

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ
БІЛІМ ЖӘНЕ ҒЫЛЫМ МИНИСТРЛІГІ

Қ. И. Сәтбаев атындағы
Қазақ ұлттық техникалық зерттеу университеті

Е.О. Килибаев

**МЕТАЛЛУРГИЯДАҒЫ ҒЫЛЫМИ
ЗЕРТТЕУЛЕР НЕГІЗДЕРІ**

Университеттің Ғылыми-әдістемелік кеңесі
оқу құралы ретінде ұсынған

Алматы 2016

ЖОК 669.0 (075)

КБЖ 34.3я7

К 33

Пікір жазғандар:

Смагулов Д.У., техн. ғыл. док-ры, профессор, Қ. И. Сәтбаев атындағы ҚазҰЗТУ;

Сыдықов Ә. О., техн. ғыл. док-ры, «Қазақстан Республикасының минералдық шикізатты кешенді қайта өңдеу жөніндегі ұлттық орталығы» РМҚ;

Бурабаева Н.М., техн. ғыл. канд., «Жер туралы ғылымдар, металлургия және кен байыту орталығы» АҚ.

Қазақстан Республикасы Білім және ғылым министрлігінің 2016 жылғы басылым жоспары бойынша басылды

Килибаев Е. О.

К 33 Металлургиядағы ғылыми зерттеулер негіздері: Оқу құралы / Килибаев Е. О. — Алматы: Қ. И. Сәтбаев атындағы ҚазҰЗТУ, 2016. — 173 б.: Сурет -54. Кесте -5. Библиогр. — 20 атау.
ISBN 978-601-228-910-7

Металлургиялық жүйелер мен процестерді зерттеудің физика-химиялық әдістері сарапталып, қазіргі заманға сай жаңа ғылыми-зерттеу негіздерімен толықтырылған. Металлургия өнімдері және құрамы бойынша күрделі қоспалардың физика-химиялық қасиеттерін - балқу температураларын, тұтқырлығын, тығыздығын, балқымалардың беттік керілісін өлшеуге арналған жаңа әдістер мен аспаптардың сипаттамалары берілген.

Физика-химиялық әдістерінің теориялық негіздерімен қатар, зертханалық және өндірістік зерттеулерде кеңінен қолданылып жүрген жаңа қондырғылар мен аспаптарға, оның ішінде, тау-кен – металлургия кешенінде химиялық және минералогиялық құрамдары бойынша күрделі кендердің, концентраттардың, металлургия өнімдерінің элементтік құрамын анықтауға бағытталған рентгенфлуоресценттік экспресс аналитикалық аспаптардың құрылысы мен әдістемелеріне ерекше көңіл бөлінген.

Оқу құралы тау-кен – металлургия кешенінің инженер-техникалық мамандарына және металлургия саласының студенттеріне қызығушылық танытады.

ISBN 978-601-228-910-7

© Килибаев Е.О., 2016

© Қ. И. Сәтбаев атындағы ҚазҰЗТУ, 2016

КІРІСПЕ

Елбасы Н.Ә. Назарбаев Халықаралық маңыздағы «серпілістік» жобаларды іске асыру, индустрияны дамыту, әлемдік нарықтың белгілі бір тауашаларында бәсекеге қабілетті бола алатын тауарлар мен қызметтерді өндіруге байланысты қазіргі заманғы талаптарға сай өндірістерді іске қосу - Қазақстан Республикасы кәсіпорындарының алғышарты болып табылатынын атап өтті. Сондықтан, еліміздің ірі кәсіпорындары, зауыттар мен кен байыту фабрикаларындағы технологиялық жабдықтардың жұмыс қабілетін арттыру және жетілдіру - негізгі мәселелердің бірі болып табылады.

Металлургия саласындағы өндірістің жалпы тиімділігін арттыру, шығарылатын тауарлы өнімдердің сапасын ұлғайту мақсаттары, өндірісте ғылыми-зерттеу жұмыстарының кеңінен қолдану қажеттілігін айқын көрсетіп тұр. Мұның себебі өндірістен шығатын өнімдердің химиялық құрамдарының күрделенуімен тікелей байланысты. Технологиялық процестердің тиімділігін арттыру үшін бүгінгі жағдайда ғылыми зерттеулердің жаңа жолдарын енгізу аса көп ықпалын тигізетіні өзекті мәселенің бірі. Metallургия саласында ғылыми-зерттеу жұмыстарын жүргізу негізінен жаңа, қазіргі заманға сай физика-химиялық талдау әдістерінің қолдануымен іске асу керек.

Бүгінгі жағдайда үлгілер мен ұнтақты материалдардың құрамына кіретін элементтердің мөлшерін, сапасын анықтау үшін рентгенофазалық, спектрлік, кристаллооптикалық және т.б. талдау әдістерінің нәтижелері кеңінен қолданылады. Жүргізілген зерттеулер арқасында металлургиялық процестердің негізін құрайтын химиялық реакциялардың механизмі мен кинетикасы туралы мәліметтер алынып, бүкіл жалпы технологиялық процестің химизмі жөнінде қорытындылар жасалады.

Бүгін Қазақстанның қарқынды дамып келе жатқан экономикасына, оның ішінде өзінің айрықша орны бар тау-кен – металлургия кешені үшін қазақ тілінде білікті, қазіргі заманға сай мамандар дайындау жоғары оқу орындарының өзекті

мәселелерінің бірі болып тұр. Сондықтан мемлекеттік тілде физика-химиялық талдау әдістерінің заңдылықтары, металлургиялық процестерін зерттеу жолдары туралы оқулықтар дайындау – айтылып отырған мәселе шешімінің фундаментінің бірі екендігін айта кеткен жөн.

Қазіргі жағдайда бұл бағытты қамтыған оқулықтардың жоқтығына байланысты, ұсынылып отырған оқу құралында металлургия процестерінің физика-химиялық талдау әдістерінің теориялық және тәжірибелік фундаменталдық негіздері Арсентьев П. П., Яковлев В. В., Филиппов С. И., Крашенинников М. Г., сияқты ғалымдардың терең деңгейде зерттеген еңбектері талданып, бүгінгі заманға сай жаңа мәліметтермен толықтырылған. Металлургия жүйелерінің термодинамикалық және кинетикалық зерттеу аумақтары, сұйық металдар мен шлактардың физика-химиялық қасиеттерін зерттеудің негізгі бағыттары, металлургиялық процестердің технологиялық параметрлерін бақылау тәсілдері жаңа көзқарас тұрғысынан сараптанылып, берілген.

Күрделі термодинамикалық жүйелердің тепе-теңдігін зерттеулерде қолданылатын жаңа бақылау-өлшеуіш аспаптардың жұмыс істеу принциптері мен құрылыстары толық қамтылып, терең деңгейде жазылған.

Оқу құралында қазіргі заманға сай тау-кен – металлургия кешенінде кендер мен концентраттардың және металлургиялық процестерден алынатын өнімдеріндегі элементтердің мөлшерлік құрамын анықтайтын жаңа, тау-кен – металлургия саласында кеңінен қолданылып келе жатқан рентгенфлуоресценттік аспаптардың құрылыстары мен әдістемелеріне ерекше көңіл бөлінген.

Бүгінгі кезде ұсынылып отырған оқу құралының мәліметтері тау-кен – металлургия кешенінде жұмыс атқарып жүрген инженерлік-техника мамандарымен инженерлік аналитикалық нақты мәселелерді шешуде кеңінен қолдануда.

Оқу құралы Қ.И.Сәтбаев атындағы ҚазҰТЗУ-нің оқу дәрісіне енгізіліп, «Металлургия» мамандығы бойынша студенттерді, магистранттарды және докторанттарды дайындауда пайдалануда.

1. ҚАЗАҚСТАН ТАУ-КЕН – МЕТАЛЛУРГИЯ КЕШЕНІНІҢ ИННОВАЦИЯЛЫҚ ДАМУЫНЫҢ ӨЗЕКТІ БАҒЫТТАРЫ

Қазақстан ауыр түсті металдар металлургиясы саласында әлемдегі ірі елдердің бірі болып табылады. Мыс, мырыш пен қорғасын өндірісі бойынша біздің еліміз алғашқы он елдің қатарына кіреді.

Бүгінгі таңда республикамыз мыс, мырыш, қорғасын, алюминий, титан, никель (іспе металл ретінде кобальтпен), қалайы, ванадий сияқты металдардан бәсекеге қабілетті шикізат пен өнім өндіруге мүмкіндік беретін шикізат базасына ие. Аталған металдардан өңдеудің әртүрлі сатыларында экономикалық тиімді болатын талий, рений, индий, кадмий, теллур, селен, висмут және т.б. бөлініп алынады. Танымал кенорындарында жұмыс істейтін кәсіпорындарында аталған металдардың қоры (мыс, қорғасын, мырыш) 20-25 жылға дейін жетеді.

Қазақстан қорғасын (дәлелденген қор бойынша дүние жүзінде 6-орында), мырыш пен мыс (4-орын), бокситтер (10-орын), кобальт пен кадмий (7-орын), сонымен қатар висмуттың (ТМД елдері арасында қор бойынша 1-орын) ауқымды шикізат қорына ие.

ТМД елдерінің түсті металлургия өндірісінің жалпы көлемінде Қазақстанның меншікті салмағы:

- қорғасын мырыш кенін алу бойынша - 67,6 %;
- қорғасын концентраттарын шығару бойынша – 60,8 %;
- мырыш концентратын шығару бойынша – 55,0 %;
- металды қорғасын өндірісі бойынша – 74,3 %;
- мырыш өндірісі бойынша – 50,3 %;
- барит концентраттарын шығару бойынша – 84,8 %

кұрайды.

Business Monitor International (BMI) жүргізген зерттеулерге сәйкес «Ауданы бойынша 10 ірі дүние жүзі елдері арасында, Қазақстан Республикасы қарқынды дамып келе жатқан кен алу өнеркәсібінің көшбасшысы болып табылады».

1.1. Ғылым және технологиялардың инновациялық дамуына қойылатын негізгі талаптар

Сонғы жылдары республикада, бәсекеге қабілетті өнімнің алынуына және ұлттық экономикалық қауіпсіздіктің қамтамасыз етілуіне, республиканың өндірістік және ғылыми-техникалық әлеуеттің дамуына бағдарланған, отандық ғылымды қажет ететін өндірістің дамуына, жаңа ақпараттық технологиялардың жасалуы мен игерілуіне бағыт қойылған.

Мұндай шарттарда инновациялық процестер, жаңа технологиялық құрылыс енгізу, өңдеу өнеркәсібінде жаңа өнделімдерді игеру, ұлттық ғылыми-техникалық әлеуетті дамыту, ғылым мен өндіріс арасындағы алшақтықты жою, алдыңғы қатарлы шетел технологияларының шынайы трансфертін қамтамасыз ету және халықаралық стандарттарды енгізу іске қосылады.

Ғылыми-техникалық әлеует - бұл ел алдында тұрған ғылыми-техникалық даму міндеттерін шешу үшін қажетті кадрлық, материалды-техникалық, қаржылық және ұйымдастырушылық ресурстар жиынтығы болып келеді.

Елбасы – ұлт көшбасшысы Нұрсұлтан Назарбаев өзінің «Қазақстан-2050» стратегиясы: Қалыптасқан мемлекеттің жаңа саяси бағыты» атты Жолдауында білім беру мен инновациялық зерттеулерді дамытудың жаңа саясатын құру аясында жұмыс істеудің басым бағыттарын ескере отырып, ерекше көңіл бөлді: *«Білім және кәсіби машық – заманауи білім беру жүйесінің, кадр даярлау мен қайта даярлаудың негізгі бағдары. Бәсекеге қабілетті дамыған мемлекет болу үшін біз сауаттылығы жоғары елге айналуымыз керек. Қазіргі әлемде жай ғана жаппай сауаттылық жеткіліксіз болып қалғалы қашан. Біздің азаматтарымыз үнемі ең озық жабдықтармен және ең заманауи өндірістерде жұмыс жасау машығын меңгеруге дайын болуға тиіс»* [1].

Дамудың заманауи сатысында Қазақстанның тау-кен металлургия кешені (ТМК), негізгі салалардың бірі және отандық экономиканың локомотиві бола отырып, негізінен, республиканың инновациялық және сыртқы экономикалық саясатын жүргізуде заң шығарушы болып келеді. Сондықтан,

мемлекеттің индустриалдық даму деңгейі олардың ресурстық мүмкіндіктерімен және технологиялық өңделімнің төмен деңгейінде өнім өндіру көлемімен ғана емес, оған қоса технологиялық тұрғыдан алып қарағанда, ғылымды қажет ететін, алдыңғы қатарлы салалардың даму дәрежесімен анықталатынын жақсы түсінуіміз қажет. Бұл еліміздің Президенті Н.Ә.Назарбаевтың «2050 стратегиясы» Қазақстан халқына Жолдауында қойған міндеттері негізінде аса маңызды, мұнда мемлекеттің даму болашағының басты назары стратегияның «негізгі құрамдасы» болады: *«Күн астындағы орын тек ең мықтыларға арналғанын нақты сезіне отырып, ұлтымыз жаһандық экономикалық тайталасқа дайын болуға тиіс. Өркенді де өршіл дамып келе жатқан қоғамның іргетасы тек қана осы заманғы, бәсекеге қабілетті және бір ғана шикізат секторының шеңберімен шектеліп қалмайтын ашық нарық экономикасы бола алады»*.

Қойылған міндеттер негізінде инновациялық дамудың жаңа бағытының принципалды негізгі қыры тау-кен металлургия саласында ресурсты үнемдейтін, экологиялық таза қауіпсіз өндірістің жасалуына негізделген жоғарғы технологиялардың енгізілуі болып табылады.

Айта кетсек, ТМК бірлік өнім алуда аса жоғары мөлшерде өндірістік қалдықтар шығуымен жүретін салалар қатарына жатады. Бұл, бірқатар жұмыс істеп тұрған кәсіпорындардың жобалануы кезінде табиғатты тиімді пайдалану мен өмір сүру ортасына өндірістік қызметтің кері әсерін төмендету қажеттілігінің ескерілмегендігіне байланысты. Заманауи қалдықсыз технологиялардың қолданылуымен экологиялық қауіпсіз өндірістердің құрылуы көп мөлшерде қаржы шығындарымен байланысты. Туындаған жағдайдан шығу амалы қолданыстағы өнеркәсіптік өндірістерді, технологиялық процестердің жетілдірілуін, ағын суды тазалау тиімділігінің арттырылуы мен қатты қалдықтардың жойылуын, экологиялық мониторингтің заманауи автоматтандырылған аспаптарының енгізілуін қамтитын шаралар кешенін жүргізу жолымен экологияландыру болып табылады. Қоршаған ортаның ластануын алдын алу шараларының негізінде, табиғатты қорғау қызметін басқаруға қажетті анық ақпараттың алынуын

қамтамасыз ететін бақылау жатыр. Экологиялық мониторингте қолданылатын физика-химиялық әдістер талдаудың осы аясында қойылатын өлшемдерге сәйкес болуы керек: жоғары сезімталдылық, селективтілік, жұмыс істеуі, жылдамдығы, сынамалар дайындаудың қарапайымдылығы, кеңінен автоматтандыру мүмкіндігі, қол жетімді баға және т.б. экоаналитиканың аса маңызды және төмен дәрежеде жасалған мәселелер санына, металлургиялық кәсіпорындардың жұмысы нәтижесінде алынатын су және ауа бассейнінің техногенді ластанушыларын бақылаудың құралдық және әдістемелік қамтылуы жатады.

Берілген оқу құралының бағытталған мақсатын – металлургияда ғылыми зерттеулер қолданылуын ескере отырып, Президенттің «Қазақстан-2050 стратегиясы: Қалыптасқан мемлекеттің жаңа саяси бағыты» атты Қазақстан халқына Жолдауында көрсетілген тау-кен металлургия кешенінің негізгі стратегиялық даму бағыттарына қысқаша тоқталуды жөн санаймыз. Мұнда «Қазақстан Республикасын үдемелі индустриялық-инновациялық дамыту жөніндегі 2010-2014 жылдарға арналған мемлекеттік бағдарламасының» қорытындылары жасалды [2] және 2050 жылға дейін саланың негізгі мақсаты мен міндеттері қойылды.

Берілген тәсілдеме, біздің ойымызша, оқырманға тау-кен металлургия саласының заманауи күйін, даму болашағы мен алдына қойылған стратегиялық мақсаттары мен міндеттерін талдап қана қоймай, оған қоса қойылған міндеттердің шешілуі мен көрсетілген мақсаттарға қол жеткізуіне бағытталған ғылыми зерттеулер дамуының негізгі бағытын анықтауға мүмкіндік береді

1.2. Тау-кен металлургия саласының негізгі даму бағыттары

Ағымдағы жағдайдың қысқаша талдауы.

Республиканың өнеркәсіптік өндірісінің жалпы көлемінде тау-кен металлургия саласының үлесі - 17,5% құрайды. Металды кендер алу үлесі - 3,8%, темір кенін алу - 1,5%, түсті металдар кенін алу - 2,3%, металлургиялық өнеркәсіп үлесі -

11,8%, дайын металл бұйымдарын өндіру үлесі - 1,2% құрайды. Metallургиялық өнеркәсіп үлесіне өңдеу өнеркәсібінің барлық көлемінің кемінде 35%-ы тиесілі. Елімізде өндірілетін айтарлықтай барлық металдар мен металл өнімдері экспортталады, ал аса жоғары өңделетін өнім өндірістері шетелде орналасқан.

SWOT-талдау көрсетуі бойынша тау-кен металлургия кешенінің әлсіз жақтарына келесі факторларды жатқызуға болады:

- Шикізат базасының тозуы;
- Шикізатты кешенді пайдаланудың төмендігі;
- Негізгі өндірістік қордың жоғары дәрежеде тозуы;
- Қоршаған ортаның жоғары дәрежеде ластануы;
- Технологиялық артта қалу;
- Тауардың жоғары дәрежелі дайындығымен кен алу мен өнім шығаруға дейінгі өндірістің толық циклімен біріктірілген кешендердің жоқ болуы;

- Ішкі нарықтың аз сыйымдылығы мен бөлініп орналасуы;
- Өнімнің жоғары энерго-, еңбек- және материалдық сыйымдылығы.

