



ДОНСКОЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
УПРАВЛЕНИЕ ДИСТАНЦИОННОГО ОБУЧЕНИЯ И ПОВЫШЕНИЯ
КВАЛИФИКАЦИИ

Кафедра «Физическое и прикладное материаловедение»

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ к лабораторному практикуму

«Оптико-эмиссионный спектральный анализ металлов»

Автор

Долгачев Ю. В.

Пустовойт В. Н.

Рожкова В. М.

Ростов-на-Дону, 2013



Аннотация

Методические указания разработаны для использования студентами при выполнении лабораторного практикума по дисциплинам "Неразрушающие методы контроля материалов", "Физико-химия наноматериалов", "Нанотехнологии и наноматериалы" и предназначены для практического освоения теоретических представлений о строении и свойствах материалов, получения навыков анализа химического состава металлов и сплавов.

Автор

Долгачев Ю. В., к.т.н., доцент

Пустовойт В. Н., д.т.н, профессор, зав. кафедрой

Рожкова В. М., ассистент





Оглавление

1. ОСНОВНЫЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ	4
2. ОСОБЕННОСТИ РАБОТЫ НА УСТАНОВКЕ MAGELLAN Q8	8
3. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ.....	10
4. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА.....	10
5. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ.....	11
6. РЕКОМЕНДУЕМЫЙ БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК.....	12



ЦЕЛЬ РАБОТЫ: ознакомиться с назначением, возможностями, принципом действия спектрального анализатора Magellan Q8 и произвести химический анализ металлического образца.

1. ОСНОВНЫЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ

1.1. Назначение опико-эмиссионного спектрального анализа

Сегодня анализ химического состава нашел широкое применение во многих отраслях народного хозяйства. Качество, надежность, долговечность изделия в большой степени зависят от состава использованного сплава. Малейшее отклонение от заданного химического состава может привести к негативному изменению свойств. Особая опасность заключается в том, что данное отклонение может быть визуально незаметным и как следствие неопределимым без специальных приборов. Человеческие органы чувств не дают возможности проанализировать такие параметры металла, как его состав или марку используемого сплава. Одним из приборов позволяющим получить необходимую информацию о химическом составе сплава является опико-эмиссионный спектрометр.

Оптический эмиссионный спектрометр используется для измерения массовой доли химических элементов в металлах и сплавах и применяется в аналитических лабораториях промышленных предприятий, в цехах для быстрой сортировки и идентификации металлов и сплавов, а также для анализа больших конструкций без нарушения их целостности.

1.2 Принцип действия опико-эмиссионного анализатора

Принцип действия спектрометра основан на измерении интенсивности излучения на определенной длине волны спектра эмиссионного излучения атомов анализируемых элементов. Излучение возбуждается искровым разрядом между вспомогательным электродом и анализируемым металлическим образцом. В процессе анализа аргон обтекает исследуемый объект, делая его более заметным для изучения. Эмиссионный спектрометр фиксирует интенсивность излучения и на основе получаемых данных анализирует состав металла. Содержание элементов в образце опреде-



Оптико-эмиссионный спектральный анализ металлов

ляется по градуировочным зависимостям между интенсивностью эмиссионного излучения и содержанием элемента в образце.

Спектрометр состоит из источника возбуждения спектра, оптической системы и автоматизированной системы управления и регистрации на базе IBM-совместимого компьютера.

Искровой источник возбуждения спектра предназначен для возбуждения эмиссионного светового потока от искры между образцом и электродом. Спектральный состав света определяется химическим составом исследуемой пробы.

В настоящее время наиболее оптимальной компоновкой оптической системы считается исполнение по схеме Пашена-Рунге (рис. 1).

