

Piotr Borsuk	Stopy Odlewnicze	11.01.2024r.
Rok 2, Nr. Grupy 1	Analiza spektralna, termiczna oraz EDS/EBSD	Ocena

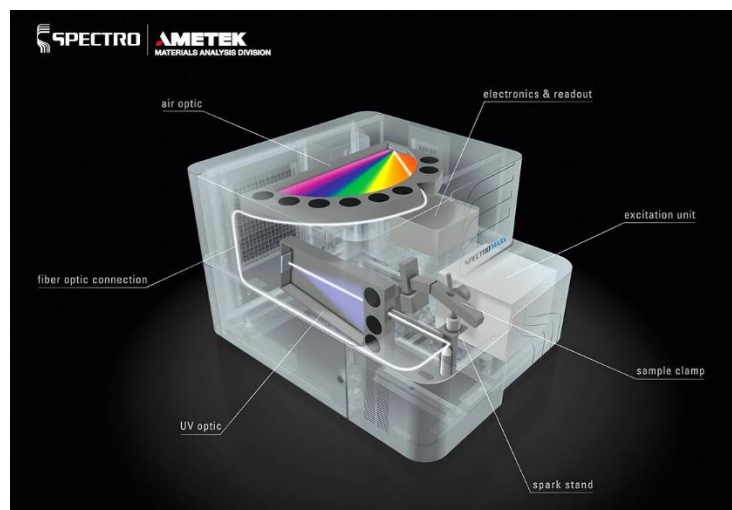
## 1. Wstęp teoretyczny

Analiza spektralna, zwana także optyczną spektrometrią emisyjną (OES), stanowi skuteczną procedurę mającą na celu identyfikację składu chemicznego badanego materiału metalicznego. Jest to istotne narzędzie w branży obróbki metali, gdzie pełni kluczową rolę nie tylko w kontroli jakości, lecz także w analizie uszkodzeń komponentów wykonanych z metalu.

Ponadto, analiza spektralna może być wykorzystana w celach dokumentacyjnych, umożliwiając gromadzenie precyzyjnych informacji dotyczących składu chemicznego materiału. Procedura ta jest również użyteczna do dostarczania dowodów na zgodność z wymogami jakościowymi, normami oraz przepisami prawa.

Analiza spektralna wykorzystuje efekt, który powstaje podczas emisji fotonowej w wyniku odparowania próbki analitycznej. Procedura rozpoczyna się od umieszczenia elektrody na materiale metalicznym w celu podgrzania próbki do temperatury sięgającej kilku tysięcy stopni. Pomiędzy elektrodą a próbką wywołuje się łuk elektryczny, co prowadzi do odparowania i jednoczesnego wzbudzenia próbki.

Wzbudzenie atomów w wyniku odparowania skutkuje powstaniem plazmy emitującej światło. Emisja światła stanowi podstawę analizy spektralnej metali. Poprzez zastosowanie siatki dyfrakcyjnej, światło jest rozkładane na składowe widma, a detektory mierzą natężenie promieniowania o określonej długości fali. Odczyt pomiarów natężenia pozwala ostatecznie określić poziom stężenia elementów metalicznych w badanej próbce.[1]



Źródło: <https://www.cynel.com.pl/pl/uslugi>

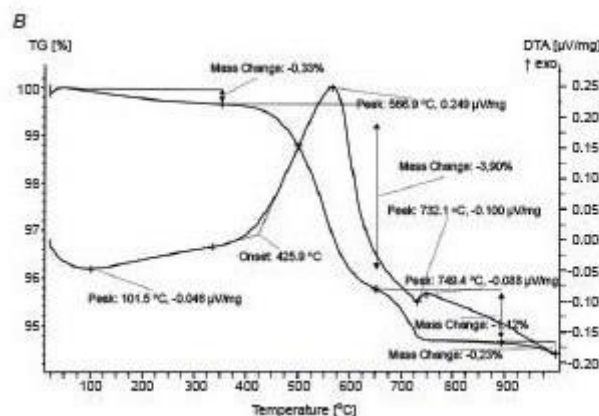
Rys. 1. Spektrometr emisyjny.

Analiza termiczna definiowana jest jako zbiór metod badania zmian wybranych właściwości fizycznych substancji pod wpływem temperatury. W zależności od zastosowanej metody, analiza może uwzględniać także modyfikacje środowiska otaczającego badaną próbkę, takie jak zmiany składu chemicznego atmosfery czy ciśnienia. Dodatkowo, próbka może być poddana działaniu różnych czynników, zarówno chemicznych (w atmosferze chemicznie aktywnej) jak i fizycznych (takich jak czynniki mechaniczne, pola elektryczne czy magnetyczne, itp.).