Қазақстан металлургиясының артықшылығы жеке минералды-шикізат базасының болуы болып табылады. Бізге мәлім, құрамында түсті металдар кездесетін қазақстан кендері кешенді болып келеді, құрылымдық-минералогиялық құрамы күрделі. Олар сирек және шашыранды элементтердің кең жиынтығын қамтиды. Сонымен қоса, кен алу, байыту және металлургиялық өңдеу кезінде Қазақстан кендерінің құрылымы, физикалық, химиялық және тағы басқа сипаттамалары әрбір кенорны үшін дербес технологияны қажет етеді.

Айта кету керек, Қазақстанда минерал шикізаттарының қоры шынымен ауқымды, алайда мақсатты металл мөлшерінің аздығы, кен қажырлығы, сонымен қатар аймақтық, тасымалдау және т.б. шектеулер салдарынан үнемі бәсекеге қабілетті бола алмайды.

Қазақстанда түсті және сирек металдар өндірісінің қолданыстағы технологиялары экология, экономика мен минерал шикізатын кешенді пайдаланудың заманауи

талаптарына толыққанды сәйкес келмейді. Металлургиялық зауыттарда жұмыс істеп тұрған технологиялар бойынша пирометаллургиялық процестер, қоршаған ортаны ластайтын зиянды газтәрізді тасталындылар мен қатты қалдықтардың ауқымды мөлшерімен сипатталатыны бізге мәлім. Оған қоса, қатты қалдықтар (шлак, шлак түріндегі өндіріс өнімдері және т.с.с.) ауқымды аудандарды ала отырып, металлургиялық зауыт төңірегінде жиналады.

Демек, дәстүрлі технологияларды төмен ликвидті металдар ғана емес, сонымен қатар жоғары құн қосылған металдар мен материалдарды алуға мүмкіндік беретін тиімділігі аса жоғары, экологиялық таза және қалдықсыз технологияға алмастыру үшін бағытталған зерттеулер көлемін ұлғайту қажет [3].

Осыған байланысты саланың ғылыми-техникалық бағытының басымдығы ретінде атауға болады:

- күрделі қаражат салымдарының күрт төмендеуін және зиянды заттардың тасталынуының азаюын, шикізаттың кешенді пайланылуын арттыру мен шикізат базасын кеңейту үшін өндіріске коллективті концентраттардың, сапасы төмен бастапқы шикізат пен өндіріс өнімдерінің енгізілуін қамтамасыз ететін жаңа технологиялардың жасалуы;

- ерекше таза металдар, қорытпалар мен композициялық материалдар алу бойынша тиімді технологиялар мен модульдер: титан, марганец, вольфрам, молибден, цирконий, ниобий және т.б. негізінде қорытпалардың кең жиынын балқыту технологияларын зерттеу, жасау және өндірісте игеру;

- дайын тауарлы өнім – Доре қорытпасы немесе катодты алтын алумен алтын-мышьякқұрамды флотациялық және гравитациялық концентраттарын орталықтандырылған өндеудің заманауи технологиялары, металлургиялық өңделімнің құрылысы. Алтын бөліп алу фабрикаларының байыту қалдықтарымен жоғалатын алтынды бөліп алу технологиясын жасау;

- Рентабельділігі жоғары өндірістер – ликвидтілігі жоғары материалдар өндірісін ұйымдастыруға мүмкіндік беретін, сирек шашыранды металдар негізінде жартылай өткізгіш материалдарын алу технологиялары.

Соңғы он жылдықта Қазақстанда қиын байытылатын кендердің ауқымды мөлшері өндеуге енгізілді. Нәтижесінде бүгінгі күнде түсті, сирек, шашыранды және асыл металдарын байыту кезінде тау-кен жұмыстарында жоғалым мөлшері – 15-20%, байыту циклында – 60-70%, металлургиялық өңделімде – 15-20% болатын жағдай туындады. Пайдалы қазбаларды бөліп алу кешенділігі өте төмен.

Байыту саласында туындаған күйді ескере отырып, басым ғылыми-технологиялық бағыттар келесідей болады:

- микродисперсті өлшемдегі бөлшектер мен күрделі минерал шикізаттарының байытылуын қамтамасыз ететін жаңа технологиялар мен аппараттар құру;

- жаңа флотореагенттер мен антропогенді шикізаттан сорбенттер жасау есебінен түсті, сирек және асыл металдар кенін байыту технологияларын жетілдіру.

Тиімділігі төмен экспорттау бағытынан жоғары құн қосылған өнімге ауысу мен отандық металдар негізінде жоғары технологиялық өндірістің дамуына өтудің ғылыми-техникалық саясаты тау-кен металлургия секторында мемлекеттік саясаттың негізгі басым бағыты болып табылады.

Тау-кен металлургия кешенінің негізгі міндеті – машина жасау, құрылыс индустриясы және өнеркәсіп пен экспортың басқа салаларының дамуын қамтамасыз ететін, келесі өңделімдердің металлургиялық өндірісін құру болып табылады.

Еліміздің тау-кен металлургия кешенін дамытуда мемлекеттік саясат келесі бағыттардың жүзеге асуына бағытталатын болады:

1. Ірі кәсіпорындардың негізгі металдардың өндірілуін ұйымдастыру;

2. Шағын және орта бизнес кәсіпорындарының негізгі металдар негізінде жоғары өңделімнің соңғы өнім өндірісін ұйымдастыру.

Сонымен қатар, минерал шикізатының кешенді пайдаланылуын қамтамасыз ету үшін кендер мен концентраттардың экспортталу үлесінің төмендеуіне ынталандыру бойынша шаралар кешені қолданылатын болады.

Республикада экспорттауға бағдарланған, жаңа жоғары технологиялық өңделімдердің құрылуына бағытталған жаңа өндірістердің дамуы болжануда, оның ішінде:

- кара металлургияда болат өндіру қуатын жылына 6 млн тоннаға дейін арттыру бойынша ірі жоба жүзеге асырылады және қуаты жылына 4 млн тонна болат болатын қосымша зауыт құрылысы басталады (Қарағанды облысы). Сонымен қоса 5 жылдық мерзімде ферросиликомарганец өндірісінің көлемі жылына 64,8 мың тоннаға дейін, феррохром 440 мың тоннаға дейін ұлғайтылады;

- түсті металлургияда біріншілік алюминий өндірісін 125 мың тоннаға дейін ұлғайту ұйғарылған. Біріншілік алюминий өндірісі бойынша қуаты жылына 250 мың тонна болатын жаңа зауыт құрылысы басталады және іске қосылады (Павлодар облысы).

Сирек металды және сирекжер ішкі салаларында 2014 жылға қарсы жоғарытехнологиялық өндіріс саласында дүниежүзілік ірі көшбасшы корпорациялармен біріккен кемінде екі кәсіпорын құрылады.

Оған қоса, Шығыс Қазақстан облысында мыс концентратының шығуы жылына 500 мың тоннаға, катодты мыс 95 мың тонна, кеуекті титан 16 мың тонна, тазалығы жоғары кварц өндірісі – 16,5 мың тонна, мыс-молибден кені – 2500 мың тоннаға дейін ұлғайтылады.

Республикада тантал өндірісі 2015 жылға қарсы 297 тоннаға, бериллий – 2000 тоннаға дейін артады.

Кара металлургияда Қарағанды облысында Индустриалық аймақта жоғары құн қосуды өнім шығаратын, кемінде 3 жоғары технологиялық аз тонналық өндіріс құрылуы жоспарлануда.

Қостанай облысында арнайы болат шығару бойынша қуаты жылына кемінде 200 мың тонна болатын аз тонналық өндіріс құрылады. Сонымен қатар, илемделген болат өндірісінің жылдық көлемін 450 мың тоннаға арттыру, жылына 500 мың тонна түйіршіктелген шойын, жылына 1,4 млн тонна ыстық брикеттелген темір және жылына 100 мың тоннаға дейін рельстік өнім өндірісін игеру қарастырылған.

Түсті металлургияда Павлодар облысында жылына 15 мың тоннаға дейін алюминий катанкаларын, 20 мың тонна илем,

10 мың тонна пішін және 50 мың тонна қорытпа өндіру көлемімен кемінде 6 аз тонналы өндіріс орналасатын Индустриалық аймақ құрылады.

Алтын алу өнеркәсібінде 15 тоннаға катодты алтын шығаруын арттыру жоспарланған. Байыту және алтын бөліп алу фабрикаларын іске қосу арқылы жылына 25 тонна қуатымен алтынды аффинаждау өндірісін игеру қарастырылуда.

Жоғары өңделімді металлургиялық өнім өндіру саласында Шығыс Қазақстан, Батыс Қазақстан, Қарағанды, Ақтөбе және Павлодар облыстарында 25 шағын және орта кәсіпорындарын құру қарастырылуда.

Республиканың ірі өнеркәсіптік аймақтары бойынша келесі инновациялық жобалардың жүзеге асуы қарастырылған:

Қостанай облысында – ыстық брикеттелген темір өндірісі, жылдық шығару көлемі – 1,4 млн тонна; сұрыпталған илем – жылына 75 мың тонна; металды илем – жылына 450 мың тонна;

Жамбыл облысында шығару көлемі жылына 64,8 мың тонна болатын ферросиликомарганец өндірісін ұйымдастыру;

Ақтөбе облысында феррохром шығуын жылына 440 мың тоннаға дейін арттыру; Ақмола облысында көлемі жылына 15 тонна болатын алтын өндірісін ұйымдастыру;

Павлодар облысында – мыс концентратын өндірісі – жылына 500 мың тонна және біріншілік алюминий өндірісі – жылына 125 мың тонна;

Шығыс Қазақстан облысында – жылына 500 мың тонна мыс концентратының, 70 мың тонна катодты мыс және 16 мың тонна кеуекті титан өндірісі;

Қарағанды облысында – болат өндіріс арттыру – жылына 10 млн тоннаға дейін;

Ақтөбе облысында – жылына 500 мың тонна түйіршіктелген шойын шығару өндірісі.

Қойылған міндеттердің шешілуі, заманауи ғылым мен техника жетістіктерін кеңінен қолдана отырып, ғылыми-зерттеу, конструкторлық жұмыстардың жаңа әдістері негізінде құрылған инновациялық технологияларды жасау мен ендіруді қажет етеді.

Жоғарыда айтылғанды ескеретін болсақ, келесі тарауларда ерекше көңіл тау-кен металлургия саласының кәсіпорындарының алдында тұрған нақты міндеттердің шешілуі

үшін қажетті физика – химиялық зерттеулердің заманауи әдістеріне, технологиялық көрсеткіштер мен жабдықтарды зерттеу, өлшеу мен бақылаудың тиімді әдістерін таңдау мен негіздеуге көңіл бөлінеді.

Бұл міндеттің маңыздылығы, республика экономикасын дамытуда негізгі салалар бола отырып, біліктілігі жоғары мамандарды қатты қажет ететін ірі кәсіпорындар үшін қиындатылады. Осыған байланысты, тау-кен металлургия саласында ары қарай ғылыми-өндірістік қызмет ететін біліктілігі жоғары мамандар мен ғылыми қызметкерлерді дайындау ерекше маңыздылыққа ие.

Ғылыми жұмыстар жүргізуде зерттеушіге жаңа заманауи терминдер мен түсініктер, ғылым мен техника дамуының негізгі үрдістері жөнінде білім қажет. Ғылыми гипотезаларды тексеру, табиғат пен қоғам дамуының заңдылықтарын орнату, жобаларды ғылыми жалпылау, ғылыми негіздеу жөнінде білімді кеңейту мен жаңа білім алу мақсатымен ғылыми ізденіс, зерттеулер, тәжірибелер жүргізуге байланысты ғылыми-зерттеу жұмысы жүйелеу тәсілдемесін қажет ететіндігі, бүгінгі күнде айқын көрініс табуда. Мұнда, тау-кен металлургия кешенінің саласында жұмыс істеп жүрген зерттеушіге, ең бастысы, аса жоғары ғылыми деңгейде ғылыми ізденіс жұмыстарын жүргізуге және дәлелденген нәтижелер алуға мүмкіндік беретін металлургиялық процестердің физика-химиялық зерттеулерінің жаңа тәсілдемелері мен әдістемелерін, заманауи техникалық аспаптар жөнінде білім қажет.

2. ФИЗИКА – ХИМИЯЛЫҚ ТАЛДАУ ӘДІСТЕРІ

Заттың құрамын анықтауда оның күрделілігіне қарай *физика-химиялық*, *химиялық* немесе *физикалық* талдау әдістері қолданылады.

Физика-химиялық әдістерді, шетелдік әдебиеттерде инструменталдық деп атайды, өйткені олар барлық уақытта дерлік аспаптарды, өлшеуіш аспаптарды қолдануды талап етеді.

Химиялық талдау түрлерінің әдістерінің тәсілдерінің, қондырғыларының және қолдануының әртүрлігіне қарай олардың бір-бірімен ешқандай ұқсастығы жоқ сияқты. Шын мәнінде химиялық құрамды анықтау үшін қандай да әдіс қолданса да оның принципі ортақ және бірдей: заттың құрамы оның физика-химиялық қасиеттерімен анықталады. Әрбір жеке зат, басқа заттардан өзінің құрамы мен құрылымы бойынша ерекшеленетін, тек қана өзіне тән жеке қасиеттерге ие. Мысалы, сәулелену затына тән шығару, сіңіру және шағылыстыру спектрлері әрбір зат үшін өзінің сипатына ие. Кристалдардың ерігіштігі мен пішіні бойынша да белгілі затты тануға болады.

Заттың талдауын сапалы және жоғары деңгейде жүргізу үшін, берілген заттың немесе оның кейбір реакцияларының өнімдерінің бірнеше сипаттамаларының талдамалы қасиеттерін зерттеу керек

Белгісіз заттың көптеген қасиеттерін анықтап, табылған қасиеттерді белгілі бір заттың қасиеттерімен теңестіруге болады, яғни белгісіз затты анықтауға және табуға болады. Мысалы, зат қызу кезінде сәуле шығарады, яғни сигнал береді. Сонымен қатар зат сәулені сіңіре де алады, осыған байланысты оған түсетін жарық сигналы қарқындылығының төмендегенін байқауға болады. Бірақ әрбір зат басқа заттармен барлық уақытта қандай да бір жиынтықта болады. Көбінесе бұл заттар қоспасы, мысалы, газдар немесе ерітінділер қоспасы немесе сұйық не қатты зат қоспалары болады. Тіпті ол таза зат болғанның өзінде, онда қандай да бір мөлшерде көптеген «бөгде» химиялық элементтер болады. Бұл жағдайда, бізге қажетті заттың сигналы басқа қосалқы және оны қоршаған заттардың сигналымен қосылып кетеді, сондықтан талдауға алынған заттың сигналын бөлекше бөліп алуға болмайтыны түсінікті болу керек.

Зауыттық және ғылыми зертханаларда талдаудың кеңінен таралған әдістеріне фотоколориметрия, спектрофотометрия, спектрлік талдау, электрхимиялық әдістер, радиометриялық, масс-спектрометриялық және хроматографиялық әдістер, сонымен қатар, аралас және гибриді химиялық талдау әдістерін жатқызуға болады.

2.1. Талдау әдістерінің бағалануы мен таңдалу критерийлері

Талдау әдістерінің бағалануы мен таңдалуының критерийлеріне келесі метрологиялық сипаттамалар – аспаптарды қалпына келтіру, дұрыстығы, байқалу шектігі (сезімталдығы), анықталатын мөлшердің жоғарғы және төменгі шекаралары жатады. Әдістің сезімталдығы қаншалықты жоғары болса, соншалықты сигнал қабылданатын заттың мөлшері де аз болады.

Егер талдаудың түрлі әдістерін қолдануда аздаған тәжірибе болса, жалпы, қажетті талдау әдісін таңдау қиын емес.

Талдаудың физика-химиялық және физикалық әдістерін салыстырмалы мөлшерлердің кең шектерінде элементтердің сандық мөлшерін анықтау үшін қолданады: негізгі компоненттер үшін – 100-1%, негізгі емес компоненттер үшін – 1,0-0,01% және олардың іздері үшін – 0,01%-дан төмен.

Өлшеу процесі, барлық физикалық процестер сияқты, өлшенетін шаманың нақты мәні туралы өлшеуші тұлғаға бұрмаланған көрініс көрсететін, қателіктермен жүреді. Өлшеуші аспаптардың қателіктерінің сандық мәнінің нысанына қарай, қателер абсолютті, салыстырмалы және келтірілген болып бөлінеді.

2.2. Температураны өлшеу әдістері

Температураларды өлшеудің жанама және жанамасыз әдістері бар. Бірінші жағдайда аспаптың сезімтал элементі өлшеу объектісімен сенімді жылулықты жанасу қамтамасыз етілуі керек: бұл жерде температураны өлшеудің жоғарғы шегі

қолданылатын сезімтал элементтердің ыстыққа беріктігі мен химиялық тұрақтылығы шектелген. Ал аспаптың сезімтал элементін өлшеу объектісімен сенімді жылулықты жанастыру қиын болған кезде, өлшеудің жанамаcыз әдісі қолданылады.

Тәуелді температураны өлшеу кезінде келесі аспаптарды: кеңею термометрлерді, манометрлік термометрлерді, электр кедергісі термометрлерді және термоэлектрлік термометрлерді қолданады.

Қиын балқитын металдардан жасалған термометрлер газды агрессивті ауада, кейбір балқыған тұздарда, салмақты әйнектерде және металдарда 1000 -3500 °C аралығында өлшеуге арналған.

