Подобным образом формируют сигнал от линии сравнения и за аналитический сигнал берут их отношение (см. «Руководство оператору»).

Работа спектрометра от момента включения источника возбуждения спектров до получения результатов на экране видеомонитора осуществляется автоматически по заданной программе с помощью компьютера.

Математическое обеспечение анализирует положение спектра по линиям основных элементов анализируемого материала и делает поправки на температуру или удар, вызывающий сдвиг спектра.

Для количественного определения химического состава образцов спектрометр должен быть предварительно градуирован по стандартным образцам с известным химическим составом.

Для каждого элемента (канала) должна быть экспериментально определена градуировочная характеристика, отражающая зависимость аналитического сигнала (интенсивности) соответствующих спектральных линий от содержания элемента в пробе.

Градуировочная характеристика определяется расчетным способом. Она представляется в виде формулы или в виде совокупности формул (полиномов первой, второй или третьей степени) и вводится в память компьютера. Аналитические сигналы спектральных линий анализируемой пробы следует получать в тех же условиях, в которых была определена градуировочная характеристика, и с помощью градуировочной характеристики определять концентрацию анализируемого элемента.

Рассмотрим возможности современного оптического эмиссионного спектрометра модели МСА II. Это небольшой настольный прибор, но наиболее точный оптический эмиссионный спектрометр на ПЗС-линейках. Это единственный российский спектрометр с 2 оптическими системами - они называются полихроматорами, один из которых работает в области длин волн 190-410 нм (в которой лежат спектральные линии большинства элементов) и второй специально сконструирован для точного определения углерода, серы и фосфора - элементов, очень важных при выплавке металла и в то же время наиболее трудных для анализа, т.к. их аналитические линии лежат в области

спектра 170-200 нм, в которой происходит сильное поглощение атмосферным воздухом (кстати, именно по этой причине большинство современных спектрометров используют продувку разрядной камеры (штатива) чистым аргоном). Спектрометр МСА II универсален, т.е. его можно использовать для анализа химического состава любого металла и сплава. Кроме того, он обладает уникальной возможностью работать одновременно как со штативом, продуваемым аргоном (что обычно и используется для анализа металлических образцов), так и с воздушным штативом, часто применяемым для анализа образцов неправильной формы, мелких образцов, ферроматериалов, порошков, руд. Для анализа щелочных элементов спектрометр может комплектоваться оптической системой с диапазоном длин волн от 400 до 800 нм. Таким образом, доступная для анализа область спектра - от 170 до 800 нм, что обеспечивает анализ практически всех элементов.

МСА II предназначен для точного экспресс-анализа химического состава металлов и сплавов, как при технологическом процессе выплавки металла, так и анализе готовой продукции на металлургических производствах, а также входном контроле и контроле марочного состава деталей, изделий в машиностроении и других отраслях.

Материалы, которые можно анализировать: стали и чугуны всех марок; медь и медные сплавы (латуни, бронзы и др.); алюминий и алюминиевые сплавы; свинец, олово и сплавы на их основе; сплавы на основе титана, магния и других металлов; драгоценные металлы, порошки. Количество одновременно определяемых элементов - до 60. Время однократного анализа от 10 до 60 секунд. Диапазоны концентраций определяемых элементов от десятитысячных долей процента до 40-50 %.

Наиболее важным параметром спектрометра является разрешение спектральных линий. Эта величина определяет, насколько хорошо «разнесены» друг от друга рядом лежащие спектральные линии. Разрешение зависит от дисперсии спектрометра, определяемой радиусом круга Роуланда (на котором расположены оптические элементы) и количеством штрихов на 1 мм дифракционной решетки. В МСА II радиус круга Роуланда  $R = 500$  мм, а применяются решетки до 3600 штр/мм, что обеспечивает обратную линейную дисперсию до 0,55 нм/мм и выделяемую одним элементом ПЗС-линейки шириной 8 мкм область 0,0044 нм (предельное разрешение). Это обеспечивает качество спектра в 3 раза лучшее по сравнению с обычными применяемыми параметрами в приборах с ПЗС (радиусом  $R = 330$  мм и дифракционной решеткой 1800 штр/мм). Качество спектра - это основа работы прибора, именно оно определяет точность, надежность анализа, гарантирует его стабильность. Спектрометр снабжен системой отслеживания температурных сдвигов спектра, которые фиксируют сдвиги до десятых долей микрона и компенсируют их в автоматическом режиме, что делает прибор нечувствительным к

температурным колебаниям. Силовой блок содержит корректор мощности, позволяющий спектрометру уверенно работать при изменении напряжения питающей сети от 170 до 250 В.

