

Е. С. КУДЕЛЯ и А. С. ДЕМЬЯНЧУК

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОСФОРА В СТАЛЯХ НА СТИЛОСКОПЕ

(Представлено академиком Г. С. Ландсбергом 28 I 1952)

Фосфор относится к примесям, которые почти всегда в больших или меньших количествах присутствуют в железных сплавах. Обычно допустимым в нормальных технических сортах углеродистой стали принято считать содержание фосфора до 0,05%, и только в некоторых сортах стали (автоматные стали) допускаются содержания фосфора до 0,2%. Известно, что фосфор при повышенных содержаниях его вызывает в железе и стали хладноломкость⁽¹⁾. В связи с этим контроль содержания фосфора в сталях имеет весьма важное значение.

Наиболее распространенными методами определения фосфора в сталях в настоящее время являются химические методы анализа. Попытки применить для этой цели спектральный метод анализа длительное время оставались безуспешными. Так например, Д. Грегг и П. Айриш⁽²⁾ указывали на практическую невозможность спектрального определения фосфора в железных сплавах. Только сравнительно недавно Н. С. Свентицкий⁽³⁾, применив для возбуждения спектра активизированную дугу переменного тока, показал, что фосфор в сталях и чугунах поддается определению спектральным путем. Позже М. С. Алпатов⁽⁴⁾ дал рабочую методику спектрального определения фосфора в чугунах, указав в качестве нижнего определяемого концентрационного предела 0,05% фосфора, а один из авторов настоящего сообщения⁽⁵⁾ предложил методику определения фосфора в сталях и сварных швах в пределах от 0,015 до 0,1%. Все эти методики основывались на применении в качестве аналитической линии, лежащей в ультрафиолетовой области спектра, линии P I 2149,1 Å.

Хотя упомянутые методики дают при определении фосфора целый ряд преимуществ перед химическими методами, представляло значительный интерес разработать экспрессный метод анализа фосфора в сталях, применив для этой цели широко распространенный в лабораторной практике стилоскоп, предназначенный для работы в видимой области спектра.

Исследование линий фосфора в видимой области спектра показало, что наиболее легко возбудимыми линиями являются три линии фосфора, лежащие в красной области: P II 6024,14, P II 6033,90 и P II 6043,05 Å, приведенные на рис. 1 (см. вклейку). Все эти линии являются искровыми. Первая из этих линий перекрывается довольно интенсивной линией железа 6024,06 Å, вторая является сравнительно трудно возбудимой и появляется только при наличии высоких содержаний фосфора в сталях; что же касается линии P II 6043,05 Å, то она обладает хорошей чувствительностью и практически свободна от наложений, так как лежащая вблизи нее линия железа 6042,09 Å весьма слабая и проведению анализа не мешает.

Все это позволило принять линию РII 6043,05 Å в качестве аналитической при анализе фосфора в сталях на стилоскопе. Положение этой линии в спектрах стали показано на рис. 2.

В связи с тем, что линия РII 6043,05 Å является искровой, в качестве источника возбуждения следует применять или высоковольтную конденсированную искру или дугу переменного тока в искровом режиме. Так как применение конденсированной искры в заводских условиях, где предполагается использование предлагаемой методики, в силу особенностей искры затруднительно, мы применили в своей работе второй источник,

а именно, выпускаемый отечественной промышленностью генератор ДГ-1, отличающийся высокой стабильностью условий возбуждения и позволяющий осуществлять различные режимы возбуждения (искровой, дуговой и высокочастотный).

В результате проведенных исследований были приняты следующие условия возбуждения спектра: 1) режим — искровой (для стилоскопа); 2) ток питания трансформатора 0,4 а; 3) ток дуги 4 а; 4) величина промежутка в разряднике 1 мм; 5) величина рабочего искрового промежутка 3 мм.

В качестве постоянных электродов применяются графитовые стержни диаметром 10 мм, заточенные на усеченный конус с диаметром рабочей площадки 2 мм. Выбор материала постоянного электрода определяется тем, что графит обычно не содержит фосфора.