To oznacza, że metody analizy termicznej umożliwiają precyzyjne określanie zmian stanu badanej substancji wraz ze wzrostem temperatury, przy uwzględnieniu różnorodnych warunków pomiarowych. Analiza termiczna staje się nie tylko narzędziem do monitorowania zmian fizycznych, ale także pozwala na badanie wpływu czynników zewnętrznych na zachowanie substancji, co ma istotne znaczenie zarówno w badaniach naukowych, jak i w praktycznych zastosowaniach przemysłowych, gdzie kontrola procesów termicznych odgrywa kluczową rolę.

Metody analizy termicznej znajdują zastosowanie w badaniu reakcji chemicznych i przemian fazowych, które mają miejsce podczas procesów ogrzewania lub studzenia substancji. Niektóre z tych metod umożliwiają precyzyjne określenie parametrów termodynamicznych i kinetycznych reakcji. Istnieją również techniki, które są przydatne do jakościowego i ilościowego określania składu fazowego oraz chemicznego badanych substancji.

Metody analizy termicznej mają zastosowanie nie tylko w identyfikowaniu składu fazowego, ale także w określaniu czystości surowców oraz badaniu reakcji wysokotemperaturowych związanych z produkcją różnorodnych tworzyw. Ponadto, te techniki umożliwiają precyzyjne określenie trwałości termicznej badanych materiałów.[2]



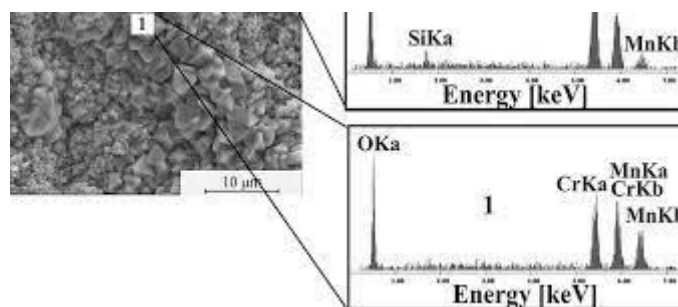
Źródło: <https://labportal.pl/wykorzystywanie-analazy-termicznej-w-okreslaniu-wlasciwosci-odpadow-mineralnych/>

Wykres. 1. Przykładowy wykres analizy termicznej

Metoda spektroskopii dyspersji energii (EDS) pozwala na wyznaczanie (półilościowego) składu chemicznego badanych preparatów oraz analizę rozmieszczenia pierwiastków na powierzchni (pomiar punktowy, liniowy oraz mapping) w mikroskali.

Metoda EBSD (Electron Backscatter Diffraction) stosowana w odlewnictwie to zaawansowana technika mikroskopii elektronowej wykorzystywana do analizy struktury krystalicznej materiałów, w tym stopów metalicznych używanych w procesach odlewniczych. Ta innowacyjna technologia umożliwia precyzyjne badanie orientacji krystalicznej na poziomie poszczególnych ziaren materiału.

W metodzie EBSD, wiązki elektronów są skierowane na badany materiał, a zarejestrowane i zanalizowane zostają odbite elektrony (backscattered electrons). Na podstawie tych danych możliwe jest uzyskanie szczegółowych informacji dotyczących struktury krystalicznej, orientacji ziaren, granic ziarn oraz defektów krystalicznych. Metoda ta pozwala na uzyskanie precyzyjnych danych mikrostrukturalnych, co jest istotne przy charakteryzowaniu materiałów metalicznych, zwłaszcza w kontekście ich właściwości mechanicznych i termicznych w odlewnictwie.[3]



Źródło: [https://home.agh.edu.pl/~grzesik/Korojza\\_S/5\\_Metody%20bada%C5%84%20morfologii%20sk%C5%82adu%20chemicznego%20i%20fazowego%20zgorzelin.pdf](https://home.agh.edu.pl/~grzesik/Korojza_S/5_Metody%20bada%C5%84%20morfologii%20sk%C5%82adu%20chemicznego%20i%20fazowego%20zgorzelin.pdf)

Rys. 2. Przykład zastosowania metody EDS

## 2. Przebieg ćwiczenia

Wcześniej przygotowaną próbkę poddano analizie spektralnej za pomocą spektrometra „SPECTROMAXx” używanego w dużych zakładach przemysłowych.



Rys. 3. Spektrometr „SPECTROMAXx”

W czasie analizy wykonano 3 pomiary.

Tabela 1. Wyniki analizy próbki metodą spektralną

Nr.	Pierwiastki [%]					
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Fe
1	2.03	5.49	0.93	1.86	35.77	53.5
2	1.94	5.32	0.94	1.87	35.67	53.9
3	1.95	5.38	0.94	1.87	35.67	53.8