Екі температура шкаласы кеңінен қолданылады: абсолютті термодинамикалық және халықаралық тәжірибелік. Термодинамикалық шкаланың есептелу басы болып абсолюттік нөл нүктесі таңдалған, ал жалғыз реперлік нүкте ретінде, 273,16 К тең, судың үштік нүктесі қабылданған. Дегенмен термодинамикалық шкала тәжірибелік кең қолдау тапқан жоқ, өйткені газдық термометрлер көмегімен оны жүзеге асыруда үлкен қолдану қиыншылықтары туды.

Өлшеу кезінде ең ыңғайлы болып халықаралық тәжірибелік температуралық шкала табылады (ХТТШ), ол заттардың фазалық тепе-теңдігі температураларының қалпына келтірілу қатарына негізделген (негізгі реперлік нүктелер). Негізгі реперлік нүктелер арасындағы интервалдардағы температуралар, эталондық аспаптардың көрсетулері мен халықаралық тәжірибелік температуралық шкала арасындағы байланысты белгілейтін, интерполяциялық теңдеулермен анықталады.

Негізгі реперлік нүктелер - 259,34°C-дан (тепе-теңдікті сутегінің үштік нүктесі) 1064,43°C температуралар (алтынның кату нүктесі) диапазонында орналасады. ХТТШ-да температуралар интервалы – 259,34°C-дан 630,74°C дейін кедергінің эталонды платиналы термометрі бойынша көрсетіледі, ал 630,74°C-дан 1064,43°C-ға дейінгі интервал - эталонды платинородийлі-платиналы термोजұпта.

1064,43 °C жоғары температура ХТТШ-да Планк заңы бойынша анықталады. Температура ХТТШ-сы бойынша t арқылы белгіленеді, ал сандық мәні °C белгісімен қосарлана жазылады. Абсолюттік термодинамикалық температура T мен халықаралық тәжірибелік шкала бойынша температурасы (t) арасында келесі қатынас бар: $T = t + 273,15$ К.

Термометр деп температураның белгілі функциясы болып табылатын, оны сигналға түрлендіру жолымен температураны өлшеуге арналған құрылғыны (аспапты) атайды. Жұмыс істеу принципіне тәуелді температураны өлшеуге арналған аспаптар келесі топтарға бөлінеді:

Кеңею термометрлерінің жұмыс істеу принциптері температураға тәуелді сұйықтың көлемінің (сұйықтық) немесе қатты денелердің (биметалдық және дилатометриялық) сызықтық мөлшерлерінің өзгеруіне негізделген. Мұндай термометрлермен өлшеу шегі – 190°C-дан +600°C-ға дейін құрайды.

Манометрлік термометрлер, температураға тәуелді шектеулі көлемде болатын сұйықтың, булы сұйықты қоспаның немесе газ қысымдарының өзгеруіне негізделген. Олар температуралардың –50°C-дан +630°C-ға дейінгі шектерінде өлшеу кезінде қолданылады.

Электр кедергісі термометрлері температураның өзгеруімен әртүрлі материалдардың электрлік кедергілерінің өзгеруіне негізделген. Бұл жағдайдағы температураны өлшеу шегі – 200°C-дан + 650°C-ға дейін металдық және – 90°C-дан +180°C-ға дейін кедергінің жартылай өткізгішті термометрлері үшін (термисторлар).

Термоэлектрлік термометрлер (терможұптар), температураны өлшеуге арналған жанама аспаптар қатарына жатады.

Температураны жанаспайтын аспаптармен өлшеу үшін келесі топтарға бөлінетін *сәулелену пирометрлері* қолданылады:

а) *бөлшектегі сәулелену пирометрлері* (жарықтылықты, оптикалық) температураға тәуелді дененің монохроматикалық сәулелену қарқындылығының өзгерісін өлшеуге негізделген. Өлшеу шектері – 800°C-дан 6000°C-ға дейін;

б) *түсті пирометрлер*, екі толқынның сәулелену қарқындылығының өлшеуіне негізделген. Өлшеу шектері – 200°C-дан 3800°C.;

в) *радиациялық пирометрлер*, қыздырылған денелердің сәулеленуінің толық қуатын өлшеуге негізделген. Өлшеу шектері – 20°C-дан 2000°C-ға дейін.

Кеңею термометрлері. Сұйықтық шынылы термометрлерде денелердің жылулық кеңею қасиетін қолданады. Бұл жағдайда температураның өзгерісі сұйық пен термометр қауызы материалының көлемдік кеңеюінің коэффициенттерінің айырмасына негізделген.

Сұйықтық термометрлердің сезімталдығы, сұйық пен қауыз шынысының кеңеюінің температуралық коэффициенттерінің айырмасы үлкен болған сайын, жоғары болады, сондықтан термометрлерді әзірлеу үшін, кеңеюдің температуралық коэффициенті $2 \times 10^{-5} \text{ 1/}^\circ\text{C}$ термометрлік шыны қолданылады. Жұмысшы термометрлік сұйық ретінде көбінесе химиялық таза сынап қолданылады. Өлшеудің төменгі шегі сынаптың қатаю температурасымен шектеледі және -35°C тең, жоғарғы шегі шыны үшін ұйғарынды температуралармен анықталады.

Кварцтық шыныны қолдану кезінде өлшеудің жоғарғы шегі $+750^\circ\text{C}$ дейін артады. Қалыпты атмосфералық қысым кезінде сынаптың қайнау температурасы $356,58^\circ\text{C}$ -ға тең болатындықтан, жоғары температуралы сынапты термометрлерде капиллярлық құбыршадағы бос кеңістік, қысыммен, инертті газбен толтырылады: мысалы, шкаласы 500°C -ға дейінгі термометрлерде газдың қысымы $20 \times 10^5 \text{ Па}$ жетеді. 190°C -ға дейінгі температураларды өлшеу үшін, толықтырғыштар ретінде органикалық сұйықтар қолданылады. Бұл қатардағы термометрлерден ең кең таралғаны – өлшеу шектері -80°C -дан $+80^\circ\text{C}$ -ға дейін болатын спиртті термометрлер.

Термометрлер келесідей түрлерге бөлінеді:

- техникалық сынапты – тіке және бұрышты ішіне салынған шкалалы. Температуралар диапазоны – 90°C -дан $+600^\circ\text{C}$ -ға дейін;

- зертханалық сынапты — таяқшалы немесе шкаласы ішіне салынған. Өлшеу сапасы мен ең жоғары дәлдікке ие

термометрлердің шкаласының бөліну бағасы $0,1^{\circ}\text{C}$, өлшеу интервалы 50°C болады. Мысалы, 150°C -дан 200°C -ға дейін. 0°C -дан басталатын шкалалар үшін өлшеудің жоғарғы шегі 500°C -ға тең;

- сұйықтықты (сынапты емес) – минус 190°C -дан $+100^{\circ}\text{C}$ -ға дейінгі температураларды өлшеу үшін шығарылады;

- электржанаспалы сынапты – капиллярлық құбыршаға қозғалыссыз жанасумен пісіріп жабыстырылған және электр желісінің сынып бағанасымен жанасуға арналған бір қозғалыстағы контактімен. Олар – $0\text{--}300^{\circ}\text{C}$ шегіндегі қажетті температураларға жету туралы сигнал үшін пайдаланылады.

Егер өлшеу шарты бойынша термометр өлшенетін ортаға толығымен батырыла алмайтын болса, онда сынаптың шығатын бағанасына төменде көрсетілген теңдеуге түзету енгізілуі керек:

$$\Delta t = n\beta(t_2 - t_1), \quad (1)$$

мұндағы: n – шығып тұрған сынап бағанасындағы градустар саны; β – шыныдағы жұмысшы сұйықтың кеңею коэффициенті (сынап үшін $0,00016$, спирт үшін $0,001$, $1/^{\circ}\text{C}$); t_2 – термометр көрсететін температура; t_1 – сынаптың шығып тұрған бағанасының орташа температурасы, ол негізгі термометрдің шығып тұрған бөлігінің ортасына резервуары бекітілген қосалқы термометрмен өлшенеді.

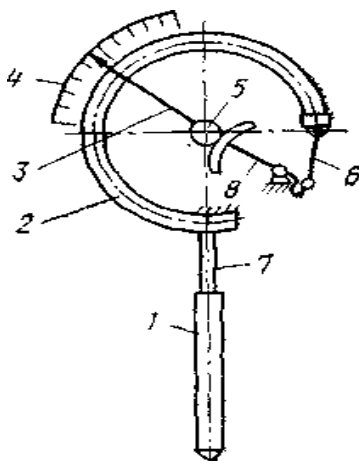
Шыны сұйықтық термометрлердің негізгі басымдылығы — құрылғысы мен құрылысының қарапайымдылығы, арзандығы және тіпті сериялық шығырылатын термометрлер үшін де жоғары дәлдікті көрсеткіштігі. Шыны сұйықтық термометрлердің кемшіліктеріне тіркеу мүмкінсіздігі мен көрсеткішті қашықтыққа беру мүмкінсіздігі жатады.

Сызықтық кеңею термометрлері биметалдық және дилатометриялық болып бөлінеді. Биметалдық термометрлердің әрекеті, қыздыру кезінде өзара қатаң біріктірілген, екі әртүрлі материалдың элементтерінің сызықтық кеңеюі айырмасын ΔL_t өлшеуге негізделген. Биметалдық термометрлер жазық және шиыршықты спираль түрінде де орындалады, оның бір ұшы қатаң бекітілсе, екінші ұшы - қыздыру кезінде шиыршықталады және сонымен байланыстырылған тілді градуирленген шкала бойлығымен бұрады.

Дилатометриялық термометр бір ұшымен қатаң қосылған, құбырша мен стерженнен (өзектен) тұрады. Құбырша сызықтық кеңею коэффициенті үлкен металдан дайындалған, ал стержень — сызықтық кеңею коэффициенті төмен материалдардан (инвар, кварц, фарфор) жасалған. Өлшеу кезінде құбырша толығымен өлшенетін ортаға батырылуы тиіс. Температураның жоғарлауымен құбыршаның ұзындығы өзгереді, бұл ондағы стерженнің жылжуына әкеледі. Бұл қозғалыстар рычагтар жүйесі арқылы градуирленген аспаптың тіліне беріледі. Өлшеу шектері - 150°C-дан +700°C дейін болады, қателігі – 1-2%-дан аспайды. Бұл термометрлер көбінесе температураны реттеудің автоматтық жүйелерінде датчиктер ретінде қолданылады.

Манометрлік термометрлер. Манометрлік термометрлердің әрекеттену принципі, өлшенетін ортаның температурасына тәуелді тұйықталған жүйедегі газдың немесе сұйықтың қысымын өлшеуге негізделген.

Манометрлік термометрдің принципіалдық сұлбасы 1-суретте кескінделген.



1-сурет. Манометрлік термометрдің принципіалдық сұлбасы:
 1 – термобаллон; 2 - манометриялық серіппе; 3 – тіл; 4 – шкала;
 5 – шестерня; 6 – тартқыш; 7 - капиллярлық құбырша;
 8 - тісті сектор

Өлшенетін ортаның температурасы термобаллоннан 1, капиллярлық құбыршадан 7 және манометриялық серіппеден 2 тұратын термोजүйемен қабылданады, және де қысымның өзгеруіне түрленеді. Бұл кезде манометрлік серіппенің еркін ұшы тартқыш 6, тісті сектор 8, шестерня 5 арқылы көрсететін тілді 3 шкала 4 бойынша қозғалтады. Термобаллон тот баспайтын болаттан, ал капилляр – мыс немесе ішкі диаметрі 0,15-0,5 мм болат құбыршадан жасалған. Капилляр ұзындығы 60 м жетеді.

Термометрдің термोजүйесі жұмысшы затпен толтырылады: газбен, сұйықпен немесе сұйықтың оның қаныққан буымен қоспасымен. Газдық, сұйықтық және конденсацияланған манометрлік термометрлер болып бөлінеді.

Газдық манометрлік термометрлердегі бастапқы қысым өлшенетін температураға тәуелді және жалпы 0,98-4,9 МПа құрайды. Қысымның температураға тәуелділігі келесі түрге енеді:

$$P_1 = P_0[1 + \beta(t - t_0)], \quad (2)$$

мұндағы: β – газ кеңеюінің термиялық коэффициенті, $1/^\circ\text{C}$; t_0 және t – бастапқы және соңғы температуралар, $^\circ\text{C}$; P_0 – бастапқы температура (t_0) кезіндегі қысым, Па.

Атмосфералық қысымның ауытқуы аспаптың көрсеткішіне әсер етпейді десе болғандай, өйткені термометрдің термोजүйесінде салыстырмалы бастапқы қысым ұсталады. Қоршаған ортаның температурасының $+20^\circ\text{C}$ -дан ауытқуы капиллярлық құбыршаның температурасының өзгеруіне әкеледі, Осыған байланысты өлшеу кезінде қателік пайда болады, ол термобаллон көлемінің артуы есебінен төмендей алады. Дегенмен, көлемнің аса артып кетуі бүкіл аспаптың инерциялығының ұлғаюына келтіреді, бұл кемшілік болып табылады. Бұл термобаллон қабырғасы мен оны толтыратын газдың арасындағы жылуалмасу коэффициентінің төмендігімен және газдың өзінің төменгі жылуөткізгіштігімен шартталады.

ТДЖ-П, ТДЖ-Э, ТПЖ-4 үлгілі сұйықтық манометрлік термометрлер, органикалық полиметилсилаксонды сұйықпен ПМС-5 толтырылады. Бұл термометрлердегі өлшеу шектері - 50°C-дан +300°C-ға дейін құрайды.

Термометрдегі сұйық үшін қысымның температурадан тәуелді өзгеруі мына теңдеумен көрсетіледі:

$$\Delta P = \Delta t \beta / \mu \quad (3)$$

мұндағы: ΔP – қысымның өзгерісі, Па; β – сұйықтың көлемдік кеңею коэффициенті, 1/°C; μ – сұйықтың сығылу коэффициенті, м²/Н; Δt – температураның өзгерісі, °C.

Сұйық қайнап кетпеуі үшін, термометрде 1,5-2 МПа шамасында бастапқы қысым жасалады. Сұйықтық манометрлік термометрлердің инерциялығы газдыққа қарағанда төмен, ол сұйықтың жоғары жылуөткізгіш-тігіне байланысты. Дегенмен, қоршаған ортаның температурасының ауытқуынан туатын қателіктер сұйықтық термометрлерде газдыққа қарағанда үлкен және келтірілген теңдеулермен анықталады.

ТПП-СК, ТКП-60 СГ, ТСМ, ТПП 2-В үлгілеріндегі конденсациялық манометрлік термометрлердің термобаллондарының үштен екі көлемі төмен қайнайтын сұйықтармен толтырылады (фреон, хлорлы метил, ацетон). Өлшеу шектері – 25°C-дан +300°C-ға дейін құрайды. Тұйықталған терможүйеде бірмезгілде булануда, конденсатталуда процестері өтеді.

Температураның жоғарлауымен қаныққан будың серпімділігі артады және өлшенетін температураға сәйкес келетін белгілі бір қысым орнығады.

Барлық манометрлік термометрлердің артықшылығына конструкциясының және қолданылуының қарапайымдылығын, температураны дистанционды өлшеу мүмкіндігін, көрсеткіштердің автоматты жазылуын жатқызуға болады. Қазіргі кезде көрсеткішті ұзақ қашықтыққа беретін манометрлік термометрлер дайындалуда, бұл кезде өлшенетін температура сәйкестендірілген электрлік немесе пневматикалық сигналдарға түрленеді.

Манометрлік термометрлердің кемшіліктеріне жататындар: өлшеу дәлдігінің жоғары болмауы (негізгі қателік, капиллярлық құбырша ұзындығына тәуелді 1,0-2,5% құрайды) және өлшеуші терможүйені жөндеу кезіндегі қиындық.

Кедергінің электрлік термометрлері, автоматты теңестірілген көпірлер. Кедергінің электрлік термометрлері температураға тәуелді өзінің өткізгіштігін өзгертеді. Температура мен кедергі арасындағы байланысты біле отырып, бақыланатын ортаның температурасын анықтауға болады. Мұндай термометрлер температураны жоғары дәлдікте өлшеуге (0,2°C-ға дейін) және көрсеткішті алыс қашықтыққа беруге мүмкіндік береді. Оларды орталықтан-дырылған бақылау жүйелерінде қолдануға болады: бұл кезде бір өлшеуші аспапқа кезекпе-кезек бірнеше ондаған термометрлер қосылады.

Кедергінің өнеркәсіптік термометрлерінің сезімталдық элементтері платинадан немесе мыстан жасалады. Платина химиялық тұрғыда инертті және таза күйде жеңіл алынады. Оның меншікті кедергісі 0°C кезінде 0,1 Ом*мм²/м тең. Платинаның кедергісі 0°C-дан +650°C-ға дейін келесі заң бойынша өзгереді:

$$R_t = R_0(1 + At + Bt^2), \quad (4)$$

ал – 200°C-дан 0°C-ға дейінгі шектердегі өзгерісі келесі заңға тәуелді:

$$R_t = R_0[1 + At + Bt^2 + Ct^3(t - 100)], \quad (5)$$

мұндағы: R_t және R_0 – t және 0°C температуралар кезіндегі платинаның кедергісі; A, B, C – тұрақты коэффициенттер:

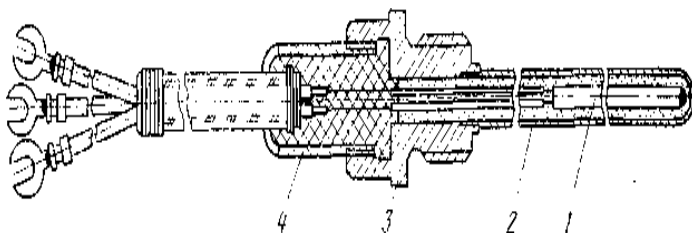
$$A = 3,96847 \times 10^{-3} \text{ } 1/^{\circ}\text{C};$$

$$B = 5,847 \times 10^{-7} \text{ } 1/^{\circ}\text{C}^2; \quad C = -4,22 \times 10^{-12} \text{ } 1/^{\circ}\text{C}^4.$$

Платинаның тазалығы 100°C және 0°C кезіндегі кедергілер қатынасымен сипатталады. Техникалық термометрлер

дайындауға арналған платина үшін, $R_{100}/R_0 = 1,391$. Мыс, кедергі термометрлерін дайындауда арнаулы материал ретінде, арзандығымен және таза түрде жеңіл алынуымен ерекшеленеді.

