



<https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-3-112-116>
УДК 669

Поступила 29.07.2020
Received 29.07.2020

ВЛИЯНИЕ АБРАЗИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА КАЧЕСТВО АНАЛИТИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ ПРИ ПОДГОТОВКЕ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

М. В. ЛАГОЙСКАЯ, ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК», г. Жлобин, Гомельская обл., Беларусь, ул. Промышленная, 37. E-mail: ao.czl@bmz.gomel.by, тел. +375-2334-54166

Рассматривается возможность загрязнения поверхности образцов стали абразивными материалами при подготовке проб для определения химического состава на оптико-эмиссионных спектрометрах [1]. В стандартах на методы подготовки образцов подробно описаны способы обработки поверхности, используемые материалы, требования к качеству анализируемой поверхности. Поверхность образца можно фрезеровать или шлифовать с использованием различных абразивных материалов. В практике работы лаборатории аналитического обеспечения центральной заводской лаборатории ОАО «БМЗ» выяснилось, что поверхность образцов в процессе подготовки проб загрязняется алюминием и кальцием.

Для того чтобы определить, каким образом происходит загрязнение аналитических поверхностей, был изучен химический состав всех материалов, используемых при подготовке проб, и проведен эксперимент, позволяющий установить метод подготовки поверхности образца, не приводящий к загрязнению поверхности алюминием и кальцием. Для эксперимента были отобраны три стандартных образца состава стали с аттестованными значениями массовой доли алюминия и кальция в разных диапазонах. Поверхность каждого образца обработана тремя способами и проведен оптико-эмиссионный спектральный анализ на каждой аналитической поверхности в пяти точках для установления значения массовой доли алюминия и кальция и оценки разброса полученных результатов (ОСКО).

В результате проведенных испытаний было установлено, что при шлифовании поверхности образцов с помощью абразивных кругов из белого корунда и шлифовальной бумаги неводостойкой зернистостью Р40 происходит загрязнение поверхности анализируемого образца алюминием и кальцием, поэтому при определении массовой доли алюминия и кальция в стали необходимо для подготовки поверхности использовать метод фрезерования.

Ключевые слова. Подготовка проб, химический состав, спектральный анализ, оптический эмиссионный спектрометр, массовая доля алюминия, массовая доля кальция, фрезерование, шлифование.

Для цитирования. Лагойская, М. В. Влияние абразивных материалов на качество аналитических поверхностей при подготовке образцов для спектрального анализа / М. В. Лагойская // *Литье и металлургия*. 2020. № 3. С. 112-116. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-3-112-116>.

INFLUENCE OF ABRASIVE MATERIALS ON THE QUALITY OF ANALYTICAL SURFACES DURING PREPARATION OF SAMPLES FOR SPECTRAL ANALYSIS

M. V. LAGOYSKAYA, OJSC «BSW – Management Company of the Holding «BMC», 37, Promyshlennaya Str., Zhlobin City, Gomel region, Belarus. E-mail: ao.czl@bmz.gomel.by

The article considers the possibility of contamination of the surface of steel samples with abrasive materials when preparing samples for determining the chemical composition on optical emission spectrometers.

The standards for sample preparation methods describe in detail the methods of surface treatment, the materials used, and the requirements for the quality of the analyzed surface. The sample surface can be milled or sanded using various abrasive materials. In practice, the laboratory found that the surface of samples during sample preparation is contaminated with aluminum and calcium.

In order to determine how the contamination of analytical surfaces occurs, the chemical composition of all materials used in the preparation of samples was studied, and an experiment was conducted to establish a method for preparing the sample surface that does not lead to contamination of the surface with aluminum and calcium. For the experiment, three standard samples of steel composition were selected with certified values of the mass fraction of aluminum and calcium in different ranges. The surface of each sample was processed in three ways and optical emission spectral analysis was performed on each analytical surface at five points to determine the value of the mass fraction of aluminum and calcium and to estimate the spread of the results obtained.