Устройство и работа спектрометра подробно рассмотрены в лабораторной работе «Основы атомно-эмиссионного анализа».

### **3. Объекты исследования, оборудование, материалы**

Атомно-эмиссионный спектрометр МСА II, шлифовальный станок,

стандартные образцы состава, Шлифовальная шкурка

Образцы сталей марок: У10, 9ХС, 35ХГСА, 38ХНЗМФА, 12Х2Н4А, 15ХФ, 12Х18Н10Т, 4Х2В5МФ для определения состава.

### **4. Задание на работу**

Получить практические навыки работы на атомно-эмиссионном спектрометре МСА II.

Выполнить пробоподготовку исследуемых образцов сталей к проведению спектрального анализа.

Провести рекалибровку спектрометра и анализ химического состава образцов сталей.

### **5. Порядок выполнения работы**

1. Выполнить рекалибровку спектрометра
2. Приготовить образцы исследуемых сталей для спектрального анализа
3. Провести качественный и количественный анализ сталей

### **Рекалибровка Методики**

Рекалибровка Методики осуществляется в Окне8 "РЕКАЛИБРОВКА", которое представлено на экране четырьмя вкладками:

- **Выбор РОМ,**
- **Выбор ТРОМ,**
- **Измерение РОМ,**
- **Измерение ТРОМ.**

Вкладки, относящиеся к **ТРОМ** (Типовым Рекалибровочным Образцам Методики), аналогичны вкладкам, использующим **РОМ** (Рекалибровочные Образцы Методики), поэтому в данном разделе приводится только описание вкладок **РОМ**.

### **Подготовка рекалибровки**

Подготовка рекалибровки предполагает последовательное (в указанном порядке) прохождение трёх этапов.

Этап 1. Создание Рекалибровочного Задания (РЗ).

Одно РЗ может использоваться несколькими Методиками.

Этап 2. Создание (на основе одного из РЗ) Группы РОМ в текущей Методике или выбор текущей Группы РОМ из уже имеющихся.

Возможно создание нескольких Групп РОМ в текущей Методике.

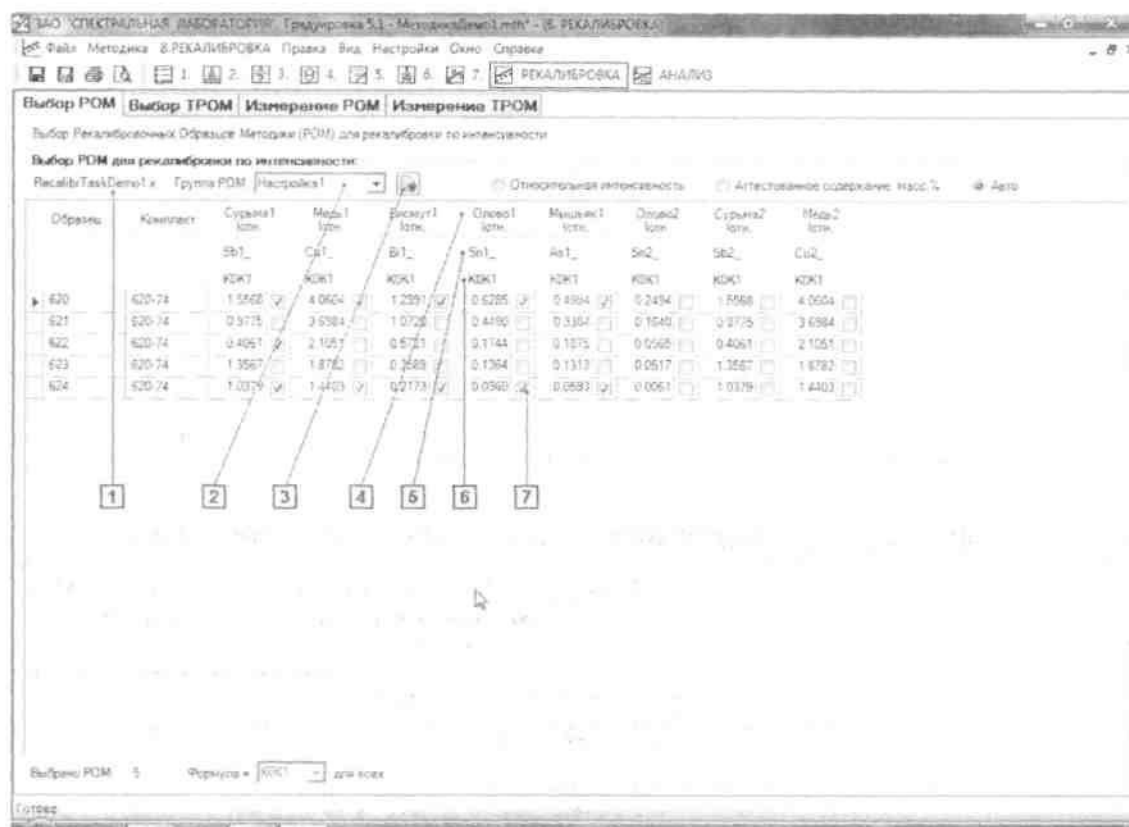
Этап 3. Редактирование текущей Группы РОМ в текущей Методике.