Кедергілі термометрлер конструкциясы 2 суретте кескінделген.



2- сурет. Кедергі термометрінің конструкциясы:

1 - сезімтал элемент; 2 - қорғаушы арматура (болат құбыр);
3 – штуцер; 4 – қақпақша

Платиналы термометрдің сезімталды элементі 1 керамикалық қаңқаға оралған диаметрі 0,07 мм платина сымды көрсетеді. Сымның ұштары үшжелілі кабельге қосылған шығыстарға пісіріп жапсырылған. Мыс термометрінің сезімталдық элементі керамикалық цилиндрге бірнеше қабатты оралған және жез құбыршаға орналасқан, диаметрі 0,1 мм мыс сымды көрсетеді. Сезімталды элементтің орамасы құбыршадан оқшаулаушы қабықшамен оқшауланған.

Екі термометрдеде сезімталды элементтері керамикалық ұнтақпен жабылып, арнайы сыламамен тығыздалады. Кабельдің арнайы қаптамасы термометр ішіне судың өтуін болдырмайды. Инерциялық термометр 9, 20 және 30 с құрайды, ол орындалу жағдайына байланысты.

Қазіргі уақытта -200°C-дан +650°C-ға дейін өлшеуге арналған платиналық кедергілі термометрлер (ТСП) және -50°C-дан +180°C-ға дейін өлшеуге арналған мысты кедергілі термометрлер (ТСМ) сериялы болып шығарылады. Темистордың кедергісі (R_T) температураның өзгеруіне қарай келесі заңдылық бойынша өзгереді:

$$R_T = A \exp(B/T) \quad (6)$$

немесе логарифм түрінде:

$$\ln R_T = \ln A + (B/T), \quad (7)$$

мұндағы: T – температура, К; A және B – жартылай өткізгіштердің физикалық қасиеттеріне тәуелді тұрақтылар (бір текті сезімтал элементтер үшін тұрақты емес).

A және B тұрақтылары (6) теңдеуден T_1 және T_2 температураларына сәйкес R_1 және R_2 кедергілердің мәндерін қойғаннан кейін келесі өрнектерден табылады:

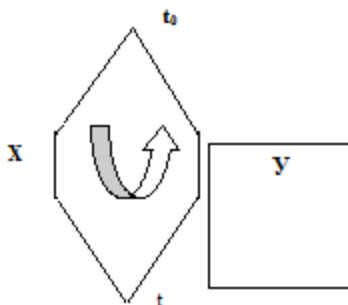
$$A = R_1 \exp(-B/T_1) \quad (8)$$

$$B = (T_1 \times T_2 / T_2 - T_1) \ln(R_1 / R_2), \quad (9)$$

Температураны бақылауға және өлшеуге арналған аспаптар

Термоэлектрлік термометрлерінің істеу принципі, әртекті термоэлектродтар-өткізгіштерден немесе жартылай өткізгіштерден тұратын, тұйықталған тізбек дәнекерінің бірінің температурасы өзгерген кездегі электрқозғалтқыш күштің пайда болуына негізделген. Олар -50°C -дан $+2500^\circ\text{C}$ -ға дейінгі температураны өлшеу үшін қолданылады.

Термоэлектрлік термометр деп қорғаушы арматурамен қамтамасыздан-дырылған терможұп аталады. Әртекті термоэлектродтан X және Y -тан тұратын, тұйықталған электр тізбегі (3-сурет) терможұпты түзейді, оның t температуралы қосылығы ыстық немесе жұмысшы деп, ал t_0 температуралы қосылығы суық немесе еркін деп аталады.



3-сурет. Екі термоэлектродтан тұратын терможұптың термоэлектрлік тізбегі:

X, Y – термоэлектродтар; t – жұмысшы температура;
 t_0 – еркін температура

Терможұптың жұмыс істеу принципі Томсон мен Зеебек эффектілеріне негізделген және электрондық өткізгіштігі бар өткізгіш өзінің ұзындығы бойынша қызғанда, оның қызған шетінде еркін электрондар концентрациясының жоғарылауымен және оның суық шетіне диффундирленуімен қорытындыланады. Бұл кезде ыстық шеті оң зарядталады, ал суық шеті - теріс. Егер тұйықталған тізбек екі әртүрлі X және Y өткізгіштерінен тұрса, онда Томсон т.э.қ.к. мұндай тізбекте әрбір өткізгіште пайда болатын т.э.қ.к. айырмасына тең және t_0 мен t температураларының қосындысына тәуелді болады. Бұл жағдайда Зеебек эффектісі концентрациясы үлкен болатын, потенциалдардың жанасу айырымдары пайда болатын әртүрлі өткізгіштердің X және Y қосындысында байқалады. Томсон мен Зеебек эффектілеріне негізделген, жалпы т.э.қ.к., t_0 және t температураларының функциясы болып табылады және X пен Y өткізгіштіктерінің физикалық табиғатына тәуелді. Ол терможұптың нобайынан, сағат тіліне қарсы айналып өту кезінде, келесі өрнекпен сипаттауға болады:

$$E_{xy}(t_0, t) = e_{xy}(t) + e_{yx}(t_0) \quad (10)$$

мұндағы: $E_{xy}(t_0, t)$ – терможұптың жалпы термо э.қ.к.; $e_{xy}(t)$, $e_{yx}(t_0)$ – Томсон мен Зеебек эффектілерінен шығатын т.э.қ.к.

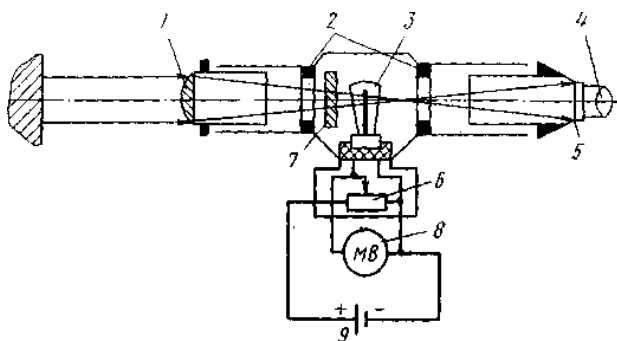
Оптикалық және фотоэлектрлік пирометрлер.

Оптикалық және фотоэлектрлік пирометрлердің жұмыс істеу принципі қыздырылған дененің монохроматикалық сәулеленуінің қарқындылығы мен қыздыру шамының эталонды пирометриялық сәулеленуін салыстыруға негізделген.

Қазіргі кезде ОППИР-017 және «Проминь» типті оптикалық пирометрлерде қарқындылықты салыстыру бақылаушы көзімен жүргізілетін және ФЭП типті фотоэлектрлік пирометрлерде фотоэлементтер көмегімен жүргізілетін аспаптар кеңінен тараған.

Жарықтық температураны анықтау кезінде монохроматикалық сәулеленуді алу үшін, Планк пен Виннің заңдарына сәйкес өткізудің жіңішке спектралдық жолағы бар шынылы жарықсүзгіштер қолданылады. Оған қолданылатын шыны қалыңдығы 2 мм КС-15 типті қызыл шыны болады. Бұл жарықсүзгіш толқын ұзындығы 0,63-0,68 мкм сәулелені өткізеді.

ОППИР-017 типті оптикалық пирометрдің принципиялды сұлбасы 4-суретте келтірілген. Ол объективтен 1, окулярдан 4, қызыл жарықсүзгіштен 5, пирометрлік шамнан 3, көргіш құбыршадан 2, реостаттан 6, жарықсүзгішті қараңғылатқыштан 7, өлшеуіш аспаптан 8 (милливольтметрден) және ток көзінен 9 тұрады.



4-сурет. Оптикалық пирометр ОППИР-017 сұлбасы:

- 1 – объектив; 2 – көргіш құбырша; 3 – пирометрлік шам; 4 – окуляр;
5 – қызыл жарықсүзгіш; 6 – реостат; 7 – қараңғылатқыш;
8 – өлшеуіш аспап; 9 – ток көзі

Объектив пен окулярдың көмегімен объект фонындағы шоқтану жібінің айқын көрінісі алынады. Содан соң, пирометрлік шамдағы ток күшін өзгерте отырып, объектінің сәулеленуі мен шоқтану жібінің қарқындылығының сәйкес келуін жүзеге асырады. Объект фонынан жіп «жоғалған» сияқты болады. Бұл кезде қызыл жарықсүзгіш міндетті түрде көзге түсетіндей болуы керек. Температураны өлшеу градусталған милливольтметр шкаласы бойынша жүргізіледі.

ОППИР-017 пирометрінің, оның модификациясына байланысты, өлшейтін температураларының үш диапазоны болады: бірінші диапазон - 800°C - 2000°C , бұл шек келесі диапазондарға бөлінген 800°C - 1400°C , 1200°C - 2000°C ; екіншісі - 1200°C - 3200°C , мұнда келесі диапазондар шектері бар: 1200°C - 2000°C , 1800°C - 3200°C және үшіншісі - 1500°C - 6000°C келесі диапазондарға бөлінген - 1500°C - 2500°C , 2200°C - 6000°C .

Абсолютті кара дененің температурасын өлшеу кезіндегі негізгі ұйғарынды қателік 1,5% жуық болады. Кіші диапазоннан үлкеніне өту көзге көрінер жерге қараңғылағыш жарықсүзгішті енгізу жолымен жүзеге асады, ол сәулелену энергиясының бір бөлігін жұтады және шоқтану шамының вольфрамды жібінің 1400°C жоғары, қатты қызуын болдырмайды, бұл температурада оның сипаттамаларының өзгеруі жүреді. Температуралардың 1800°C жоғары болған кездегі өлшеуі кезінде қараңғылағыш жарықсүзгіштің орынына объективке үлкен тығыздықты жұтатын сүзгішті арнайы құрылғы қолданылады. ОППИР-017 кернеуі 2-2,6 В тұрақты токтан қоректенеді.

Сәулелену пирометрлері.

Қыздырылған денелерден шығатын жылу ағыны, толқындардың әртүрлі ұзындығында (0,3-тен 10 мкм дейін және одан да аса) элементарлы сәулеленудің (монохроматикалық) жиынтығымен түзіледі. Бұған, адам көзіне көрінетін толқын ұзындықтарының диапазоны 0,4-ден 0,76 мкм дейін және жылулық сәулелену энергиясының ең үлкен үлесі келетін, көрінбейтін инфрақызыл аймақ кіреді. Қыздырылған дененің сәулелену энергиясын өлшей отырып, оның температурасын анықтауға болады.

Барынша толық зерттелген абсолютті жылулық сәулелену кара дененікі, ол толқынның барлық ұзындығы және жартылай сфералық кеңістіктің барлық бағыттары бойынша интегралды (толық) сәулелі арын W° деп аталады. Дене беттігінің бір бірлігінің сәулеленуін df интегралды жартылай сфералық сәулелену немесе сәуле шашу қабілеттілігі деп атайды: $E^\circ = dW^\circ/df$. Онда сәулелі ағын $W^\circ = \int E^\circ df$ интегралына тең болады. Егер сәулелену беттіктің (E°) барлық нүктесінде бірдей болса, онда $W^\circ = E^\circ f$.

Толқынның ұзындығының λ -дан $\lambda+d\lambda$ дейінгі интервалына келтірілген сәулелену ағыны монохроматикалық (біртекті) сәулелену арыны W_λ деп аталады. Соған сәйкес монохроматикалық сәулелену тығыздығы толқынның тар интервалында $E_\lambda^\circ = dW_\lambda^\circ/df$ тең. Монохроматикалық сәулелену тығыздығының dE_λ° толқын ұзындығының интервалы шамасына $d\lambda$ қатынасы сәулеленудің монохроматиялық немесе спектралдық қарқындылығы $J_\lambda^\circ = dE_\lambda^\circ/d\lambda$ деп аталады.

Сәулелену қарқындылығының (J_λ) температураға тәуелділігі, Планк теңдеуімен сипатталады:

$$J_{\lambda^0} = C_1 \lambda^{-5} (e^{c^2/\lambda T} - 1)^{-1} \quad (11)$$

мұндағы: λ – толқын ұзындығы, м; T – температура, К;

$C_1=0,374 \times 10^{-15} \text{ Вт/м}^2$; $C_2 = 1,438 \times 10^{-2} \text{ мК}$ – Планк тұрақтылары.

Қарапайым түрде бұл тәуелділікті Вин теңдеуімен өрнектеуге болады:

$$J_{\lambda^0} = C_1 \lambda^{-5} e^{c^2/\lambda T} \quad (12)$$

Егер Планк теңдеуін λ бойынша дифференциалдап, бірінші туындыны нөлге теңестірсек, онда сәулеленудің қарқындылығының максимумы келесі мәнге сәйкес болатынын көреміз:

$$\lambda_{\max} T = 2,898 \times 10^{-3} \text{ мК} \quad (13)$$

Бұл теңдеу Виннің ығысу заңы деп аталады.

Толқынның барлық ұзындығы бойынша қарқындылықтың интегралы, сәулеленудің толық қуаты E° деп аталатын, интегралды жартылай сфералы сәулелену тығыздығын береді (Стефан–Больцман заңы):

$$E^\circ = \int_{\lambda=0}^{\lambda=\infty} J_\lambda d\lambda = C_1 \int_{\lambda=0}^{\lambda=\infty} \lambda^{-5} (e^{c_2/\lambda T} - 1) d\lambda \quad (14)$$

(14) теңдеуді интегралдаудан соң келесі түрде жазуға болады:

$$E^\circ = \sigma T^4 \quad (15)$$

немесе:

$$E^\circ = \sigma T^4 C_0 (T / 100)^4 \quad (16)$$

мұндағы: $C_0 - 5,67 \text{ Вт} \cdot \text{м}^{-2} \text{К}^{-4}$ – абсолютті қара дененің сәулелену коэффициенті; σ – Больцман тұрақтысы; T – абсолюттік температура, К.

Жоғарыда қарастырылған барлық заңдар абсолютті қара дене үшін белгіленген. Тәжірибеде сұр дене деп аталатын нақты денелердің температуралары өлшенеді, олардың толқынның барлық ұзындығындағы сәулеленуі абсолютті қара дененің сәулеленуінен төмен.

Сұр дененің сәулелену қарқындылығы J_λ мен абсолютті қара дененің сәулелену қарқындылығының J_λ° бірдей температуралар кезіндегі қатынасы қараланудың монохроматикалық дәрежесі ε_λ деп аталады. Осыған ұқсас, сұр дене E мен абсолютті қара дененің E° сәулеленуінің толық қуатының қатынасы қаралану дәрежесі деп аталады.

Қыздырылған денелердің температурасын анықтау үшін келесі әдістерді қолданады:

1. Бөлішекті сәулеленетін оптикалық және фотоэлектрлік пирометрлер көмегімен монохроматикалық сәулеленудің қарқындылығын өлшеу.

Дененің сәулеленуінің толық спектрінен арнайы жарықсүзгіш көмегімен, берілген толқын ұзындығы бар $\lambda + \Delta\lambda$ тар интервал таңдалып алынады. Осы интервалдағы сәулелену

қарқындылығы дененің температурасының мөлшері болады және тікелей эталондық көз қарқындылығымен салыстыру жолымен анықталады.

Бөлшекті сәулелену пирометрлері абсолютті қара дененің сәулеленуі бойынша градустеледі. Дегенмен нақты денелердің сәулелену қарқындылығы J_λ барлық уақытта абсолютті қара дененікінен төмен болады ($\varepsilon_\lambda < 1$).

Шаманың тұрақсыздығы ε_λ , әсіресе балқыған металдар, балқымалар мен шлактар үшін, бөлшекті сәулелену пирометрлерімен температураны өлшеу кезінде мәнді қателіктердің пайда болуының негізгі себептерінің бірі болып табылады.

Нақты сұр денелердің температураларын, абсолютті қара дененің сәулеленуі бойынша градустелген, бөлшекті сәулелену пирометрлерімен өлшеу кезінде нағыз температура T анықталмайды, ал жарықтық температурасы деп аталатын $T_{жс}$, көрінетін температура анықталады, ол барлық уақытта нағыз температурадан төмен.

Демек, жарықтық температурасы $T_{жс}$, абсолютті қара дененің температурасы болып табылады, оның сәулелену қарқындылығы нағыз температура T кезіндегі нақты денелердің сәулелену қарқындылығына тең болады. Осыны ескере отырып, Вин заңына сәйкес келесі теңдеуді жазуға болады:

$$\varepsilon_\lambda C_1 \lambda^{-5} e^{-c2/\lambda} = C_1 \lambda^{-5} e^{-c2/\lambda T_{жс}} \quad (17)$$

(17) теңдеуді логарифмдеуден соң жарықтық және нақты температуралар арасындағы байланысын келесі түрде көрсетуге болады:

$$1/T_{жс} - 1/T = \lambda / C_2 \ln 1/\varepsilon_\lambda \quad (18)$$

мұндағы: λ – толқын ұзындығы, м; $T_{жс}$ – жарықтық температура, К; ε_λ – қараланудың монохроматикалық дәрежесі.

(18) теңдеуден $T_{жс}$ шамасы бойынша нағыз температура T анықталады, бұл кезде λ мен ε_λ нақты мәндері ескеріледі. λ шамасы түсті фильтр түсімен анықталады. Монохроматикалық қаралану дәрежесі ε_λ белгілі анықтамалар бойынша табылады.