As a result of tests it was found that by grinding the sample surface by using abrasive white corundum and abrasive paper grit P40 is the surface contamination of the analyzed sample in aluminum and calcium, therefore, when determining the mass fraction of aluminium and calcium in steel are required for surface preparation to use the method of milling.

Keywords. Sample preparation, chemical composition, spectral analysis, optical emission spectrometer, mass fraction of aluminum, mass fraction of calcium, milling, grinding.

For citation. Lagoyskaya M. V. Influence of abrasive materials on the quality of analytical surfaces during preparation of samples for spectral analysis. Production of metal cord construction size 7x7x 0, 22 on root machines type RIR–15 Foundry production and metallurgy, 2020, no. 3, pp. 112-116. <https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-3-112-116>.

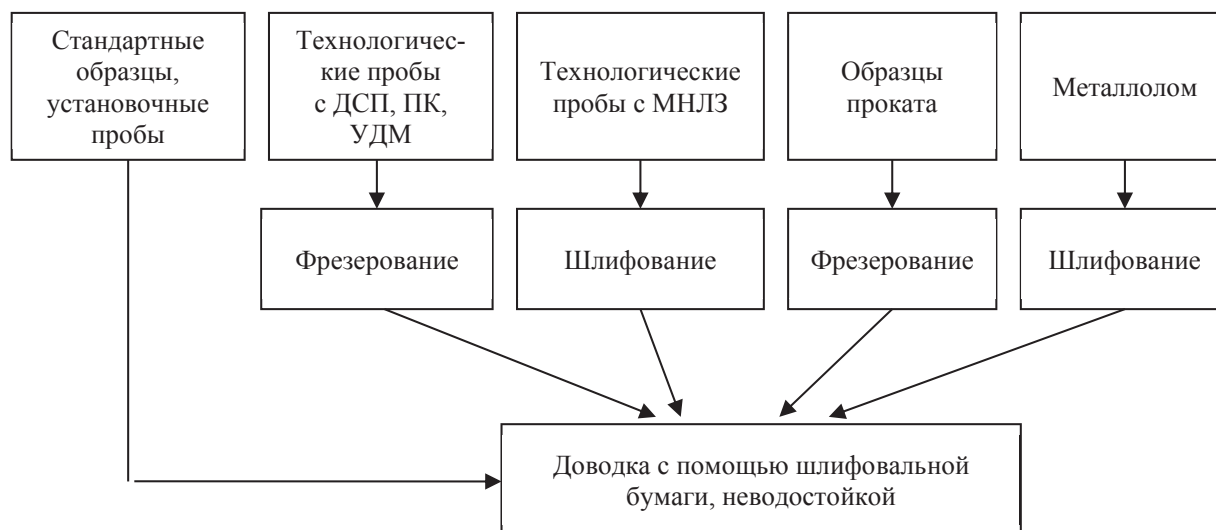
Особенность химического анализа как вида измерений заключается в том, что погрешности, связанные с пробоотбором и пробоподготовкой, влиянием поверхностных и внесенных загрязнений, во много раз могут превышать погрешность непосредственных измерений аналитического сигнала [2].

Загрязнение поверхности твердых анализируемых проб является серьезным препятствием на пути получения качественных аналитических данных. Природа поверхностных загрязнений разнообразна. Они могут быть следствием попадания примесей на стадиях отбора и подготовки проб [2]. При резке или шлифовке образцов микрочастицы абразива вдавливаются в поверхность. Образовавшиеся загрязнения могут в значительной мере исказить информацию о составе анализируемого образца.

В стандартах (ГОСТ 7565 «Чугун. Сталь и сплавы. Метод отбора проб для определения химического состава» и ISO 14284 «Сталь и чугун. Отбор проб и подготовка образцов для определения химического состава») на методы подготовки образцов подробно описаны способы обработки поверхности, используемые материалы, требования к качеству анализируемой поверхности.

Поверхность образца можно фрезеровать или шлифовать с использованием различных абразивных материалов.