Этап 1 - Создание Рекалибровочного Задания

Для создания или редактирования рекалибровочного задания выполните команду главного меню **Настройки – Рекалибровочные задания**

Этапы 2 и 3 выполняются на вкладке **Выбор РОМ**.

Вкладка **Выбор РОМ** имеет следующую компоновку:



1- Имя РЗ, на основе которого сформирована текущая группа РОМ.

2 - Выбор текущей группы РОМ.

Результаты какого-либо редактирования на вкладке **Выбор РОМ** сохраняются в текущей группе РОМ.

3- Добавление новой группы РОМ.

В диалоге "Добавить новую Группу РОМ в Методику" создается новая (пустая) группа РОМ.

4- Имя Определяемого Элемента Методики (ОЭМ) и тип рекалибровки: 1отн - по интенсивности; Сатт - по концентрации.

5- Имя Аналитической Пары Методики.



6- Имя Модели, используемой для данной Аналитической Пары.

7- Включить данный Образец в текущую группу РОМ и использовать его для рекалибровки данной Аналитической Пары в данном ОЭМ.

### **Проведение рекалибровки**

Цель рекалибровки - обновление текущих рекалибровочных коэффициентов КО, К1.

В обычном сценарии эта цель достигается последовательным (в указанном порядке) выполнением четырёх процедур:

1. Выбрать текущую группу РОМ (если это необходимо).
2. Начать новую Рекалибровку.
3. Измерить ВСЕ образцы, предусмотренные в текущем РЗ (даже если текущая группа РОМ использует не все образцы из РЗ).
4. Обновить текущие КО, К1.

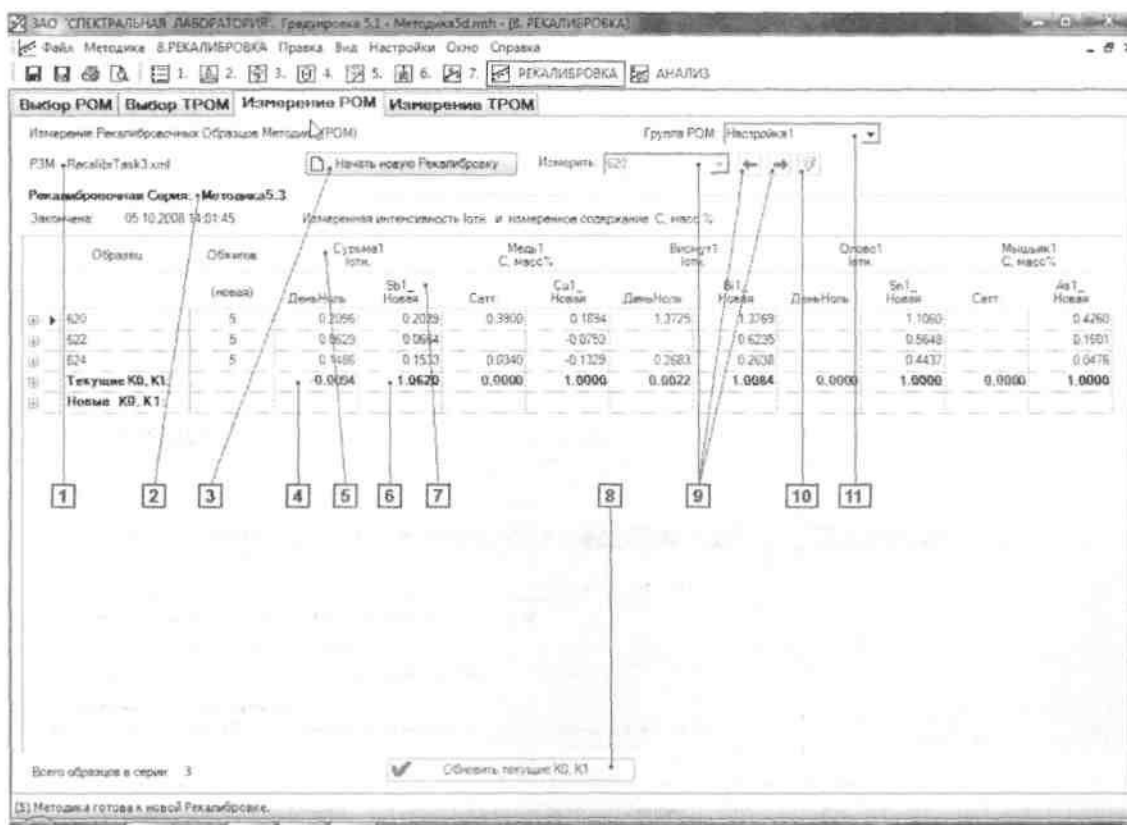
Существует упрощённый сценарий рекалибровки, состоящий только из процедуры