2. *Сәулеленудің толық қуатын радиациялық пирометрлер көмегімен өлшеу – толық сәулелену пирометрлері.*

Толық сәулелену пирометрлерінің градустелуі де абсолютті қара дененің сәулеленуі бойынша жүргізіледі, ал онымен өлшенетін нақты дененің температурасы радиациялық температурасы (T_p) деп аталады. Бұл температура кезінде абсолютті қара дененің сәулеленуінің толық қуаты нақты дененің нағыз температура T кезіндегі сәулеленуінің толық қуатына тең болады немесе Стефан – Больцман заңына сәйкес келесідей түрде жазылады:

$$\sigma T_p^4 = \varepsilon \sigma T^4 \quad (19)$$

мұндағы: σ – Больцман тұрақтысы. T_p – радиациялық температура, К; ε – дененің қаралануы.

(19) теңдеуден нағыз температураны табуға болады:

$$T = T_p^4 \sqrt{1/\varepsilon} \quad (20)$$

Радиациялық температура T_p барлық уақытта нағыз температурадан кем, өйткені қаралану дәрежесі $\varepsilon < 1$. Дененің қаралану дәрежесінің (ε) мәндері анықтамаларда келтіріледі. Радиациялық пирометр энергияны сәулеленудің барлық спектрінде қабылдайтын болғандықтан, оның көрсеткіштеріне ауадағы шаң мен күйе ықпал етеді, сонымен қатар инфрақызыл аймақта сіңіру жолақтары жеткілікті қарқынды болатын, көмірқышқыл газ мен су булары да ықпал етеді. Бөлшекті сәулелену пирометрлерінің көрсеткіштеріне бұл газдар оптикалық мөлдір ретінде ықпал етпейді.

3. *Түсті пирометрлер көмегімен екі толқын ұзындықтары λ_1 және λ_2 кезінде монохроматиялық сәулеленудің қарқындылықтарының қатынасын өлшеу.*

Өлшеудің бұл әдісі Вин заңы бойынша температураның жоғарылауы кезінде спектрде энергияның максимум таралуы барынша қысқа толқындар жағына қарай ығысатынына негізделген. Сәулеленетін энергияның максимумына сәйкес келетін, толқын ұзындығының $\lambda_{\max}$ температураға тәуелділігі

Виннің ығысу заңымен анықталады. Толқын ұзындықтары λ_1 және λ_2 спектрдің қызыл және көк немесе қызыл және жасыл аймақтарында таңдалады.

Осындай жолмен өлшенген температура, түсті температура T_m деп аталады. Ол Вин теңдеуінен жеңіл табылатын, нағыз температурамен байланысты қатынас арқылы анықталады:

$$1/T - 1/T_u = (\ln \varepsilon_{\lambda_1} / \varepsilon_{\lambda_2}) / C_2 (1/\lambda_2 - 1/\lambda_1) \quad (21)$$

мұндағы: ε_{λ_1} және $\varepsilon_{\lambda_2} - \lambda_1$ және λ_2 толқын ұзындықтары үшін дененің қаралығының монохроматикалық дәрежелері.

(21) өрнектен денелердің қаралануының монохроматикалық дәрежесі толқын ұзындығына тәуелді болмайтынын және нақты денелер үшін T_u және T температуралары бір-бірімен сәйкес келетіндігін көруге болады.

Қыздырылған денелердің жылулық сәулеленуі бойынша температурасын жанамасыз өлшеудің әртүрлі әдістерін салыстыра отырып, келесі қорытындыларды жасауға болады:

➤ жарықтық және радиациялық өлшеулерге негізделген әдістер жалпы кемшіліктерге ие, ол нақты денелердің қаралануы дәрежесі бірден едәуір айырмашылықта болған кезде үлкен қателіктердің пайда болу мүмкіндігімен байланысты;

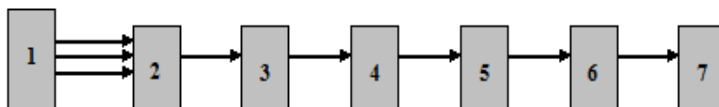
➤ температураларды түсті пирометрлермен өлшеу кезінде қате минимумға дейін төмендейді, өйткені қараланудың монохроматикалық дәрежелерінің қатынасы толқындардың әртүрлі ұзындықтарында сәулелену көзінің күйіне аз тәуелді болады.

Түсті пирометрлер.

Түсті пирометрлерде алдын ала таңдалған толқынның екі ұзындығы үшін λ_1 және λ_2 , қыздырылған дененің сәулелену қарқындылығының қатынасы анықталады. Бұл қатынас әрбір температура үшін әртүрлі және оның өлшенуі үшін қолданыла алады. Көптеген жағдайларда нақты физикалық денелерде қараланудың монохроматикалық дәрежесінің мәні ε_λ , тәжірибе жүзінде толқынның барлық ұзындығы үшін бірдей және $J=f(\lambda)$

қисығы әртүрлі температураларда абсолютті қара дене үшін осындай қисықтарға ұқсаған, сондықтан сәулеленудің толық болмауына түзетулер талап етілмейді, бұл түсті пирометрдің басты артықшылығы.

Көптеген автоматты түсті пирометрлерде спектрдің екі бөлімшесіндегі, қызыл және көк, сәулелену қарқындылығының қатынасының логарифмі өлшенеді. Түсті пирометрдің блок-сұлбасы 5-суретте көрсетілген.



5-сурет. Түсті пирометрдің блок-сұлбасы:

1 – қыздырылған дене; 2 – фотоэлемент; 3 – электронды күшейткіш;
4 – өлшеуші сұлба; 5 – коммутатор; 6 – сүзгіш;
7 – автоматты электронды потенциометр

Қыздырылған денеден 1 сәулелену оптикалық жүйенің көмегімен фотоэлементке 2 бағытталады. Объектив фокусінде диск түріндегі обтюратор орнатылған, ол қозғалтқышпен синхронды түрде жиілігі 5 Гц айналады. Дисктің екі саңылауы бар, оларда қызыл және көк жарықсүзгіштер орналастырылған. Обтюратордың айналуы кезінде фотоэлементке кезекпе-кезек толқын ұзындығының тиімді біресе қызыл біресе көк сәулесі түседі. Сіңіру шынысы, обтюраторда орналастырылған, берілген шектерде фотоэлементтің жарықтану шамасын қамтамасыздандырады.

Жарықтық импульстар ықпалымен фотоэлементтің күшті резисторында кернеу импульстары пайда болады, олар спектрдің қызыл және көк бөлімшелеріндегі сәулелену қарқындылығына пропорционал. Бұл импульстар электронды күшейткішпен 3 күшейтіледі.

Күшейткіштен шығарда электр сигналдары, экспоненциалдық импульстарды қалыптастыруға және спектрдің қызыл және көк бөлімшелеріндегі сәулелену

қарқындылықтарының қатынастарының логарифмдерін өлшеуге арналған электронды құрылғысы бар, өлшеуші сұлбаға 4 түседі.

Обтюратормен синхронды жұмыс істейтін, коммутатор 5 көмегімен, қызыл және көк жарықсүзгіш арқылы сәулелену қарқындылықтарына сәйкес тікбұрышты импульстер, қарсы фазада сүзгішке 6 беріледі. Токтың тұрақты құрамдасы, оның шығысында импульстер айырмасымен анықталатын, автоматты электронды потенциометрмен 7 өлшенеді. Пирометр көрсеткіші сызықты түрде қыздырылған дененің түсті температурасының кері мәнімен байланысты.

Осылай, түсті пирометр көрінетін спектрдің екі толқын ұзындығы үшін монохроматикалық қарқындылықтың қатынасы бойынша түсті температураны өлшейді.

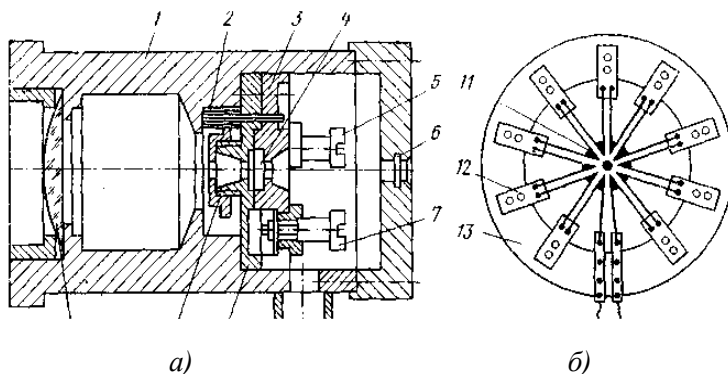
Радиациялық пирометрлер.

Радиациялық пирометрлер қыздырылған дененің температурасын интегралды сәулелену бойынша толқынның барлық ұзындығында 0-ден шексіздікке дейін өлшейді.

Радиациялық пирометрдің сезімталды элементі ретінде термобатарея қолданылады. Жылу ағыны термобатареялардың терможұптың жұмысшы қосылықтарына бағытталады, ол жерде қыздыру дәрежесі бойынша сәуле шашқыштың температурасын анықтайды.

Қыздырылған денеден термобатареяға сәулелерді шоғырландыру үшін рефракторлы пирометрлерде жинаушы линзаны – объективті, ал рефлекторлы да – иілген айнаны қолданады. Металлургияда кеңінен қолданылатыны рефракторлы типті радиациялық пирометрлер. Рефлекторлық пирометрлер температураның 20-дан 300°C дейінгі интервалында, сәулелену энергиясының максимумы ұзын толқындар жағына ығысқанда, температураны жанамасыз өлшеуде қолданылады.

6-суретте 400-2500°C шектердегі температураларды өлшеуге арналған ТЕРА – 50 телескопының сұлбасы көрсетілген.



6-сурет. Радиациялық пирометр РАПИР телескопы:

- а) – телескоп құрылысы; б) – пирометрдің термобатареясы:
 1 – корпус; 2 – тісті барабан; 3 – орауыш; 4 – термобатарея;
 5 – телескоп; 6 – окуляр; 7 – қысқыштар; 8 – конус тәріздес камера;
 9 – диафрагма; 10 – объектив линзасы; 11 – терможұп;
 12 – металдық пластиналар; 13 – слюдалы жолақша

Алюминийден жасалған корпусында 1 объектив линзасы 10, қорғаушы шынылы окуляр 6, термобатарея 4, диафрагма 9, мыс немесе никель орауышы 3 орналасқан. Жылу ағыныобъектив линзасы және диафрагма 9 арқылы конус тәріздес камераға 8 түседі, ол жерде шағылған сәулелер сіңіріледі, оның ортасында жұлдық түрдегі термобатарея 4 орналастырылған, ол бірізді байланыстырылған хромель-копелді немесе нихром-константан терможұптарынан тұрады (6 б-сурет).

Жұмысшы терможұптар 11 үшбұрышты пішіндегі пластиналардан дайындалған слюдалы жолақшаға жабыстырылған. Терможұптардың суық жағы металдық пластиналарға 12 пісіріп жапсырылған. Суық аймақтағы температуралар телескоптың сыртының температурасына тең. Жылу ағыны ықпалынан термобатареяның ыстық қосарлықтары қызады, осының салдарынан пайда болатын т.э.к.к. өлшеуші аспапқа жетеді, ол телескопқа қысқыштар 5 және 7 арқылы қосылған (6 а-сурет). Пирометрдің сезімталдығы тісті барабан 2 көмегімен диафрагманың 9 орын ауыстыруымен реттеледі.

Термобатареямен үдетілетін т.э.қ.к. бұл жағдайда корпус (сырты) температурасына тәуелді, ол (корпус) өлшеу процесінде 100°C дейін, ал кейбір жағдайларда 200°C дейін қызады. Демек, Е термобатареясының т.э.қ.к. тәуелділігінен тізбекте ток жүреді:

$$I = E / (R_T + R_K) \quad (22)$$

мұндағы: R_T және R_K – термобатарея мен компенсациялық катушканың кедергілері.

Тізбектегі ток I орауыштағы потенциалдардың айырмасын құрайды, онда:

$$U = IR_K = E / (1 + R_T / R_K) \quad (23)$$

мұндағы: U – тізбектің кернеуі, B ; E – термоэлектр қозғаушы күш (т.э.қ.к.)

Телескоп корпусының температурасының жоғарылауы кезінде т.э.қ.к. (E) төмендейді, ал R_K жоғарылайды. Егер кедергі R_K , E өзгерісі $(1 + R_T/R_K)$ бөлімінің өзгерісіне тең болатындай етіп таңдалған болса, онда телескоп корпусының 100°C дейін қыздырылуы өлшегіш аспаптың көрсеткішіне ықпал етпейді. Осының арқасында компенсациялық сымды тартудың қажеті болмайды. Егер телескоп корпусының температурасы 100°C асып кетсе, оны сумен суытқыш көйлекке орналастырады, ол «Рапир» пирометрінің кешенінде қарастырылған [4,5].

2.3. Деңгейді бақылауға және өлшеуге арналған аспаптар

Көрсеткіш шыны мен қалытқылы деңгей өлшегіштер

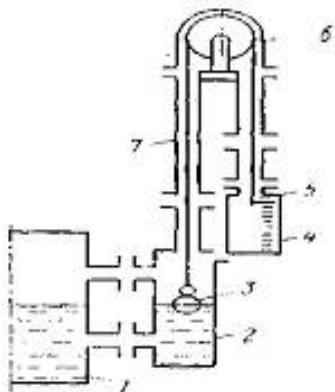
Өндірістік агрегаттардағы материалдар деңгейін бақылау және автоматты реттеу технологиялық процестердегі материал ағымдарын басқаруға және өнімдердің саны мен шығынын есептеуге мүмкіндік береді.

Сұйықтар деңгейін өлшеуге арналған ең қарапайым аспап – ол көрсеткішті шыны мен қалытқылы деңгей өлшеуіш. Көрсетуші шыны байланыстырылған ыдыстар принципінде жұмыс істейді. Көрсетуші шыныдағы сұйық деңгейінің жағдайы бойынша оның өлшеу объектісіндегі деңгейінің өзгеруі

анықталады. Көрсетуші шыны 3 МПа дейінгі қысымға және 300°C-ға дейінгі температураға есептелінген.

Қалытқылы деңгей өлшеуіштер сұйық деңгейін өлшеуге қолданылады. Сезімтал элемент ретінде, деңгейдің өзгерісімен бірге тік бойлықта қозғалатын қалытқы қызмет атқарады. Оның тартқыштар немесе арқандар жүйесі көмегімен орын ауыстыруы деңгейді өлшеу мен жазу үшін қосалқы аспапқа беріледі.

Тұйықталған ыдыстағы қысымды сұйықтың деңгейін өлшеуге арналған қалытқылы деңгей өлшеуіштің сұлбасы 7-суретте көрсетілген.

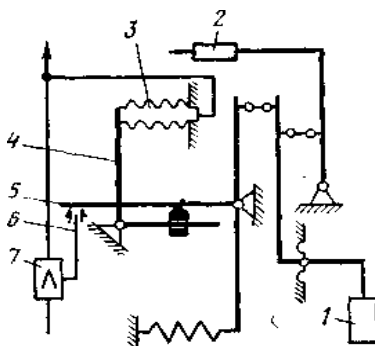


7- сурет. Тұйықталған ыдыстар үшін қалытқылы деңгей өлшеуіш:
1 – өлшеу нысанасы; 2 – қосалқы ыдыс; 3- қалытқы; 4 – шыны ыдысы; 5 – көрсеткіш; 6 – аунақша; 7 - құбырша

Қалытқы 3 өлшеу нысанасы 1 байланысқан қосалқы ыдысындағы 2 сұйық бетінде жүзеді. Құбырша 7 көмегімен қалытқы шыны ыдыспен 4 байланысқан, онда аунақша 6 арқылы тасталған арқанға бекітілген көрсеткіш 5 қозғалады. Көрсеткішті шыны құбырша газбен толтырылған. Шыны құбыршада белгіленген шкаладағы көрсеткіш жағдайы бойынша сұйық деңгейін анықтайды.

8-суретте УБ-П типті бұйралы пневматикалық деңгей өлшеуіштің сұлбасы келтірілген, ол 0,02–0,1 МПа стандартты пневматикалық сигналдан жұмыс істейтін екіншілікті аспаптармен кешенді қолданылады.

Пневматикалық деңгей өлшеуіштің сезімтал элементі – буйка. Ол – ауыспалы бататын цилиндрлік қалытқы. Буйканың бастапқы массасы жүкпен 2 теңестіріледі. Деңгей өлшеуіштің әрекеттену принципі пневматикалық күштік компенсацияға негізделген. Сұйық деңгейінің өзгерісі буйкамен пропорционал күшке түрленеді, ол кері байланыс сиффонындағы 3 қуаттың пневмокүшімен ауаның шығатын қысымының күшімен автоматты түрде теңеседі. Пневмокүшті түрлендіргішке өлшеуші блок әсер ететін күш, берілісті механизмнің 4 тұтқалық жүйесінің қозғалысын тудыратын кезең тудырады. Сопло 7 – ысырма жүйесі 5 кері байланыс сиффонына пневмокүшейткіштен 6 түсетін қысымды басқарады. УБ-П сериялы аспаптар деңгейді өлшеудің 0,02-ден 16 м дейінгі жоғарғы шектерінде, 1,0 және 1,5 дәлдік класты шығарылады.



8- сурет. УБ-П типті буйкалы деңгей өлшеуіштің сұлбасы:

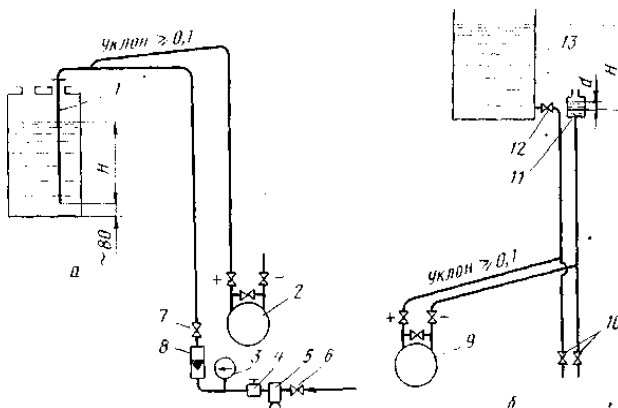
1 – буйка; 2 – жүк; 3 – сиффон; 4 – берілісті механизм;
5 – ысырма жүйесі; 6 – пневмокүшейткіш; 7 – сопло

Пневмотрасса бойынша шығатын сигналдың берілуінің шекті қашықтығы 300 м тең.