В лаборатории аналитического обеспечения используется схема подготовки поверхности образцов для спектрального анализа, которая позволяет достичь требуемой шероховатости поверхности (20 мкм) и снизить погрешность измерения (см. рисунок).



В практике работы лаборатории выяснилось, что поверхность образцов в процессе пробоподготовки загрязняется алюминием и кальцием. Для того чтобы определить, каким образом происходит загрязнение аналитических поверхностей, был изучен химический состав всех материалов, используемых при пробоподготовке, и проведен эксперимент, позволяющий установить метод подготовки поверхности образца, не приводящий к загрязнению поверхности алюминием и кальцием.

1. Фрезерование – вид обработки деталей с помощью фрез вручную или на станке. Рабочий процесс фрезерования состоит во вращении фрезы и движении заготовки в тисках или в другом зажимном приспособлении. Для фрезерной обработки металла наиболее важное значение имеет фреза.

Фреза – это режущий инструмент, выполненный в виде зубчатого колеса, имеющего множество лезвий, который зажимается во фрезерном станке и, вращаясь с большой скоростью, снимает слои поверхности заготовки в нужном месте. На фрезу устанавливаются пластины из твердых сплавов. Твердые сплавы – твердые и износостойкие металлические материалы. В основном

изготавливаются из высокотвердых и тугоплавких материалов на основе карбидов вольфрама, титана, тантала, хрома, связанных кобальтовой металлической связкой, при различном содержании кобальта или никеля.

2. Шлифование [3]. Процесс обработки заготовок резанием с помощью инструментов (кругов), состоящих из абразивного материала.

Абразивные материалы – материалы, обладающие высокой твердостью и используемые для обработки поверхности различных материалов: металлов, керамических материалов, горных пород, минералов, стекла, кожи, резины и др.

В зависимости от характеристик обрабатываемой поверхности для изготовления абразивных материалов используются различные виды зерна:

- монокорунд (оксид алюминия) (применяется для средне- и высоколегированных хромированных, закаленных или азотированных сталей);
- электрокорунд (оксид алюминия) различных видов (применяется для шлифовки особопрочных закаленных сталей);
- карбид кремния (используется для шлифовки металлов и неметаллических материалов);
- эльбор (нитрид бора) (применяется в работе с закаленными, жаропрочными и коррозионно-стойкими сталями);
- алмаз (аллотропная форма углерода) (используется для заточки и чистовой обработки труднообрабатываемых твердосплавных деталей).

Абразивное зерно наносится на металлическую основу (алмаз) либо на фибровую (оксиды, карбиды и керамика). При изготовлении бесосновных шлифовальных кругов абразивную крошку смешивают со связующим веществом: как правило, это бакелит (органическое вещество, состоящее из атомов углерода, водорода и кислорода) или вулканит (теллурид меди).

В лаборатории используются шлифовальные круги из белого электрокорунда на керамической связке.

Белый электрокорунд – один из разновидностей искусственно синтезированного корунда, кристаллический оксид алюминия, который получают плавкой глинозема, и в отличие от нормального его химический состав более однороден. Абразив получают путем плавки глинозема, в данном случае чистого оксида алюминия. Полученный материал содержит 98–99% корунда (оксида алюминия) и 1–2% различных примесей. Принцип работы шлифовального круга основан на трении частиц абразива о поверхность обрабатываемого материала. В процессе шлифования круг самозатачивается, так как абразивные частицы ломаются, образуя новые острые частицы. В процессе шлифования абразивные частицы могут внедряться в поверхность металла.

3. Обработка поверхности образца шлифовальной шкуркой. Шкурка шлифовальная – гибкий абразивный материал, состоящий из тканевой или бумажной основы с нанесенным на нее слоем абразивного зерна (порошка). Структура шлифовальной шкурки – это количественное соотношение и взаимное расположение фаз: абразивной (занимаемой зернами); связующей (занимаемой связкой).