4. Обновить текущие КО, К1.

Этот сценарий становится возможным, если какая-то другая Методика, использующая то же самое РЗ, уже провела рекалибровку по обычному сценарию с измерением всех РОМ данного РЗ.

В этом случае в БД Spectra сохраняются свежеизмеренные спектры образцов данного РЗ, которые готовы к обработке в процедуре обновления КО, К1.

Проведение рекалибровки выполняется на вкладке **Измерение РОМ**, имеющей следующую компоновку:



- 1- Имя РЗ, на основе которого сформирована текущая группа РОМ.
- 2 - Имя измеренной рекалибровочной Серии в БД Spectra.
- 3- Команда, предшествующая новому измерению всех РОМ в текущем РЗ.
- 4- Значение рекалибровочного коэффициента КО для данной АПМ.
- 5- Имя Определяемого Элемента Методики (ОЭМ) и тип рекалибровки: 1отн - по интенсивности; Смасс.% - по концентрации.
- 6-Значение рекалибровочного коэффициента К1 для данной АПМ.
- 7- Имя Аналитической Пары Методики (АПМ).
- 8- Команда, завершающая рекалибровку.
- 9 - Выбор текущего РОМ для измерения:
- 10 - Старт очередного параллельного измерения текущего РОМ.
- 11 - Выбор текущей группы РОМ.

### Количественный анализ

Количественный анализ осуществляется в Окне9 "АНАЛИЗ", которое имеет следующую компоновку:



Методики в выпадающем списке "Методика" и нажатия кнопки **[Начать новый анализ]**. После этого потребуется ввести имя нового анализа в поле "Анализ" и имена всех (или части) проб в таблице "Номер пробы", которая появляется при раскрытии поля "Образец". Если вы хотите продолжить уже начатый анализ, достаточно будет открыть результаты последнего анализа из выпадающего списка "Анализ". При необходимости список измеренных проб в таблице "Номер пробы" можно дополнить именами новых образцов.

### **Измерение проб**

Перед стартом очередного измерения текущей пробы необходимо убедиться, что имя выбранного образца в поле "Образец" соответствует образцу, установленному в штатив спектрометра. Если несоответствие обнаружено после выполненной экспозиции, то необходимо удалить этот обжиг. Описание всех действий, выполняемых при измерении проб, см. в разделе Пошаговые инструкции: Окно 9. Анализ: Выполнение анализа.

### **6.3 Редактирование результатов**

Редактирование результатов анализа заключается в исключении (включении) обжига в усреднение или удалении данного обжига. Кроме того, возможно редактирование атрибутов пробы, если атрибуты присутствуют в соответствующей форме вывода. Описание всех действий, выполняемых при редактировании результатов анализа, см. в разделе Пошаговые инструкции: Окно 9. Анализ: Выполнение анализа.

### **Сохранение результатов**

Результаты анализа (найденные содержания и относительные интенсивности) сохраняются в БД Analyses автоматически при закрытии Методики или при выходе из программы. Можно также сохранить результаты анализа вручную, нажав кнопку. Описание всех действий, выполняемых при сохранении результатов анализа, см. в разделе Пошаговые инструкции: Окно 9. Анализ: Выполнение анализа.

### **Печать результатов**

Печать результатов анализа выполняется в соответствии с текущей формой вывода результатов.