Гидростатикалық деңгей өлшеуіштері.

Гидростатикалық деңгей өлшеуіштері ауамен немесе газбен (пъезометриялық деңгей өлшеуіш) үздіксіз үрлеумен және сұйық бағанасының тікелей өлшенуімен дайындалады.

Пъезометриялық деңгей өлшеуіштерінің сұлбасы 9- суретте көрсетілген.



9 -сурет. Өртүрлі гидростатикалық деңгей өлшеуіштерінің сұлбасы:
 1, 13 – құбырлар; 2, 3, 9, 11 – манометрлер; 4 – қысым жетегі;
 5 – сүзгі; 6, 7, 10, 12 – шұралар; 8 – ротаметр

Бұл аспаптарда деңгейді өлшеудің мәтіні – сұйық бағанасымен туатын биіктікті (H) анықтау арқылы, төменде көрсетілген өрнекті қолдана отырып, қысымды (P) есептеу:

$$P = H\rho g \quad (24)$$

мұндағы: ρ – сұйық тығыздығы, $\text{кг}/\text{м}^3$; g – еркін түсу үдеуі, $9,8 \text{ м}/\text{с}^2$.

Манометрмен өлшенетін гидростатикалық қысым (P) деңгеймен келесі қатынас арқылы байланысты:

$$P = H / \rho g \quad (25)$$

Барлық дифференциалдық манометрлер аз көлемді болатындықтан, теңестіруші ыдыстағы сұйықтың көтерілу биіктігі $d = 0$ есептеуге болады және қысым құламасы (ΔP) өлшенетін сұйықтың бағанасы биіктігімен (H) орын ауыстыра алады, яғни:

$$\Delta P = H\rho g \quad (26)$$

немесе:

$$H = \Delta P / \rho g \quad (27)$$

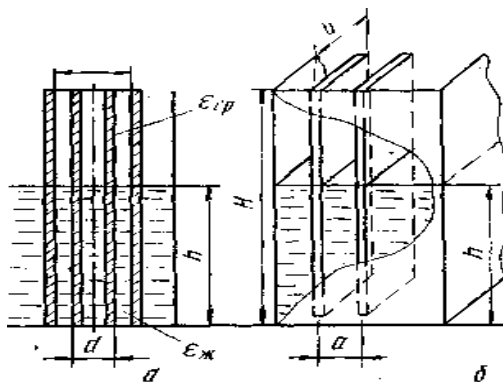
мұндағы: ρ – резервуардағы сұйықтың тығыздығы, $\text{кг}/\text{м}^3$.

Электрлік деңгей өлшеуіштер

Бұл аспаптарда сұйық деңгейі электрлік сигналға түрленеді. Электрлік деңгей өлшеуіштер сыйымдылықты және омдық болып бөлінеді.

Сыйымдылықты деңгей өлшеуіштердің әрекеті тұздардың, қышқылдардың және сілтілердің сулы ерітінділерінің диэлектрлік өтімділігінің ауаның диэлектрлік өтімділігінен айырмашылығына негізделген. Бұл аспаптарда сезімталды элемент болып, сыйымдылығы сұйық деңгейіне тәуелді болатын конденсатор табылады. Бұл кезде сезімталды элементтің ерітіндімен толтырылу дәрежесі өзгереді немесе бір немесе екі электродтардың бату тереңдігі өзгереді. Сыйымдылықты деңгей өлшеуіштер цилиндрлік және жалпақ болып бөлінеді.

Цилиндрлік сыйымдылықты деңгей өлшеуіш (10 а-сурет) – екі коксиалды орналасқан құбырдан тұрады, ал жалпақ (10 б-сурет) – екі немесе бірнеше параллель пластиналардан тұрады, олардың арасында деңгейі h -қа тең сұйық жайғасады.



10- сурет. Сыйымдылықты деңгей өлшеуіштер сұлбасы

Сигнал беру үшін және электр өткізгіш сұйықтар деңгейін берілген шекте ұстау үшін қолданылатын омдық деңгей өлшеуіштердің әрекеттену принципі осы сұйыққа орналастырылған электродтар арасындағы кедергілердің өзгерісіне негізделген. Және де сұйықтың деңгейіне тәуелді

электродтар мен ыдыс қабырғасының арасындағы кедергі немесе екі электрод арасындағы кедергі өлшенеді.

Мұндай деңгей өлшеуіштер өткізгіштігі 2×10^{-3} См жоғары сұйықтар үшін қолданыла алады. Аспап құрамына электродтар мен деңгейі бақыланатын сұйық арасындағы тізбекке енетін электрмагнитті реле кіреді.

Ультрадыбысты деңгей өлшеуіштері.

Бұл аспаптардың әрекеттену принципі сұйық – газ (ауа) бөліну шекарасындағы ультрадыбысты толқындардың шағылуына немесе сигналдық саңылаудағы онда орналасқан ортаға – бақыланатын сұйық немесе ауа- ультрадыбыстың өту коэффициентіне тәуелділігіне негізделген.

«Эхо» типті ультрадыбысты деңгей өлшеуіш, толқындар шағылуына жұмыс істейді, пьезоэлектрлік сәулелендіргіш- қабылдағыштан, импульсті генератордан, электронды күшейткіштен, уақыт өлшегіштен және екіншілікті аспаптан тұрады. Генератордың электрлік импульстері ультрадыбыстың ыдыс түбінде орналасқан пьезоэлектрлік сәулелендіргішпен түрленеді. Сұйық–газ бөліну шекарасынан шағылған ультрадыбысты толқындар, қабылдағыш ретінде қолданылатын, сәулелендіргішке қайта келеді және электрлік импульсқа түрленеді.

Сусымалы материалдарға арналған деңгей өлшеуіштер.

Шанаптардағы сусымалы материалдардың деңгейін өлшеу кезінде келесідей ерекшеліктерді ескеру қажет: бөлшектердің үйкелісі мен тістесуі салдарынан туатын табиғи ойпаттық бұрышының болуын; материалдың қатталуын; бөлшектердің қабырғаға жабысуын; сыйымдылықтағы сусымалы заттың оның ылғалдығына және т.б. массасының тәуелділігі. Бұл ерекшеліктер-мен шартталатын талаптарға қалытқылы, салмақты, электрлік сыйымдылықты және радиоизотопты деңгей өлшеуіштер сәйкес келе алады.

Сусымалы материалдардың деңгейін үздіксіз өлшеу үшін көбінесе, әрекеттену принциптері жоғарыда айтылып кеткен, сыйымдылықты деңгей өлшеуіштер қолданылады. Сезімталды элемент ретінде стерженьді электрод қызмет атқарады [6,7].

2.4. Металлургия балқымаларының тұтқырлығын өлшеу әдістері

Сұйықтардың ең маңызды физикалық қасиеті болып, оның ішінде балқытылған металдың, қождың және штейндердің, олардың тұтқырлығы немесе аққыштығы табылады. Сұйықтың тұтқырлығы оның құрылымымен байланысты және бөлшектер аралық өзара әрекеттесумен анықталады, сондықтан оны зерттеу, басқа да физика-химиялық қасиеттермен қатар, металдық және қождық балқымалардың құрылысын, табиғаты мен балқымадағы компоненттер аралық өзара әрекеттесу күштерін, сонымен қатар қатты мен сұйық күйдің арасындағы байланысты бағалауға мүмкіндік береді.

Шлактар мен сұйықтардың тұтқырлығы көп жағдайда әртүрлі физика-химиялық процестердің, әсіресе балқымадағы диффузиялық құбылыстардың жылдамдығын анықтайды. Бірқатар жағдайларда қождың тұтқырлығы металлургиялық агрегаттардың дұрыс жұмысын анықтайды, атап айтқанда, келесідей құбылыстарды шарттайды: температуралардың таралуы, шахталық типті пештердегі шикіқұрамдық материалдардың қозғалысын, қождың отқа төзімділермен өзара әрекеттесуін, шығару кезінде қожбен металдың жоғалуын және тағы басқаларды. Тұтқырлықтың мәніне алынатын металдың тазалығы тәуелді болады: газ мен металдық емес қосылыстардың аласталу жылдамдығы балқыманың тұтқырлығына кері пропорционал. Металдың тұтқырлығы құю режимін таңдауға ықпал етеді, кесектің қалыптасу жағдайын анықтайды, қалыптардың толуына әсер етеді. Сұйық металдың тұтқырлығы мен оның кристалдану процесінің арасында байланыс бар, демек, қатты металл қасиеттерімен де.

Тұтқырлық туралы мәліметтер, сұйық металды айдау және тасымалдау үшін қызмет ететін құрылғыларды есептеуге, металл жылутасығышты жылуалмастырғыштарды есептеуге қажет. Сұйықтың тұтқырлығының сипаттамасы ретінде тұтқырлық коэффициенті η қабылданған, ол **динамикалық тұтқырлық** деп аталады. Бұл коэффициенттің мәні, сұйықтың табиғатына тәуелді, бір-біріне әртүрлі салыстырмалы жылдамдықта қозғалатын сығылмайтын сұйықтың екі

кабатының арасында пайда болатын ішкі үйкеліс күшінің өзгеру заңдылығынан шығарып анықтауға болады. Осындай сұйықтың қалыптасқан ағыны үшін келесі теңдеу қолданбалы:

$$F = \eta S dv / dx \quad (28)$$

мұндағы: F – екі қозғалушы қабаттың өзара әрекеттесу күші, H ;

S – қабаттардың жанасу ауданы, m^2 ;

dv/dx – ағын бағытына нормалмен сұйық қабаттарының жылдамдық градиенті, c^{-1} .

СИ жүйесінде динамикалық тұтқырлық коэффициентінің η өлшем бірлігі ретінде Па с қабылданған. Динамикалық тұтқырлық коэффициенті қалыптасқан ағынның импульсінің бір жерден екіншісіне берілу жылдамдығын анықтайды. Жылдамдық массаға бөлінген импульске тең болғандықтан, ағынның жылдамдығын теңестіру тездігі келесі қатынаспен анықталады η/d (d – тығыздық, яғни сұйық көлемінің бірлігінің массасы).

Төменде өрнектелген шаманы:

$$\nu = \eta / d \quad (29)$$

кинематикалық тұтқырлық коэффициенті деп атайды. СИ жүйесінде кинематикалық тұтқырлықтың өлшем бірлігі - m^2/c .

Сұйық металдар тұтқырлығы мен Д.И.Менделеевтің элементтердің периодтық жүйесіндегі олардың жағдайы арасында байланыс бар. Металдардың тұтқырлығы атомдық нөмірдің периодтық функциясы болып табылады: өтпелі металдар тұтқырлықтың жоғары мәніне ие, ал сілтілілер – төменгі мәніне. Сұйықтардың тұтқырлығы температураның жоғарылауымен заңдылықты төмендейді. Тұтқырлықтың температуралық тәуелділігі сұйықтардағы тұтқырлы ағыстың механизмінің теориясынан шығады, мұны бірқатар зерттеушілер ұсынады.

Тұтқырлықты өлшеу әдістерінің жалпы сипаттамасы. Сұйықтардың тұтқырлығын өлшеу әдістері, оның ішінде металлургиялық балқымалардың, тұтқырлықпен функционалды байланысты әртүрлі параметрлерді өлшеу процесінде тіркеуге

негізделген. Бұл эксперименттік анықталатын параметрлер мен динамикалық және кинематикалық тұтқырлық арасындағы байланыс әдістердің математикалық теорияларына негізделеді. Әдістердің теориясын құру кезінде сұйықпен жалғасатын сұйықтың немесе денелердің қозғалысы өтетін жүйені қарастырудан бастайды. Есептеу теңдеулерін әзірлеуде келесі ережелерді қабылдайды:

1) сұйық – қатты дене жанасу бетінде сырғанау толығымен болмайды, яғни толық сулану орын алады;

2) сұйықтың қозғалысы Навье-Стокстың сығылмайтын сұйыққа арналған теңдеуімен жеткілікті дәрежедегі дәлдікпен сипатталады;

3) жүйе қалыптасқан, сұйықтың немесе қатты дененің сұйықта ретті қозғалысында қарастырылады.

Бірінші шарт тұтқырлықты өлшеудің барлық әдістерінің негізінде жатыр, сондықтан есептеулерде сұйық – қатты дене шекарасындағы қозғалыстың салыстырмалы жылдамдығын нөлге тең деп қабылдайды. Бұл шарт қатты дененің сұйықпен сулану дәрежесіне тәуелсіз орындалады және сулану болмаған жағдайдың өзінде қатты денеге қатысты сұйықтың сырғанауы болмайды деп болжанады.

Екінші шарт қозғалыс кезінде тығыздығы өзгермейтін сұйықтарға қатысты, яғни сығылмайтын сұйықтарға. Бұл сұйықтардың тұтқырлық қасиеттері ығыспалы динамикалық тұтқырлық коэффициентімен барынша толық сипатталады.

Үшінші шартта вискозиметрияда жалпы қабылданған шарт болып табылады, ол эксперименттік тұрғыдан қатаң сақталуды талап етеді. Есептеулерде тек қана өлшенетін параметрлер мәндері алынуы керек, олар сұйықпен жүретін, сұйық немесе жүйе қозғалысының орныққан режиміне сәйкес болуы қажет.

Бірқатар әдістер сәйкес теңдеулер бойынша тікелей есептеу жолымен өлшенетін параметрлер негізінде сұйықтың динамикалық немесе кинематикалық тұтқырлықтарын анықтауға мүмкіндік береді. Кейбір әдістерде өлшеу процесіндегі математикалық теорияның күрделілігі немесе қосалқы құбылыстармен байланысты, әртүрлі түзетулердің қиындығы салдарынан, тұтқырлықты оны бақыланатын параметрлермен байланыстыратын градуустел-ген қисықтар

бойынша анықтайды. Сұйық металдармен және шлактармен жұмыс істеу кезінде жоғары температураның қажеттілігінен, және де балқымалардың өлшеу процесінде жанасатын отқа төзімді материалдарға және қондырғы атмосферасына қатынасы бойынша активтілігінің жоғарылығынан, вискозиметр құрылысына ерекше талаптар қойылады және бірқатар жағдайларда өлшеу процесі қиындайды. Осыған қарамастан қазіргі кезде температуралардың мәнді интервалдарында сұйық металдар мен шлактардың тұтқырлығын өлшеу үшін табысты қолданылатын бірқатар қондырғылар әзірленген, оларда қажет болған жағдайда вакуумды, бейтараптылықты немесе бақыланатын атмосфераны қолдануға болады. Кейбір әдістерді көбінесе әлсізтұтқырлы балқымалардың тұтқырлығын анықтау үшін қолданады, сұйық металдарда осы қатарға жатады. Басқа әдістерді вискозиметрияда күшті тұтқырлы қождық балқымаларда қолданады.

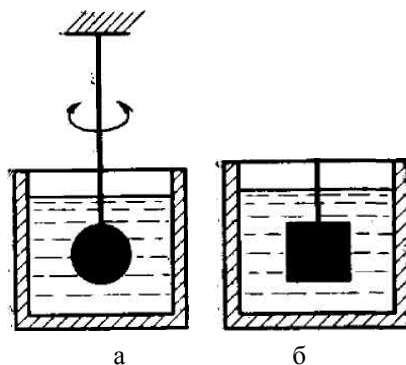
Қабылданған сыныптамаға сәйкес тұтқырлықты өлшеу әдістері екі негізгі топқа бөлінеді: қалыптасқан және қалыптаспаған. Бірінші топқа капиллярлық ағып өту, құлама шарик, айналмалы цилиндрлер және дірілді әдістер жатады. Екінші топқа зерттелетін сұйықпен жүретін, жүйенің айналмалы тербелісін бақылауларға негізделген әдістер және айнарудың параболоиды әдісі жатады.

Тұтқырлықты өлшеудің қалыптаспаған әдістері.

Тұтқырлықты өлшеудің қалыптаспаған әдістеріне **айналмалы тербеліс және айналу параболоиды** жатады.

Айналмалы тербеліс әдісі зерттелетін сұйықпен жүретін жүйенің айналмалы тербелісін уақыт бойында тіркеуге негізделген.

Айналу параболоиды әдісінде айналымдағы цилиндрлік ыдысқа орналасқан сұйықтың параболалық беттігінің орнығу ұзақтығы тіркеледі. Айналмалы тербеліс әдісімен тұтқырлықты анықтау келесі айналу тербелісінің өшу дәрежесі бойынша жүзеге аса алады: 1) серпімді жіпке ілінген және сұйыққа батырылған (сыртқы гидродинамикалық есеп) шардың немесе цилиндрдің (11-сурет); 2) серпімді жіпке ілінген және сұйықпен толтырылған сфералық қауыз немесе цилиндр типті тигельді (ішкі гидродинамикалық есеп).



11-сурет. Сұйыққа батырылған шардың (а) немесе цилиндрдің (б) айналу тербелісі әдісіне негізделген вискозиметрдің сұлбасы

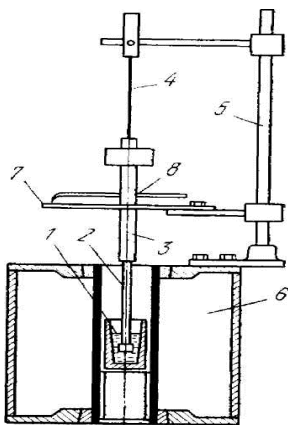
Айналушы жүйе мен зерттелетін сұйықтың тығыздығының бақыланатын параметрлері арасындағы байланыс әдістердің математикалық теорияларына негізделген. Сыртқы гидродинамикалық есептің шешуін сұйыққа батырылған шардың айналмалы тербелісіне қолдану күрделі есептеу теңдеуіне әкеледі, ол ілмелі жүйенің (инерция моменті, шар радиусы, өшудің логарифмдік декременті, шардың ауадағы және сұйықтағы тербелу кезеңі) тұтқырлықпен және тығыздықпен арадағы параметрлерді байланыстырады. Математикалық өңделуінің күрделілігіне қарамастан бұл әдіс балқыған металдардың тұтқырлығын өлшеуде қолданылды. Дегенмен алынған нәтижелер басқа барынша жетілдірілген әдістермен өлшеу кезінде мақұлданбады. Бұл балқымалардың беттік керілісінің өлшеу нәтижелеріне ықпалының ескерілмегендігімен байланысты.