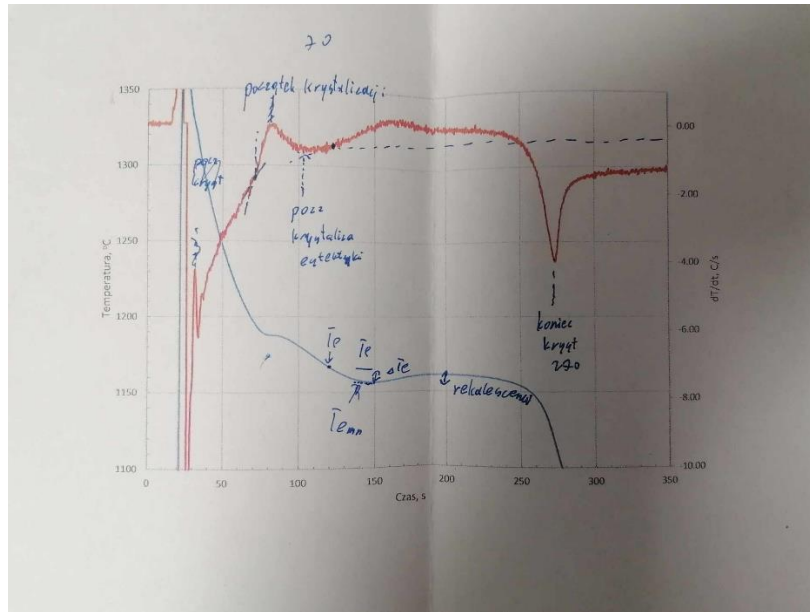
Ze względu na dużą ilość pierwiastków wstawiono tylko te których wartość wynosi powyżej 0.1%

Tabela 2. Średnie wyniki analizy próbki metodą spektralną

Pierwiastki [%]					
C	Si	Mn	Cr	Ni	Fe
1.97	5.40	0.93	1.87	35.7	53.7

Ze względu na dużą ilość pierwiastków wstawiono tylko te których wartość wynosi powyżej 0.1%

Obliczono analizę termiczną za pomocą czynników:



Zdj. 3. Opracowany schemat obliczania czynników analizy termicznej

$T_{pk}$  – Czas początku krystalizacji

$T_{kk}$  – Czas końca krystalizacji

$T_k$  – Czas krystalizacji

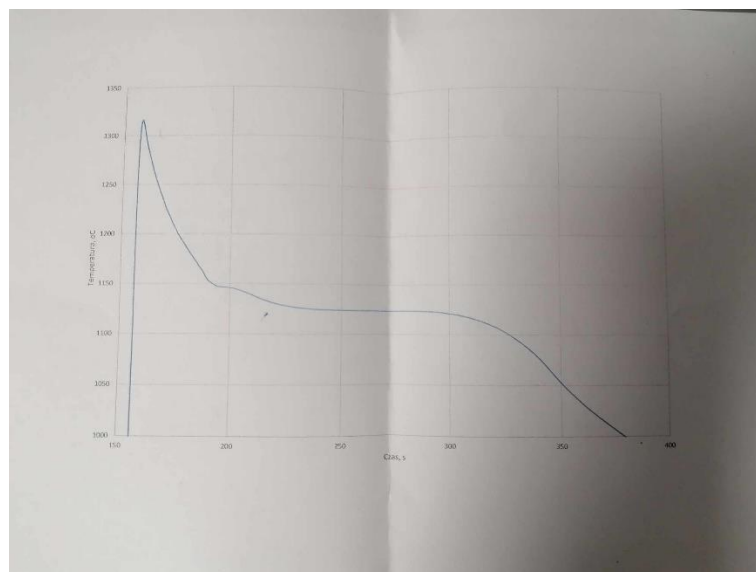
$R$  – Rekalescencja

$\Delta T_e$  – Stopień przechodzenia

$Q$  – Szybkość stygnięcia

$T_e = 1168^\circ$

$P = 0.04$



Wykres 2. Wykres temperatury do czasu

$$C = -6,51 - 0,0084T_{\gamma} + 0,0178T_{mst}$$

$$Si = 78,41 - 0,0683T_{mst} - 4,2808P$$

$$T_{\gamma} = 1160^{\circ}C$$

$$T_{mst} = 1125^{\circ}C$$

$$C = 3,7710$$

$$Si = 1,4013$$

### 3. Wnioski

Znaczenie tych trzech metod w kontekście badań i kontroli materiałów metalicznych, a także ich różnorodne zastosowania w przemyśle, od metalurgii po odlewnictwo jest ogromne. Skuteczność tych technik w analizie składu chemicznego, przemian fazowych i struktury krystalicznej czyni je niezastąpionymi narzędziami w dziedzinie inżynierii materiałowej.

### 4. Literatura

[1] - <https://www.kvt-fastening.pl/pl/assembly-technology-expert/expert-test-services/spectral-analysis/>

[2] - [https://kckizw.ceramika.agh.edu.pl/Tresc/Dydaktyka/Zaawansowane\\_Metody\\_Badan\\_IM\\_C/Download/Analiza\\_termiczna\\_KOSPEKT\\_2011.pdf](https://kckizw.ceramika.agh.edu.pl/Tresc/Dydaktyka/Zaawansowane_Metody_Badan_IM_C/Download/Analiza_termiczna_KOSPEKT_2011.pdf)

[3] - <https://techmat.pwr.edu.pl/laboratoria-badawcze/sem-eds>