Оценку интенсивности линии фосфора следует производить через 20—25 сек. после включения искры, так как в первый момент работы искры эта линия не отличается постоянной интенсивностью. Расположение линий для определения фосфора приведено на рис. 3.

В табл. 1 приведены спектроскопические признаки для оценки содержания фосфора в сталях.

В заключение необходимо отметить, что указанные линии фосфора сравнительно легко возбудимы при рекомендуемом режиме в цветных сплавах (бронзах, алюминиевых сплавах и т. д.), что создает реальные предпосылки для составления методик определения фосфора в этих сплавах на стилоскопе. Кроме того, есть основание предположить, что линия РII 6043,05 Å может быть использована для фотографического количественного метода определения фосфора в сталях и чугунах в случае применения спектрографа со стеклянной оптикой, например, ИСП-51, и соответствующих фотоматериалов.

Институт электросварки
им. Е. О. Патона
Академии наук УССР

Поступило
30 XI 1951

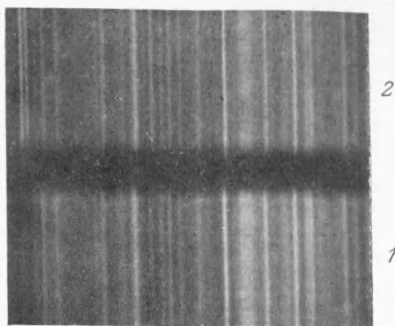
ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

¹ Г. А. Каченко, Основы металловедения, 1950. ² Д. Л. Грегг и П. Р. Айриш, Iron Age, 145, 19 (1940). ³ Н. С. Свентицкий, Изв. АН СССР, сер. физ., 11, 3 (1947). ⁴ М. С. Алпатов, Зав. лаб., 15, 7 (1949). ⁵ Е. С. Куделя, Автоматич. сварка, 5 (1951).



РП 6024,14
РП 6033,90 — РП 6043,05

Рис. 1. Участок спектра с линиями фосфора РП 6024,14, РП 6033,90 и РП 6043,05 Å



РП 6043,05

Рис. 2. Положение линии РП 6043,05 Å в спектрах стали. Участок спектра 1 принадлежит образцу стали с содержанием фосфора 0,05%, участок 2 — с содержанием фосфора около 0,1%

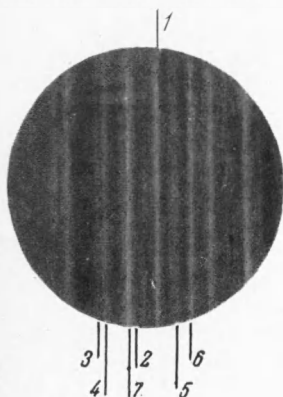


Рис. 3. Расположение линий для определения фосфора в сталях в поле зрения стилоскопа. 1 — линия фосфора 6043,05 Å; 2—7 — линии сравнения железа: 2 — 6027,06 Å, 3 — 6003,04 Å, 4 — 6008,58 Å, 5 — 6060,00 Å, 6 — 6065,49 Å, 7 — 6024,06 Å

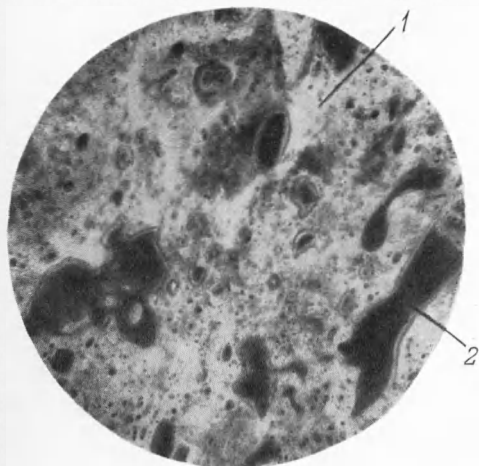


Рис. 1. Микрофотография шлифа образца исходного состава 10% Si_2O + 90% SiO_2 после нагревания при 1700°. Наблюдается два стекла: 1 — с незначительным и 2 — с большим содержанием Si_2O (проходящий свет, $\times 245$, николи \perp)