

Якінний спектральний аналіз сплавів

Сергій Поліщук

Спектральний аналіз — сукупність методів визначення складу (наприклад, хімічного) об'єкта, заснований на вивченні спектрів взаємодії речовини з випромінюванням: спектри електромагнітного випромінювання, радіації, акустичних хвиль, розподілу за масою та енергією елементарних частинок та інше. Спектральний аналіз ґрунтуються на явищі дисперсії світла.

Мета роботи: визначення хімічного складу сталі за її лінійчастим спектром.

Прилади і матеріали: стилоскоп, досліджені зразки, атлас спектральних ліній для кварцевого спектрографа.

Завдання:

1 при домашній підготовці:

- користуючись рекомендованою літературою, вивчити закономірності атомарних спектрів випромінювання;
- ознайомитись з методами проведення якісного та кількісного спектрального аналізу;
- зарисувати оптичну схему стилоскопа.

2 при виконанні роботи:

- у якості невідомого зразка використати свердло, закріпiti його на стилоскопі;
- ввімкнути стилоскоп у режимі дуги;
- порівняти у видимій частині спектра випромінювання наявні лінії з лініями атласу, віднайти домішки;
- оформити звіт і подати його викладачеві.

Правила техніки безпеки:

- бережіть очі, уникайте потрапляння в них випромінювання електричної дуги;
- при зміні зразків дочекайтесь їх охолодження.

Теоретичні відомості та опис установки: Спектральний аналіз - фізичний метод визначення хімічного складу речовини на основі вивчення його спектрів.

Спектральний аналіз можна провести шляхом дослідження спектрів:

- випромінювання (емісійний аналіз);
- поглинання (абсорбційних аналіз);
- комбінаційного розсіювання;
- люміненсценсії;
- рентгенівського випромінювання.

Крім того, спектральний аналіз поділяють на якінний та кількісний. Якінний аналіз полягає у виявленні та ототожненні в спектрі досліджуваної речовини спектральних ліній, які належать шуканому елементу. Здійснюють це за допомогою атласів спектральних ліній елементів. Кількісний аналіз ґрунтуються на зв'язку між інтенсивністю спектральної лінії і концентрацією відповідного хімічного елемента у досліджуваній речовині.

Завданням даної роботи є проведення якісного спектрального аналізу легованих сталей на основі вивчення їх емісійних спектрів. Одержані зразки лінійчасті спекtri випромінювання зразків за допомогою стилоскопа СЛ-11А, який призначений для швидкого візуального якінного

і напівкількісного спектрального аналізу сталі та кольорових сплавів у видимій частині спектра.

Стилоскоп застосовується для швидких аналізів, до точності яких не висовують високих вимог. Тривалість аналізу одного зразка по всіх елементах - 2-3 хвилини. Аналіз на стилоскопі не супроводжується пошкодженням зразка, що дозволяє перевірити готові деталі.

Дослідження за допомогою стилоскопа полягає в наступному: між зразком, що аналізується, і електродом запалюється електрична дуга, її випромінювання за допомогою трьохлінзового освітлювача спрямовується на щілину стилоскопа; спостерігач розглядає в окуляр спектр сплаву, що аналізується. Діапазон вимірювань - 390-700 нм.

Пристрій побудований за автоколімаційною схемою з горизонтальним розташуванням елементів.

Оптична схема пристрою зображенна на рис.1

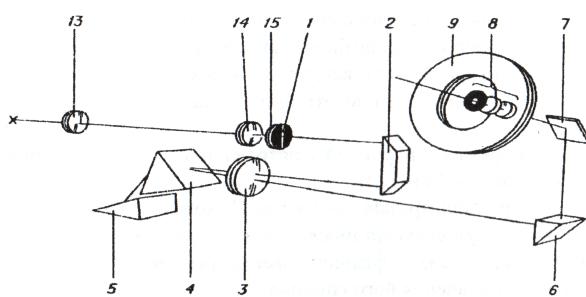


Рис. 1.

Світло від дуги за допомогою трьохлінзової системи рівномірно заповнює щілину 1, відбиваюча призма 2 направляє пучок на об'єктив 3, в фокусі якого розташована щілина; отриманий паралельний пучок попадає на дисперсійну призму 4 і 5. Нижня частина призми 5, з кутом заломлення 30° , покрита сріблом, тому промені відбиваються від неї, проходять у зворотньому напрямку і потрапляють на прямокутну призму 6 і дзеркало 7, які направляють їх в окуляр 8.

У фокальній площині окуляра розташований фотометричний кіні 9.

Конструктивно стилоскоп складається із таких основних частин: освітлюючої системи, щілини з об'єктивом, окулярної головки, диспергуючої системи, відбивної призми. Всі частини розташовані в середині корпусу 10 (рис. 2). На основі 11 змонтованій столик 12 для розміщення зразків.