3.1. Абразивами для производства шлифовальной шкурки служат:

- Оксид алюминия (корунд). Имеет наиболее широкое распространение при ручных операциях. Производится во всем спектре абразивных зерен от самых грубых до самых мелких. В основном применяется для удаления лакокрасочных покрытий, ржавчины, обработки древесины и для легкой обработки металла, сглаживания поверхности.

- Керамический оксид алюминия – один из новых видов абразивного материала. Доступен в средних грубых и очень грубых зернах. Показывает наибольшую производительность при обработке металлов. Так как материал является искусственно созданным, то он имеет более однородный размер зерна, за счет эффекта самозатачивания в работе находятся постоянно острые зерна, что снижает температуру резания и значительно продлевает срок службы шлифовальной шкурки, а также позволяет использовать ее максимально полно. Для различных условий применения производят зерна, имеющие различные уровни хрупкости.

- Карбид кремния – чаще всего используется на водостойкой основе. Лучше всего зарекомендовал себя при тонкой чистовой отделке древесины, пластика, стекла, цветных металлов, шлифовке лакокрасочных покрытий (особенно при ремонте кузовов автомобилей).

- Циркониевый корунд – смесь оксида циркония и корунда обеспечивает хорошее соотношение цена-производительность. Используется в высококачественных абразивных шкурках. Хорошо зарекомендовал

себя при обработке различных сталей, в том числе высоколегированных и нержавеющей. К недостаткам можно отнести то, что нужно создать достаточно высокое удельное давление для того чтобы сломать зерно и обновить острые кромки абразива.

3.2. Для изготовления шлифовальной шкурки применяют связующие различных типов и марок. Вид связки имеет определяющее значение для прочности и режимов работы абразивного инструмента. Задача связующего – удержание абразивного зерна на основе и отведение тепла с зерна в процессе работы. При этом прочность закрепления зерна в связующем должна превышать прочность абразивного зерна. Кроме того, от типа связующего в большой мере зависит жесткость или эластичность наждачной бумаги и ее водостойкость. В композиции связующего могут добавлять и специальные компоненты, придающие наждачной бумаге определенные свойства, как например, антистатические или антизасаливающие.

Некоторые типы синтетических связующих: фенолоформальдегидные и карбаминоформальдегидные смолы; на основе лака; на основе эпоксидных смол.

Из натуральных связующих наибольшее применение имеет мездровый клей. Наждачная бумага с его использованием не обладает водостойкими свойствами и не подходит для влажного шлифования.

По технологии нанесения абразива за основу принимают два метода: свободное размещение и электростатический метод. При электростатическом методе за счет создания электрического заряда в зерне зерна абразива притягиваются положительным полюсом к основе и располагаются в строго ориентированном положении.

При изготовлении шлифовальной шкурки могут использоваться дополнительные присадки, обычно стеараты цинка или кальция, призванные уменьшить засаливание ленты, понизить температуру в зоне контакта и, тем самым, продлить срок службы. Также за счет присадок варьируется и ее цвет.

В лаборатории используется неводостойкая шлифовальная шкурка на бумажной основе.

Для того чтобы установить, какие абразивные материалы и в какой степени загрязняют аналитическую поверхность образцов стали при пробоподготовке, проведен следующий эксперимент.

Отобраны три стандартных образца состава стали с аттестованными значениями массовой доли алюминия и кальция в разных диапазонах: стандартный образец St 09-9 с массовой долей алюминия 0,055 % и кальция 0,0041 %, BS 3941 с массовой долей алюминия 0,002 % и кальция 0,0013 %, BS 56H с массовой долей алюминия 0,0009 % и кальция 0,0012 %. Поверхность каждого образца обработана тремя способами и проведен оптико-эмиссионный спектральный анализ на каждой аналитической поверхности в пяти точках для установления значения массовой доли алюминия и кальция и оценки разброса полученных результатов (см. таблицу).