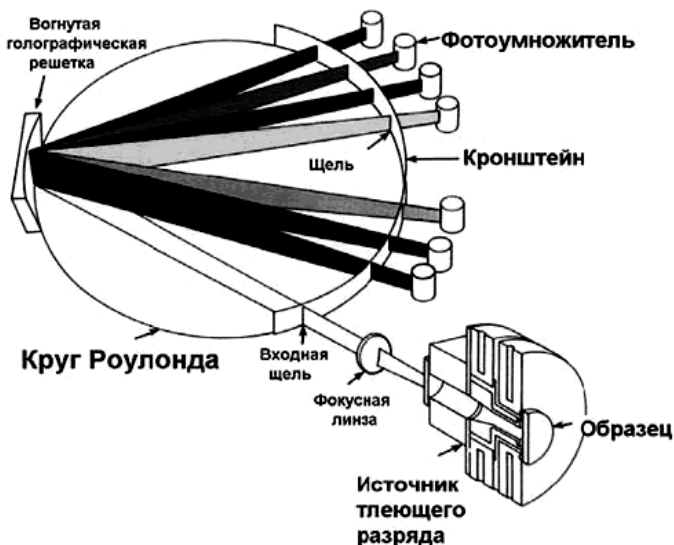


Рис. 1 Оптичная система по схеме Пашена-Рунге

Когда возбужденные с помощью тлеющего разряда атомы переходят на более низкую орбиту, они излучают свет. Каждая излученная длина волны является характерной для каждого атома испустившего ее. Свет фокусируется на входной щели спектрометра и расщепляется на вогнутой голографической решетке в соответствии с длинами волн. После этого через точно установленные выходные щели свет попадает на соответствующий элементу фотоумножитель.

Для обеспечения хорошей прозрачности оптическая камера должна быть вакуумирована. Кроме этого система должна быть



независимой от внешних условий (температуры и давления воздуха). В настоящее время стационарные оптические спектрометры термостабилизированы с точностью до десятых долей градуса.

Управление процессом измерения и обработки выходной информации осуществляется от встроенного IBM-совместимого компьютера с помощью специального программного комплекса. По программе осуществляется настройка прибора, построение градуировочных зависимостей на основе анализа стандартных образцов, оптимизация его параметров, управление режимами спектрометра, обработка, сохранение и печать результатов измерения.

1.3 Установка Magellan Q8

Qantron Magellan (Magellan Q8) - оптико-эмиссионный анализатор с вакуумной оптикой фирмы Bruker (рис. 2). Позволяет определять химический состав сплавов на основе железа (стали и чугуны), меди (бронзы, латуни и др.) алюминия (дуралюмины и др.). Установка оснащена датчиками, определяющими процентное количество таких элементов, как углерод, азот, фосфор, сера, ванадий, вольфрам, кремний, марганец, хром, молибден, никель, алюминий, кобальт, медь, ниобий, титан, олово, бор, железо, цинк, олово, бериллий, магний, свинец.

Калибровка установки осуществляется с помощью калибровочных образцов различных сталей, чугунов, бронзы, алюминиевых сплавов. Точность определения химического состава сплавов составляет до сотых долей процента.



Рис. 2. Установка Magellan Q8



2. ОСОБЕННОСТИ РАБОТЫ НА УСТАНОВКЕ MAGELLAN Q8

2.1 Пробоподготовка

Перед анализом поверхность образцов на железной основе должна быть подготовлена с помощью шлифовальной машины и шкурки зернистостью 40 – 60. Для подготовки образцов из цветных металлов рекомендуется фрезерование или подготовка с помощью токарного станка. Для износостойких материалов типа чугуна рекомендуется применять шлифовку абразивным камнем. Точность анализа напрямую зависит от качества аргона и качества пробоподготовки. Перед анализом поверхность образца должна быть сухой и чистой. Не допускается фрезерование с использованием эмульсионных масел.

2.2 Проведение измерений

Поместите подготовленный образец на аналитический столик. При этом аналитическое отверстие должно быть полностью закрыто образцом. Зафиксируйте образец, опустив автоматический прижим образца.