Освітлююча система, що складається з конденсорів 13, 14, 15 (рис. 1) з фокусною відстанню відповідно 70, 50, 60 мм, змонтована на кронштейні і фланці, які з'єднані між собою світлозахисною трубкою.

Диспергуюча система складається з двох призм: одна, з кутом заломлення 60° , закріплена на містку нерухомо, друга, з кутом заломлення 30° , разом зі своїм містком може повертатися, в результаті чого спектр переміщується в полі зору окуляра.

Поворот призми здійснюється маховичком 16 (рис. 2), що з'єднаний з барабаном, на якому нанесена рівномірнашкала 17 з ціною поділки 2 ішкала 18 з символами хімічних елементів. Символами позначені групи спектральних ліній, що використовуються для аналізу сталі на відповідні домішки. При суміщенні символу з відліковим штиром барабана в полі зору окуляра з'являється відповідна група ліній.

При обертанні маховичка 16 відбувається перефокусування об'єктиву, а відповідно, і спектру, що спостерігається в полі зору окуляра, так як при повороті призми повертається кулачок, що штовхає тубус об'єктива, встановлюючи об'єктив у відповідне положення.

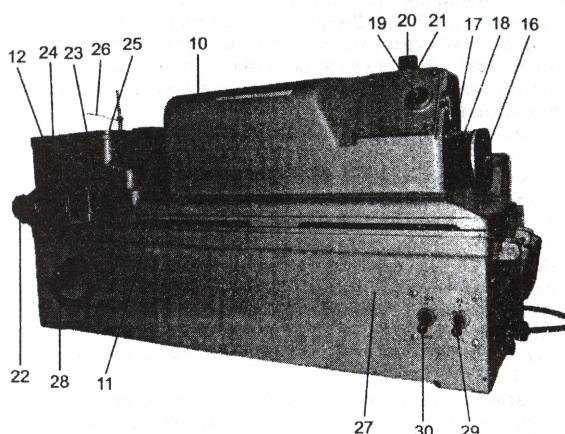


Рис. 2.

На кронштейні окулярної головки розташована прямокутна призма, дзеркало, фотометричний клин зі шкалою і окуляр 19 в оправі.

Фотометричний клин розміщений в площині зображення спектра і розташований вздовж спектральних ліній у вигляді вузької смуги в центрі поля зору. Переміщення клину здійснюється маховичком і відраховується по шкалі, що спостерігається в полі зору окуляра. У тих випадках, коли потрібно працювати без фотометричного клина, слід маховичком привести в поле зору діафрагму, що відповідає встановленому окуляру. Для цього необхідно встановити крапку, що нанесена на маховичку, навпроти відповідного позначення (13.5^x або 20^x) на шкалі 21.

На основі 11 розміщений також' тримач електродів, який можна переміщувати по висоті маховичком 22 і в напрямку, перпендикулярному оптичній вісі, - маховичком 23. Маховичком 24 можна обертати навколо власної вісі дисковий електрод. Досліджуваний зразок закріплюють на столику 25 пружинним притискувачем 26. Відстань між зразком і електродом встановлюють біля 3 мм. Джерелом збудження спектра слугує спеціальний генератор 27, який перемикачем 28 можна перевести в режим дуги або іскри. Напруга від генератора до електрода підводиться високовольтним проводом через контакт на кронштейні тримача, а до зразка, встановленого на столику, через заземлений корпус приладу.

Досліджуваний зразок слід очистити від фарби, жувелиці, іржі тощо. Зразком може бути, наприклад, свердlo для металу.

Послідовність виконання роботи:

- 1 Закріпити зразок на столику.
- 2 Користуючись шаблоном та маховичками 22 і 23, встановити відстань між зразком і дисковим електродом близько 3 мм.
- 3 Перемикач 28 перевести в положення «Іскра», тумблер 29 - у положення «2A».
- 4 Після перевірки заземлення генератора, перемикач 30 перевести в положення «Вкл».
- 5 Переміщуючи окуляр 19, досягти максимальної чіткості спектральних ліній.
- 6 Із атласа спектральних ліній вибрати картку певного видимого діапазону і, спостерігаючи в окуляр та обертаючи маховичок 16, встановити в поле зору ту область спектра, яка відповідає картці атласа.
- 7 Зіставити спостережувані спектральні лінії з лініями картки і оцінити вміст елементів у досліджуваному зразку.
- 8 Дії пунктів 6 і 7 повторити для інших спектральних областей.
- 9 Експерименти провести у різних режимах роботи генератора.

References

- 1 Кучерук І.М., Горбачук І.Т. Загальний курс фізики: Т.3.: Оптика. Квантова фізика. - К.: Техніка, 2006. - 518с., ст.200 - 203.
- 2 Кучерук І.М., Дущенко В.П. Загальна фізика. Оптика. Квантова фізика. - К.: Вища школа, 1991. - 463с., ст. 220 - 224.
- 3 Дущенко В.П. Фізичний практикум. - К.: Вища школа, 1984. - 256с., ст.207 - 211.
- 4 Методична розробка до роботи.