Результаты экспериментов подготовки аналитической поверхности стандартных образцов тремя способами согласно ГОСТ 7565

Стандартный образец, аттестованное значение, %	Порядковый номер измерения	Фрезерование		Шлифовальная бумага		Шлифовальный круг	
		массовая доля, %					
		Al	Ca	Al	Ca	Al	Ca
St 09-9 Al=0,0550 Ca=0,0041	1	0,0586	0,0059	0,0602	0,0065	0,0769	0,0066
	2	0,0585	0,0053	0,0603	0,0067	0,0765	0,0069
	3	0,0586	0,0055	0,0604	0,0065	0,0700	0,0065
	4	0,0584	0,0058	0,0613	0,0064	0,0721	0,0064
	5	0,0584	0,0058	0,0613	0,0068	0,0721	0,0063
	Среднее значение	0,0585	0,0057	0,0607	0,0066	0,0735	0,0065
	Разброс значений	0,0002	0,0006	0,0011	0,0004	0,0069	0,0006
	Отклонение от аттестованного	0,0035	0,0016	0,0057	0,0025	0,0185	0,0106
BS3941 Al=0,0020 Ca=0,0013	1	0,0019	0,0019	0,0022	0,0019	0,0158	0,0023
	2	0,0017	0,0019	0,0021	0,0019	0,0153	0,0023
	3	0,0016	0,0018	0,0035	0,0021	0,0189	0,0021
	4	0,0017	0,0017	0,0018	0,0021	0,0071	0,0022
	5	0,0016	0,0019	0,0021	0,0020	0,0094	0,0024
	Среднее значение	0,0017	0,0018	0,0023	0,0020	0,0133	0,0023
	Разброс значений	0,0003	0,0002	0,0017	0,0002	0,0118	0,0003
	Отклонение от аттестованного	0,0003	0,0005	0,0004	0,0007	0,0113	0,0010

Продолжение таблицы

BS56H Al=0,0009 Ca=0,0012	1	0,0006	0,0018	0,0016	0,0020	0,0330	0,0020
	2	0,0007	0,0020	0,0015	0,0020	0,0180	0,0020
	3	0,0006	0,0019	0,0012	0,0021	0,0710	0,0024
	4	0,0005	0,0017	0,0015	0,0024	0,0290	0,0021
	5	0,0006	0,0018	0,0014	0,0018	0,0320	0,0022
	Среднее значение	0,0006	0,0018	0,0014	0,0021	0,0366	0,0021
	Разброс значений	0,0002	0,0003	0,0004	0,0006	0,053	0,0004
	Отклонение от аттестованного	0,0003	0,0006	0,0005	0,0009	0,0357	0,0009

Из таблицы видно, что при обработке поверхности образцов шлифованием наблюдается загрязнение поверхности алюминием и кальцием.

Выводы

1. При шлифовании поверхности образцов с помощью абразивных кругов из белого корунда и шлифовальной бумаги неводостойкой зернистостью Р40 происходит загрязнение поверхности анализируемого образца алюминием и кальцием.

2. При определении массовой доли алюминия и кальция в стали для подготовки поверхности необходимо использовать метод фрезерования.

ЛИТЕРАТУРА

1. **Смирнов Н.А.** Современные методы анализа и контроля продуктов производства. М.: Metallurgia, 1985.
2. Аналитический контроль металлургического производства. / Ю. А. Карпов, Ф. А. Гимельфарб, А. П. Савостин, В. Д. Сальников. М.: Metallurgia, 1995.
3. Шлифование металлов / Под ред. Л. М. Кожуро. Мн.: Дизайн ПРО, 2000.

REFERENCES

1. **Smirnov N.A.** *Sovremennye metody analiza i kontrolja produktov proizvodstva* [Modern methods of analysis and control of production products]. Moscow, Metallurgija Publ., 1985.
2. **Karpov Ju.A., Gimel'farb F.A., Savostin A.P., Sal'nikov V.D.** *Analiticheskij kontrol' metallurgicheskogo proizvodstva* [Analytical control of metallurgical production]. Moscow, Metallurgija Publ., 1995.
3. *Shlifovanie metallov* [Metal grinding]. Minsk, Dizajn PRO Publ., 2000.