Цилиндрдің қарапайым айналу тербелісіне негізделген және шлақтың тұтқырлығын өлшеуге арналған құрылғының сұлбасы 12-суретте кескінделген.

Зерттелетін шлақ салынған тигельге 1 графиттен немесе молибденнен жасалған цилиндр орналастырылып, 2 және 3 өзектеріне бекітіледі. Өзектер серпімді жіпке 4 ілінген. Жіптің жоғарғы ұшы қозғалыссыз тірек штативке 5 бекітілген. Серпімді жіп ретінде диаметрі 0,2 – 0,4 мм суық тартылған вольфрам

немесе нихром сымы қолданылады. Шлактың қыздырылуы және балкуы кедергі пешінің 6 көмегімен жүргізіледі. Шлактың температурасы терможұппен өлшенеді, оның қабы тигельдің түбіне орналастырылады.

Ілмелі жүйе тыныштық күйден жіпті белгілі бір бұрышқа айналдыру (кәдімгі жағдайда 180°) жолымен шығарылады. Айналдыратын күштен босаған соң жүйе сөнуге бағытталған айналмалы тербеліске түседі. Бұрау бұрышын өлшеу үшін өзекке 3 бекітілген қозғалмалы шкала 7 және тіл 8 қызмет етеді. Шкала 7 штативпен байланысты және оны тік бойлықта қозғалтуға болады.



12-сурет. Шлакка батырылған цилиндрдің айналу тербелісі әдісіне негізделген вискозиметрдің сұлбасы:

1 – тигель; 2, 3 – өзектер; 4 – серпімді жіп; 5 – штатив;
6 – кедергі пеші; 7 – қозғалмалы шкала; 8 – тіл

Логарифмдік декрементпен бағаланатын, айналмалы тербелістің өшу дәрежесі, шлақтың тұтқырлығына пропорционал (оның тығыздығын ескермей), яғни:

$$\eta = \delta / k \quad (30)$$

мұндағы: k – аспаптың тұрақтысы; $\delta = 2,3(\lg A_0 - \lg A_n)/n$ (A_0 және A_n – бастапқы және соңғы амплитуда, n – тербеліс саны).

Әдістің теориясы вискозиметрияда қабылданған келесі жалпы ережелерден тұрады:

1. Сұйық пен тигельдің ішкі бетінің арасында сырғанау жоқ.
2. Тигельдің тербелісі қалыптасқан *реттік режим* кезінде қарастырылады. Есептеуде тербеліс нөмірінен алынатын амплитуда логарифмінің тіксызықты тәуелділігін қанағаттандыратын тербелістер алынуы керек. Жалпы жай жағдайда мұндай тәуелділіктер ілмелі жүйенің қозғалысының басталуынан соң бірнеше тербелістен кейін басталады.
3. Тигельдің тербелу амплитудасы төмен және радианның үлесін құрайды.

Тұтқырлықты өлшеудің қалыптасқан әдістері.

Капиллярлық ағып өту әдісі. Әдіс капиллярдағы сұйық қозғалысының заңдылықтарын сипаттайтын белгілі Пуазейль заңына негізделген. Түпкілікті мөлшерлері капилляр арқылы тұтқырлығы η сұйықтың қалыптасқан ағыны үшін гидродинамика теңдеуі келесі түрде болады:

$$Q = \pi R^2 p / 8\eta l, \quad \eta = \pi R^2 p / 8Ql \quad (31)$$

мұндағы: Q – уақыт бірлігінде капилляр арқылы ағып өтетін сұйық мөлшері, m^3/c ; R – капилляр радиусы, m ; l – капилляр ұзындығы, m ; η – тұтқырлық, $Pa \cdot c$; $p = p_1 - p_2$, яғни, капилляр соңындағы қысымдар айырымы, Pa .

Пуазейль теңдеуі сұйық – капилляр қабырғасы шекарасында сырғанау болмаған кездегі сұйықтың ламинарлық ағыны үшін дұрыс. Капиллярдағы сұйық қозғалысының сипаты, яғни ағын ламинарлық па немесе турбуленттік пе, көп жағдайда кинематикалық тұтқырлықпен анықталады. Сұйықтың кинематикалық тұтқырлығы аз болған сайын (бұл сұйық металдар үшін сипатты), төменгі жылдамдықтарда қозғалыстың турбуленттік сипаты пайда болады, демек, (31) теңдеудің дұрыстығы жойылады. (31) теңдеу динамикалық тұтқырлықты анықтауға қолданыла алмайды, өйткені нақты жағдайларда өлшеу кезінде шеткі эффектілерді, сұйық жылдамдығы мен беттік керіліс күшін жеңуге кететін энергия шығынын ескеру талап етіледі. Капиллярлық ағып өту әдісі кезінде, сұйық бір

ыдыстан, қысымдардың айырымының ықпалынан p , белгілі бір көлденең қималы және ұзындықты капилляр арқылы екінші ыдысқа ағып өтеді. Бұл ыдыстардың қималары, капиллярға қарағанда әлдеқайда үлкен болады, сондықтан, сұйықтың ыдыстағы қозғалысының жылдамдығы капиллярдағыға қарағанда ондаған ретке аз болады, және де қысымның барлық мөлшері, сұйықтың тұтқырлы кедергісін жеңуге кетпейді, оның бір бөлігі кинетикалық энергияның біршама мөлшерінің сұйықпен байланысуына жұмсалады. Осыған байланысты (31) теңдеуге кинетикалық энергияға түзетулер (Хагенбах түзетулері) енгізу қажеттігі туады, онда:

$$\eta = (\pi R^2 p / 8 Q l) - (n Q d / 8 \pi l), \quad (32)$$

мұндағы: n – бірге жақын коэффициент; d – тығыздық, $г/см^3$; Q – уақыт бірлігінде капилляр арқылы ағып өтетін сұйық мөлшері, $м^3/с$; R – капилляр радиусы, $м$; l – капилляр ұзындығы, $м$; π – тұрақты коэффициент, 3,14.

Кинематикалық тұтқырлығы $>10^{-6} \text{ м}^2/с$ органикалық сұйықтар тұтқырлығын өлшеу кезінде кинетикалық энергияның түзетуі пайыздың үлесін құрайды. Сұйық металдардың кинематикалық тұтқырлықтарының мәнінің $10^{-7} \text{ м}^2/с$ аздығы салдарынан, кинетикалық энергияның түзетуі 10–15%-ға жетуі мүмкін. Ол тек қана кинематикалық тұтқырлық мәніне тәуелді емес, сонымен қатар, экспериментті жүргізу жағдайына да тәуелді. Кинематикалық энергия түзетуін эксперименттік жолмен орнықтыруға болады, оны қысым айырмаларының әртүрлі мәндері кезінде өлшеу жүргізу арқылы табады. Бұл кезде радиусы R капилляр арқылы белгілі бір сұйық көлемі V ағып өтетін уақыт τ анықталады. Ары қарай төменде берілген теңдеу негізінде

$$\eta = (\pi R^4 / 8 l V) p \tau - (m V / 8 \pi l) (d / \tau) = A(p \tau) - B(d / \tau) \quad (33)$$

p - $1/\tau$ -қа тәуелділігінің графигі тұрғызылады. Осы графиктен алынған тік теңдеуінен A және B коэффициенттерінің мәндері анықталады.

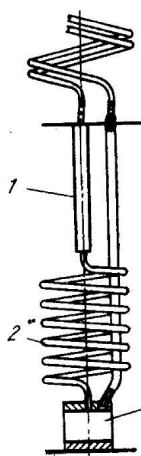
Екінші түзету «аяққы» эффектіні ескереді, ол капиллярдың бастапқы бөлімінің сұйықтың қозғалыс сипатына ықпалын айқындайды. Капиллярдың резервуармен қосылған жерінде, сұйықтың ағып кететін жері, құйынды қозғалыс пен құйындату пайда болуы мүмкін. Бұл эффект капиллярдың нағыз ұзындығының l орнына көрінетін ұзындықты l' енгізу жолымен ескеріледі:

$$l' = l + nR \quad (34)$$

мұндағы: n – коэффициент, ~ 1 -ге тең, оны l -дің әртүрлі мәндері кезіндегі өлшеу негізінде эксперимент арқылы анықтайды.

Салыстырмалы жоғары емес температура жағдайларында ($< 500^\circ\text{C}$) сұйық металдар тұтқырлығын өлшеу кезінде, «Пирекс» қиын балқитын шыныдан жасалған капилляр қолданылады, жоғары температуралар кезінде – кварцтан. Төменгі активті және жеңіл балқитын металдар үшін платинадан жасалған капиллярлар жарамды болады. Капиллярлар мөлшері (ұзындығы мен диаметрі) өлшенетін тұтқырлықтың мәнімен анықталады.

Капиллярлық ағып өтуден тұратын вискозиметрлердің құрылыстары негізінен көлденең, тік және шиыршық типті капиллярлардан орындалады.



13-сурет. Шиыршықты капиллярлы
вискозиметр сұлбасы:
 1 – капилляр; 2 – серпінге

Сұйық ерітінділердің тұтқырлығын үздіксіз анықтаудың *дифференциалдық капиллярлық әдісі* көңіл аудартады. Бұл әдіс ерітінділердің тұтқырлығын анықтау үшін ғана емес, сонымен қатар, тұтқырлық мәнінің негізінде олардың құрамында анықтауда қолданылады. Зерттелетін сұйық төрт капилляр арқылы жаншылады. Көпірдің диагонали бойынша қысымның құламасы кедергінің сынапты манометрімен тіркеледі.

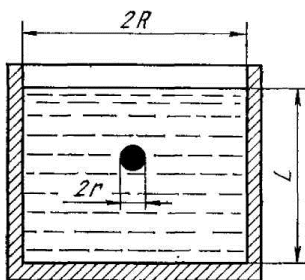
Ағынның ламинарлық режимі кезінде капиллярлар кедергісі ағатын сұйықтың тұтқырлығына пропорционал болады. Демек, егер гидравликалық көпірдің бір капилляры арқылы тұтқырлықтың басқа мәніндегі сұйық ағатын болса, онда бұл көпірдің балансының бұзылуына және оның диагоналінде қысымның құламасының пайда болуына әкеледі.

Құлама шарик әдісі. Әдістің теориясы Стокс заңына негізделген, ол бойынша қатты шариктің шексіз тұтқырлы ортада еркін түсуінің жылдамдығы (14- сурет), келесі теңдеумен сипатталады:

$$v = 2(d - d_{жс})r^2 g / 9\eta \quad (35)$$

мұндағы: v – шариктің бірқалыпты қозғалысының жылдамдығы, $м/с$.; r – шариктің радиусі, $мм$; g – еркін түсу үдеуі, $9,8 м/с^2$; d – шариктің тығыздығы, $г/см^3$; $d_{жс}$ – сұйықтың тығыздығы, $г/см^3$.

(35) теңдеу, құлау жылдамдығы үлкен емес жағдайда және гидродинамика теңдеулерінің сызықсыз мүшелерін ескермеуге болатын болса ғана дұрыс болады. Одан өзге, шариктің сұйық – беттік шекарасында сырғанаудың толық болмауы да болжанады.



14-сурет. Құлама шарикті вискозиметрдің сұлбасы

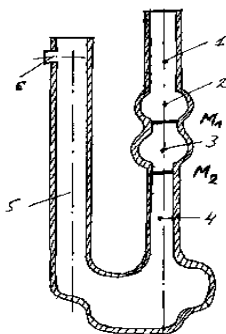
2.5. Сұйықтың, балқыған металл мен шлақтың тұтқырлығын анықтау

Жұмыстың мақсаты: сұйықтың, балқыған металдардың және қождардың тұтқырлығын анықтаудың ротациялық әдісімен танысу.

Жұмыстың істеу принциптері: ЭВИ-78М электрвискозиметрі көмегімен әртүрлі температураларда динамикалық тұтқырлық коэффициентінің шамасын анықтау, эксперименттік берілгендер негізінде тұтқырлы ағынның активтілік энергиясын есептеу.

Зертханалық құрылғының сипаттамасы және жұмысты орындау тәртібі:

Шыныдан жасалған вискозиметр (15-сурет) U-тәрізді шыны құбыршадан тұрады.



15 –сурет. Капиллярлық шыны вискозиметр ВПЖ-2:

1 – иін; 2 – бірінші резервуар; 3 – екінші резервуар;

4 – негізгі құбырша; 5 – иін; 6 – шығатын құбырша

M₂ резервуарында зерттелетін сұйық сорылып алынатын белгі (тәуекел) бар. Сұйық тұтқырлығын анықтау алдында вискозиметр ұқыпты жуылады және кептіріледі.

Вискозиметрді алдымен бірнеше рет бензинмен немесе эфирмен жуу қажет. Содан соң сумен жуады және 5-6 сағаттан кем емес уақытқа хромдық қоспа құйылып қойылады. Вискозиметр дистилденген сумен жуылып, кептіріледі.

Сұйықтың ағып өту уақытын өлшеу үшін шығаруға арналған құбыршаға (6) резеңке шланг кигізіледі. Одан ары, иінді саусақпен қысып (5) және вискозиметрді еңкейтіп, иінді (1) сұйық құйылған ыдысқа салады және оны резервуардың M_2 белгісіне дейін сорады (сорғыш алмұрт көмегімен), және де осы кезде сұйықта ауа көпіршіктерінің пайда болмауын қадағалау қажет. Сұйық деңгейі M_2 белгісіне жеткен кезде вискозиметрді ыдыстан шығарып алып, тез арада дұрыс тік қалпына қояды. Вискозиметрді термостатқа орналастырғанда, резервуар термостаттағы сұйық деңгейінен төмен болуын бақылау керек. Бұл жағдайда тұтқырлық келесі тендеумен анықталады:

$$V = \frac{g}{9,807} \cdot T \cdot K \quad (36)$$

мұндағы: K – вискозиметр тұрақтысы – $0,2999 \text{ мм}^2/\text{с}^2$; T – сұйықтың ағып өту уақыты, с ; V – сұйықтың кинематикалық тұтқырлығы, $\text{мм}^2/\text{с}$; g – еркін түсу үдеуі, $\text{м}/\text{с}^2$.

Тұтқырлықты оқытушымен тағайындалған, әртүрлі температураларда жүргізеді.

Тәжірибелердің нәтижелерін өңдеу:

1. Алынған эксперименттік мәліметтерді өңдеуді, кестелерді жетекшілікке ала отырып, жүргізу: температура, $^{\circ}\text{C}$; тұтқырлық, $\text{Па} \cdot \text{с}$.

2. Алынған мәліметтерді графикалық түрде $\eta - T$ және $\lg \eta - 1/T$ координаталарында кескіндеу.

3. Френкель тендеуіндегі тұрақтылардың шамасын графикалық түрде анықтау, зерттелетін материалдың тұтқырлығының E_{η} активтік энергиясын есептеу [7-9].

4. Алынған нәтижелерге түсініктеме беру.

2.6. Metallургия балқымаларының тығыздығын өлшеу әдістері

Сұйық металдардың тығыздығы.

Тығыздық d , балқымалардың негізгі физикалық сипаттамаларының бірі. Ол тікелей көптеген басқа физикалық сипаттамалармен (беттік керіліспен σ , сығылғыштықпен χ , жылу

сыйымдылықпен C_v , динамикалық тұтқырлықпен η , сұйық балқымалардағы аралас жылулықпен ΔH_{cm}) байланысты. Тығыздықты келесі теңдеулермен өрнектеуге болады:

$$a^2 = \sigma / (dg); \quad \beta = \gamma C_v \chi / V; \quad \eta = \nu d \quad (37)$$

мұндағы: a^2 – капиллярлық тұрақты; g – еркін түсу үдеуі, m/c^2 ; β – көлемнің кеңею коэффициенті; V – көлем, m^3 ; ν – кинематикалық тұтқырлық, mm^2/c .

Көптеген әдістердің ішінен таралу дәрежесі мен дәлдігі бойынша балқымалардың тығыздығын өлшеудің келесілерін бөліп көрсетуге болады:

1) гидростатикалық таразылау; 2) дилатометриялық; 3) пикнометриялық; 4) өтетін сәулелену; 5) көпіршіктің максимал қысымы және тамшы әдісі (үлкен және жабыстырылған). Олардың кейбіреуін қарастырып көрейік.

Гидростатикалық таразылау әдісі.

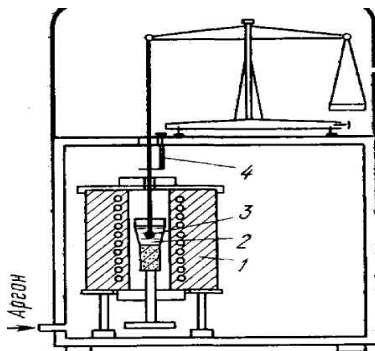
Бұл әдісте сұйыққа батырылған дене массасына арналған қатынастар қолданылады. Итеру күшінің ықпалынан дене массасы итеріліп шығарылған сұйықтың массасының шамасына ΔM азаяды:

$$\Delta M = Vd \quad (38)$$

мұндағы: d – сұйық тығыздығы, g/cm^3 ; V – бататын дене көлемі, m^3 .