Нажмите кнопку прожига, чтобы начать измерение. Так же можно начать измерение нажав клавишу F2 на клавиатуре или на соответствующую кнопку на экране программного обеспечения QMatrix. После этого вы услышите звук горения искры в различных режимах.

После окончания горения искры результаты анализа будут представлены на экране. По окончании измерения почистите электрод специальной щеточкой.

Проанализируйте образец еще раз. При этом не допускается наложений пятен обжига друг на друга. После окончания второго измерения необходимо сравнить результаты измерений. Если воспроизводимость неудовлетворительна, необходимо провести еще один анализ.

Если звук искры слишком громкий или горение искры можно видеть в промежутке между аналитическим столиком и образцом, необходимо остановить анализ кнопкой "Стоп". После этого необходимо проверить анализируемую поверхность и повторить измерение.



2.3 Контроль пятна прожига

Цвет и форма пятна прожига зависит от нескольких факторов. Обычно пятно представляет собой светлый кратер (центр) с темными окраинами, состоящими из мелкодисперсного металлического порошка. Если цвет пятна отличается от нормального то проконтролируйте следующие факторы:

Не содержит ли образец поры или органические включения?

Качество аргона соответствует требованиям – 99,998%?

Аргоновая система проверена на утечки?

Поверхность образцов подготовлена правильно? (Без перегрева более чем 100°C, без “замыливания” на старой “шкурке”, без следов загрязнения или внедрения в поверхность материала абразива).

2.4 Чистка электрода.

Рекомендуется чистить электрод после каждого прожига. Кисточку держать в чистом виде и использовать только для одной металлической основы. В некоторых случаях, связанных с особенными обстоятельствами (мал размер образца, не требуется высокого качества результатов) можно прожигать на одном месте, но надо учитывать: что образец не должен нагреваться выше 60°C, что в следствии прожига удаляется часть материала образца и от прожига к прожигу меняется расстояние до электрода.



3. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

- Уясните цель работы.
- Ознакомьтесь с назначением, возможностями и принципом действия оптико-эмиссионного спектрометра.
- Изучите рекомендации по работе на установке Magellan Q8.
- Произведите пробоподготовку выданного преподавателем образца.
 - Под руководством преподавателя проследуйте в лабораторию НОЦ "Экспертиза" к спектрометру Magellan Q8.
 - Проведите измерения подготовленного образца.
 - Распечатайте результаты химического анализа.
 - Составьте отчет о работе.

4. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

- Цель работы.
- Опишите назначение, возможности и принцип действия оптико-эмиссионного спектрометра.
 - Перечислите порядок действий для пробоподготовки и измерения образца.
 - Приложите к отчету распечатанные результаты химического анализа на спектрометре Magellan Q8.
 - Определите принадлежность образца к той или иной марке
 - Выпишите требования к данной марке в соответствии с ГОСТом
 - Если есть несоответствия по содержанию элементов, укажите их.



5. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- Опишите назначение и возможности установки Qantron Magellan?
- Каков принцип действия опико-эмиссионного спектрометра?
- Что вызывает свечение металлического образца?
- Как устроена оптическая система спектрометра?
- Опишите процесс пробоподготовки?
- Как произвести измерение на спектрометре Magellan Q8?
- Каким должно быть правильное пятно прожига?



6. РЕКОМЕНДУЕМЫЙ БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Опико-электронные приборы для научных исследований: учеб. пособие / под ред. д.т.н. проф. Л.А. Новицкого. - М.: Машиностроение, 1986. - 432 с.

2. Марочник сталей и сплавов : под ред. А.С. Зубченко. - 2-е изд., перераб. и доп. - М.: Машиностроение, 2003. - 782 с.

3. Марочник сталей и сплавов / Под ред. В.Г. Сорокина. - М.: Машиностроение, 1989. - 639 с.

4. Суздалев И.П. Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов. – М.: КомКнига, 2006. – 592 с.