Завдання для самоконтролю:

- 1 Які існують типи спектрів?
- 2 Який внутрішній механізм випромінювання світла атомами речовини?
- 3 Які фізичні основи розкладання випромінювання світла в спектр?
- 4 Що таке спектральна лінія? Від чого залежить її ширина?
- 5 Чим відрізняються лінійчасті спектри випромінювання і поглинання?
- 6 У чому суть якісного і кількісного спектрального аналізу?
- 7 Чим відрізняється абсорбційний аналіз від емісійного?
- 8 Які домішки можна виявити у сплавах заліза?
- 9 Які спектральні серії атому водню Вам відомі?
- 10 Яка будова і принцип дії стилоскопа?

Тестові завдання для вхідного контролю:

1 В основі спектрального аналізу знаходиться явище:

- (a) інтерференції;
- (b) дифракції;
- (c) дисперсії;
- (d) поляризації.

2 У даній роботі дослідження проводиться за допомогою:

- (a) спектроскопа;
- (b) спектографа;
- (c) спектрометра;
- (d) спектрофотометра.

3 За допомогою стилоскопа СЛ-11А можна проводити дослідження в областях (-i) спектра:

- (a) інфрачервоній;
- (b) видимій;
- (c) ультрафіолетовій;
- (d) інфрачервоній, видимій, ультрафіолетовій.

4 Аналіз у цій роботі проводиться на основі дослідження:

- (a) лінійчастого спектра емісії;
- (b) лінійчастого спектра аборбції;
- (c) смугастого спектра поглинання;
- (d) сущільного спектра випромінювання.

5 Лінійчастий спектр поглинання дають:

- (a) атоми при їх нагріванні;
- (b) молекули при їх збудженні;
- (c) атоми при звичайних температурах;
- (d) гази при високому тиску.

6 При якісному спектральному аналізі наявність у речовині певних домішок визначається:

- (a) за шириною спектральних ліній;
- (b) за яскравістю спектральних ліній;
- (c) за кількістю спектральних ліній;
- (d) за допомогою спектральних атласів.

7 За допомогою спектрального аналізу можна виявити наявність домішок, концентрація яких не перевищує:

- (a) $10^{-6}\%$;
- (b) $10^{-4}\%$;
- (c) $10^{-2}\%$;
- (d) $10^{-1}\%$.

8 Диспергуюча система стилоскопа СЛ-11А складається з:

- (a) однієї призми;
- (b) двох призм;
- (c) трьох призм;
- (d) чотирьох призм.

Тестові завдання для підсумкового контролю:

1 Метою спектрального аналізу є:

- (a) визначення міжатомних відстаней у речовині;
- (b) визначення складу речовини;
- (c) вимірювання розмірів атомів та молекул речовини;
- (d) вивчення випромінювальної здатності речовини.

2 У даній роботі досліджується спектр:

- (a) емісійний;
- (b) аборбційний;
- (c) комбінаційний;
- (d) рентгенівський.

3 У спектральних приладах основними елементами є:

- (a) щілини;
- (b) лінзи;
- (c) призми;
- (d) фотопластинки.

4 Стилоскоп СЛ-11А належить до:

- (a) спектрометрів;
- (b) монохроматорів;
- (c) спектрографів;
- (d) спектроскопів.

5 Лінійчатий спектр випромінювання можна одержати:

- (a) при нагріванні будь-якої речовини не залежно від її агрегатного стану;
- (b) від нагрітих атомів;
- (c) при нагріванні молекул;
- (d) від нагрітих атомів при високому тиску.

6 Оптичні елементи у стилоскопі СЛ-11А виготовлені із:

- (a) кварцу;
- (b) скла;
- (c) органічного скла;
- (d) лужно-галоїдних монокристалів.

7 Які з нижче перелічених характеристик оптичних систем притаманні спектральним приладам: 1) кутова дисперсія, 2) лінійна дисперсія, 3) збільшення, 4) оптична сила, 5) світлосила, 6) роздільна здатність, 7) відносний отвір?

- (a) всі сім;
- (b) перша, друга, п'ята та шоста;
- (c) всі перелічені, крім третьої;
- (d) третя, четверта та сьома.

8 Кількість певної речовини у досліджуваному зразку на основі спектрального аналізу можна оцінити за:

- (a) допомогою спеціальних таблиць і атласів;
- (b) шириною спектральних ліній;
- (c) кількістю спектральних ліній;
- (d) інтенсивністю ліній.

9 Кутовою дисперсією призми D є:

- (a) $D = \frac{d\lambda}{d\phi}$;
- (b) $D = d\lambda \cdot d\phi$;
- (c) $D = \frac{d\phi}{d\lambda}$;
- (d) $D = \frac{\phi}{d\lambda}$.