Текущая форма вывода результатов в текущей Методике выбирается в диалоге "Настройка форм вывода Результатов Анализа".

При большом количестве определяемых элементов целесообразно выбрать печать вида "ландшафт" вместо вида "портрет".

Описание всех действий, выполняемых при печати результатов анализа, см. в разделе Пошаговые инструкции: Окно 9. Анализ: Выполнение анализа.

### **Качественный анализ**

Задача качественного анализа (точнее - элементного качественного анализа) -обнаружение химических элементов, входящих в состав анализируемого образца. Это осуществляется путём решения обратной задачи спектрометрии -идентификации всех спектральных пиков на измеренном спектре неизвестного образца. Непосредственное решение обратной задачи довольно сложно, поэтому часто её решают путём многократного решения прямой задачи, а именно - генерации спектральных линий по известному качественному составу образца.

Программа ГРАДУИРОВКА перебирает возможные варианты качественного состава образца, и в каждом варианте генерирует наиболее яркие спектральные линии данного образца, чтобы сопоставить их с реальными спектральными пиками. Совпадение (по длине волны) сгенерированной линии с реальным спектральным пиком позволяет идентифицировать данный пик на принадлежность к конкретному элементу.

### **Создание маркеров линий**

Маркеры спектральных линий организованы в виде независимых списков. Каждый список хранится в отдельном файле. Список содержит набор элементов и по каждому элементу - набор его наиболее ярких спектральных линий. Далее под "маркерами линий" понимается один из конкретных списков. Таким образом, команда главного меню **2.ЛИНИИ→Сохранить ИЛМ как маркеры Линий...** создаёт список маркеров линий, соответствующей Измеряемым Линиям Методики.

### **Настройка маркеров линий**

Настройка маркеров линий подразделяется на статическую и динамическую.

Статическая настройка маркеров спектральных линий осуществляется по команде главного меню **Настройки→Вид маркеров линий...**

В появившемся диалоговом окне "Вид Маркеров Линий" отображается текущий список маркеров текущей Методики. Для каждого из элементов настраивается цвет и вид маркера, а также расположение подписи на маркере. Динамическая настройка маркеров, загруженных в Окне2 "ЛИНИИ", осуществляется правым кликом на заголовке списка маркеров, на элементе списка или на конкретной линии элемента.

На заголовке списка настраиваются все маркеры линий данного списка; на элементе - настраиваются все маркеры данного элемента; на конкретной линии -настраивается только маркер этой линии. Результаты динамической настройки сразу же отображаются на спектре, открытом в Окне2.

### **Анализ маркеров линий на спектре**

Для проведения качественного элементного анализа неизвестного образца необходимо:

1. Открыть или измерить в Окне2 "ЛИНИИ" спектр этого образца.

2. Выполнить команду главного меню

**2.ЛИНИИ→Загрузить маркеры линий...**

Если после этой команды список маркеров не появился, необходимо выполнить команду

**2.ЛИНИИ→ПОКАЗАТЬ Список "Маркеры Линий".**

3. Выявить совпадения (визуально, по длине волны) каких-либо маркеров линий и спектральных пиков.

4. Сделать вывод о принадлежности спектрального пика соответствующему химическому элементу.

## **6. Содержание отчета**

В отчете необходимо кратко изложить теоретические сведения, описать порядок выполнения работы. Результаты представить в виде таблицы. Сопоставить полученные данные химического состава сталей, с данными по химсоставу согласно ГОСТ. Дать анализ полученных результатов.

### **Список литературы**

1. Орешенкова Е.Г. Спектральный анализ. М., 1982.
2. Тарасевич Н.И. Руководство к практикуму по спектральному анализу. М., 1977.
3. Основы атомного спектрального анализа / Дробышев Л. И. – М.: Изд-во С – Петербург, 1997. – 200 с.
4. Многокристалльные сборки многоканальных анализаторов атомно-эмиссионных спектров / Лабусов В. А. – Заводская лаборатория. Диагностика материалов. Специальный выпуск. 2007. Т. 73. с. 13 – 17.
5. Новые многоканальные оптические спектрометры на основе анализаторов МАЭС / Лабусов В. А., Путьмаков А. Н., Зарубин Н. А., Гаранин В. Г. – Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. с. 7 – 13.
6. Спектральный анализ в аналитическом контроле металлургического производства / Карпов Ю. А. – Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2012. Т. 78. с. 3 – 6.
7. Спектрометр эмиссионный МСА. Руководство по эксплуатации. – Изд-во С – Петербург, 2007. – 22 с..