Массаның өзгерісін тіркеу үшін таразылар қолданылады. Балқымаға жіңішке штокқа бекітілген вольфрамнан, молибденнен немесе платинадан жасалған шарик батырылады. Металдан жасалған ауыр денені батыруға қолдану, балқыманың беттік керіліс күшін жеңу үшін ілмелі жүйенің төмендетілген ауырлық центрін талап етуімен шартталады, бірақ ол дене зерттелетін балқымаларда ерімеуі қажет. Агрессивті орталарда, мысалыға темір балқымаларына вольфрамды немесе молибденді денелерді батыру кезінде оларды Al_2O_3 немесе ZrO_2 жасалған қорғаушы жұқа қабатпен қаптайды.

16-суретте гидростатикалық таразылау әдісімен тығыздықты өлшеуге арналған қондырғының сұлбасы кескінделген.



16 - сурет. Гидростатикалық батыру әдісімен балқымалар тығыздығын анықтауға арналған қондырғының сұлбасы:
1 – пеш; 2 – балқыма; 3 – шток; 4 – аналитикалық таразы

Аналитикалық таразының 4 бір табағына батырылатын денелі шток 3 бекітілген, ол тигелдегі балқымамен 2 пеште 1 орналасқан. Тәжірибенің ең басты қатесі, ол беттік керіліс күшінің батырылған денені итеру күшіне ықпалынан пайда болатын қателер болып табылады. Оның ықпалын болдырмау үшін батырылатын дененің көлемін әртүрлі болуы қажет. Егер V_1 және V_2 – батырылатын денелер көлемі болса, батырылу денесіне ықпал ететін күштер F_1 және F_2 , олардың арасындағы байланыс келесі қатынаспен беріледі:

$$F_1 = V_1 d - 2\pi r \sigma \cos \varphi \quad (39)$$

$$F_2 = V_2 d - 2\pi r \sigma \cos \varphi$$

мұндағы: σ – балқыманың беттік керілуі; φ – балқыма беті мен радиусы r шток арасындағы бұрыш.

(39) теңдеуді d -ға қатысты шешеміз:

$$d = (F_1 - F_2) / (V_1 - V_2) \quad (40)$$

Беттік керілістің балқыма тығыздығы ықпалы тығыздықтың 5-10%-ын құрайды және келесі теңдеумен анықталады:

$$\Delta d = (\pi D \sigma) / (Vg) \quad (41)$$

мұндағы: $D = 2r$; g – еркін түсу үдеуі, $м/с^2$.

Бұл әдіс бойынша тығыздық келесі теңдеумен анықталады:

$$d = [P_1 - P_2 + (\pi D \sigma / g)] / V \quad (42)$$

мұндағы: P_1 және P_2 – ауадағы және балқымада батырылған дененің массасы, $г$.

Әдістің артықшылығы экспериментті қою қарапайымдылығында. Дегенмен эксперименттік қиындықтарда болады: дененің балқыма беттігіне жанасу кезеңіндегі беттік керіліс күшінің әрекеті салдарынан дененің ауытқуы, батырылатын дене материалының беттік керіліс және кеңею коэффициенттерін алдын ала анықтау. Әдістің дәлділігі – 0,1-1%.

Дилатометриялық әдіс.

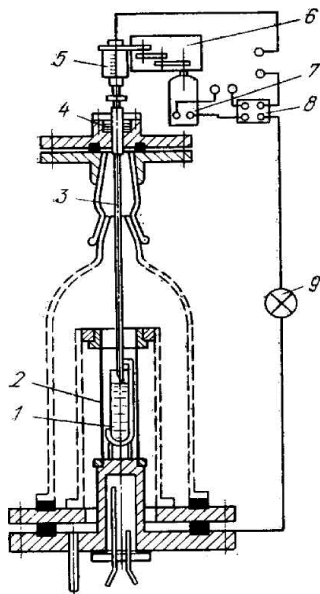
Бұл әдісте капиллярдағы немесе ұзартылған тигельдегі балқыманың көтерілуінің биіктігі экспериментті түрде анықталады. Тығыздықты келесі теңдеумен анықтайды:

$$d = 4P / \pi D^2 h \quad (43)$$

мұндағы: D – капиллярдың (тигельдің) диаметрі, $мм$; h – балқыма биіктігі, $м$; P – балқыма массасы, $г$.

17-суретте дилатометр әдісімен сұйық металдардың тығыздығын анықтауға арналған қондырғы кескінделген.

Балқыма құйылған тигель 1 кедергілі пештің қыздырғышының 2 изотермиялық аймағына орналастырылған. Шток 3, вакуумдық нығыздаушы 4 арқылы, микрометрмен 5 байланыстырылған. Микрометрдің басы төмендеткіш редуктор 6 арқылы электрқозғалтқышпен 7 қосылған. Электрқозғалтқышты қосқан кезде шток баяу төмен түседі. Штоктың балқыма бетімен жанасуы кезінде тізбек тұйықталып, шам 9 жанады және электрқозғалтқыштың тізбегін ажырататын реле 8 іске қосылады. Штоктың белгіленген жағдайы микрометр шкаласы бойынша анықталады.



17-сурет. Металдық балқымалардың тығыздығын

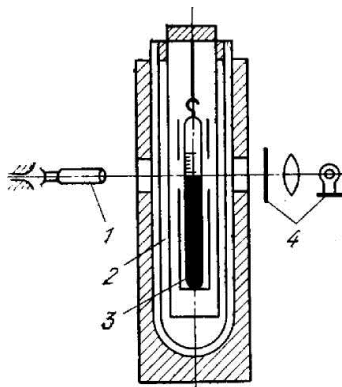
дилатометриялық әдіспен анықтауға арналған қондырғы:

- 1 – балқыма құйылған тигель; 2 – кедергілі пештің қыздырғышы;
3 – шток; 4 – вакуумдық нығыздаушы; 5 – микрометр; 6 – редуктор;
7 – электроқозғалтқыш; 8 – реле; 9 – шам

Тигельдің бос тәжірибедегі қондырылуы мен термиялық кеңеюін ескере отырып, h анықталады.

Төмен температуралы ($<1000^{\circ}\text{C}$) металл балқымаларының тығыздығын өлшеу үшін, кварцпен өзара әрекеттеспейтін, қарапайым – кварц ампуласына орналастырылған балқыманың биіктігін тікелей өлшеу әдісі қолданылады (18-сурет).

Пешке 2 орналастырылған, вакуумда ашылған ампула 1, жарықтандырғышпен 3 көрінеді. Балқыманың ампуладағы көтерілу биіктігі катетометрмен 4 белгіленеді. Өлшем дәлдігі – 0,001 мм. Бұл әдіспен тығыздықты анықтау дәлелдігі 1%-дан аспайды.



18- сурет. Балқыманың тығыздығын анықтаудың
дилатометрлік әдісі

1 – ампула; 2 – кедергілі пеш; 3 – жарықтандырғыш;
4 – катетометр

Пикнометрлік әдіс.

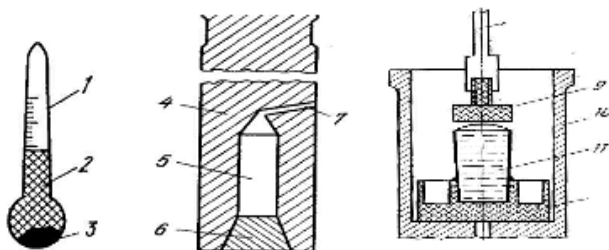
Пикнометрия – белгілі сұйық көлемінің массасын анықтау. Төменгі температуралы ($<1000^{\circ}\text{C}$) балқымалардың тығыздығын өлшеу үшін (мысалы сұйық германийдің), кварцты, мөлдір пикнометрлерді қолданады. Олар зерттелетін үлгіге арналған қабылдағыш пен калибрленген капиллярдан тұрады. Тығыздық және тығыздықтың температураға тәуелділігі, сонымен қатар балқыту кезіндегі тығыздықтың өзгеруін сұйық тұздың деңгейінің көтерілу биіктігін белгілей отырып анықтайды. Жоғары температуралы балқымалар тығыздығын (мысалы, сұйық темір) Al_2O_3 жасалған пикнометрмен өлшейді. Сұйық металл пикнометр сыйымдылығын калибрленген тар саңылау арқылы толтырады. Балқымаға батыру алдында пикнометр балқыма үстінде қыздырылады және пеш кеңістігінде вакуум туады. Пикнометрдің ішкі көлемін бөлме температурасында сынаппен калибрлейді. Берілген температуралар үшін пикнометрдің ішкі көлемінің өзгерісін ескереді. Әдістің кемшілігі: бір тәжірибенің уақытындағы тығыздықты тек қана бір температура кезінде және балқыманың бір құрамы үшін анықтауға болатындығы. Дайындалуы күрделі және пикнометр тек қана бір тәжірибе үшін қызмет етеді.

19-суретте
көрсетілген.

пикнометрдің

қарапайым

құрылысы



19-сурет. Балқымалардың тығыздығын анықтауға арналған пикнометрлердің түрлері:

- 1 – кварцты ампула; 2 – NaCl балқымасы; 3 – германий;
4 – пикнометр кеудешесі; 5 – жалпақ жолақша; 6 – отқа төзімді тығын; 7 – калибрленген капилляр; 8 – штатив; 9 – тірегіш;
10 – пеш; 11 – метал балқымасы

Металл тигельге 4 артығымен тиеліп, балқытылады. Тигель үстіне шыққан балқыма артықшылығын, тигельдің жоғарғы жағын отқа төзімді тығынмен 6 жалпақ жолақша арқылы 5 баса отырып, түзілген менискіні алады. Белгіленген балқыма көлемі кристалданады. Содан соң оны таразылайды. Өлшеу қатесі – 0,1-0,01%-ды құрайды.

Газ көбігінің максимал қысымы әдісі.

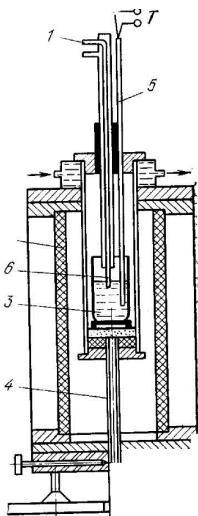
Бұл әдісте металл былаудың H тереңдігіндегі, газ көбігіндегі қысым p_n мен балқыма тығыздығы d арасындағы қатынас қолданылған:

$$p_n = dgH + 2 / \sigma r \quad (44)$$

мұндағы: r – көпіршік радиусы, мм; σ – тартылу беттігі.

Тигельдегі зерттелетін балқымаға (20 - сурет) термोजұп 5 және «пышақтай» қайралған капилляр 6 батырылады. Капилляр арқылы тазартылған инертті газ беріледі. Көпіршік ішіндегі қысым металл қысымынан асқан кезде, көпіршіктің капиллярдан үзілуі жүреді. Көбіктегі қысым, оның үзілген кезіндегі, белгілі тығыздықты сұйықпен толтырылған манометрмен

анықтайды. Балқыманың тығыздығын анықтау үшін, капиллярдың әртүрлі тереңдікке батырылуындағы капиллярдан көпіршіктің үзілу қысымын анықтайды.



20-сурет. Газдық көбігінің максимал қысымы әдісімен тығыздықты және беттік керілісті анықтауға арналған қондырғы:

- 1 – инертті газды беру торабы;
2 – кедергілі пеш;
3 – зерттелетін балқымасы бар тигель;
4 – сүйеуші шток;
5 – терможұп; 6 – капилляр

Егер ΔH - әртүрлі горизонттағы манометрлік сұйықтың сантиметрімен көбіктегі газдың максимал қысымы шамаларының айырмалары, ал ΔH_1 - көбіктегі газдың максимал қысымының өлшеуі жүргізілген деңгейлер айырмасы болса, онда:

$$\Delta Hd = \Delta H_1 d_1 \quad (45)$$

мұндағы: d – манометрлік сұйықтың тығыздығы, $г/см^3$; d_1 – зерттелетін балқыманың тығыздығы, $г/см^3$.

Әдістің қиындығын нәтижелерді өндіру үшін капилляр мөлшерлерінің тұрақтылығын ұстап тұру қажеттілігі тудырады, жоғары температуралар кезінде бұл өте күрделі. Балқымалардың тығыздығын анықтағаннан кейін, осы әдіспен балқымалардың беттік керілісін (38) теңдеу бойынша анықтайды. Тығыздықты өлшеу қателігі – 0,5-1,0%-ды құрайды.

2.7. Металдардың қаттылығын анықтау

Қаттылықты анықтау дегеніміз – зертханалық және зауыттық жағдайларда металдардың механикалық қасиеттерін сипаттайтын сынау әдістерінің бірі.

Металдардың қаттылығын аз деформацияланатын (шындалған қатты болат, алмас немесе қатты қорытпа) материалдардан жасалған шар, конус, пирамида немесе ине пішіндес ұштықтық металл бетіне тигізетін әсері арқылы өлшейді.

Қаттылықты өлшеудің келесідей артықшылықтары бар.

1. Қаттылықты сынау арнайы үлгілерді дайындауды қажет етпейді, ол тікелей тексерілетін бөлшектің бетінен тегіс көлденең жазық дайындалғаннан кейін, кейде тіпті мұндай дайындыксыз да орындала береді.

2. Қаттылықты өлшеу өте тез, мысалы конусты үлгіге өндіргенде 30-60 сек, ал шарикті үлгіге өндіргенде 1-3 мин. аралығында орындалады.

3. Қаттылықты жұқа бөлшектерде де, сонымен қатар миллиметрдің оннан бірінен аспайтын (қаттылықты анықтаудың кейбір үдістері үшін) өте жұқа қабаттарда да анықтауға болады.

Қаттылықты Бринелль аспабымен өлшеу.

Қаттылықты Бринелль әдісі бойынша сынау, сыналатын үлгіге диаметрі белгілі болат шарикті берілген күштің әсерімен қайсыбір уақыт ішінде ендіру арқылы жүргізіледі.

Шарик пресс арқылы ендіріледі. Қысым электр қозғалтқыш көмегімен қозғалатын жүктер арқылы түсіріледі. Доңғалақты сағат тілінің бағыты бойынша қолмен бұрау арқылы прибордың үстелшесін жоғары қарай тірелгенше көтереді, бұл жағдайда үлгіге 1000 Н (100 кгс) алдын ала күш түседі. Алдын ала түсірілген күш серпімді деформацияның және үлгі бетінің әртүрлі дәрежедегі бұдырлығының өлшеу нәтижесінде тигізетін әсерін жояды.

Бастырманы басу арқылы қозғалтқыш іске қосылады. Қозғалтқыш әуелі инеағашты жылжытады, сонда штокке біртіндеп күш түсіреді, демек инеағашқа ілінген жүкке берілген күштің әсері мен шарикті үлгіге басып енгізеді. Бұл күш өлшенетін материалдың қаттылығына байланысты белгілі бір уақыт, әдетте 10-60°C аралығында әсер етеді, одан

кейін қозғалтқыштың білігі кері қарай айналып, соған сәйкес инеағашты жылжытып күштің әсерін жояды.

Қозғалтқыштың релесін реттеу арқылы күштің әсер ету уақытын өзгертуге болады. Қозғалтқыш автоматикалық түрде ток көзінен ажырағаннан кейін доңғалақты сағат тілінің бағытына кері бұрап, прибордың үстелшесін төмен түсіреді, сосын үлгіні түсіріп алады.

Үлгіде сфера беттес таңба (шұңқыр) қалады. P күшті алынған таңбаның бетінің ауданына (барлық сегментке) F -ке бөлгендегі қатынасы HB арқылы белгіленетін қаттылықтың сан мәнін береді:

$$HB = \frac{P}{F} = \frac{P}{\frac{\pi D}{2} (D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (46)$$

мұндағы: D – басып ендірілетін шариктің диаметрі, мм;
 d – шұңқырдың диаметрі, мм.

Ілгішке қойылған жүкке байланысты әртүрлі қысым P жасалады (1-кесте).

1-кесте

Преске күш түсіретін жүктерді тандап алу

Күш Н	Қажетті күшті қамтамасыз ететін жүктердің аты	Ескерту
1875	А	Мұндағы А-1875 күш жасайтын ілгіш
2500	А+Б	Б-625Н күш жасайтын кіші жүк (салмақ)
5000	А+Б+В	В-2500 күш жасайтын орташа жүк (салмақ)
10000	А+Б+В+Г	В-2500Н күш жасайтын орташа жүк (салмақ)
30000	А+Б+В+Г	

Үлгіге түсірілетін күшпен шариктің диаметрін таңдап алу әдісі диаметрі әртүрлі шариктер (Д-10,5 және 2,5 мм) сыналатын материалдың қалыңдығына байланысты қолданылады. P күш, сыналатын материалдың сапасына байланысты,

$$P = K * D^2 \quad (47)$$

формуласына сәйкестендіріліп алынады. Мұндағы: K - 30, 10 немесе 2,5-ке тең берілген материал үшін тұрақты шама.

Үлгіні диаметрі әртүрлі шариктермен сынағанда әртүрлі күш қолданылады. Жұмсақтау металдарды сынағанда қолданылатын күштің мөлшері аз. Металдың қалыңдығы азайған сайын диаметрі кіші шарик қолданылып, аз күш жұмсалады.

3. ЗАТТАР ЖӘНЕ ГАЗ ҚОСПАЛАРЫНЫҢ ҚҰРАМЫН АНЫҚТАУ ӘДІСТЕРІ МЕН АСПАПТАРЫ

Реакцияның бастапқы және аралық компоненттерінің құрамын анықтау технологиялық процестің оптималды өтіп жатқаны және дайын өнімнің сапасын болжауға мүмкіндік береді. Сондықтан заттың құрамын өлшеу өнеркәсіптік өндірісті ұйымдастыру кезінде ең маңызды міндеттердің бірі болып табылады. Соңғы жылдары заттың құрамын автоматты бақылауға арналған жаңа әдістер мен аспаптар әзірлеуге ерекше көңіл бөлінуде.

Жалпы жағдайда заттың құрамын анықтау деп оның элементтерін түзетін молекулалардың мөлшерін табу болып түсіндіріледі. Бірқатар жағдайларда бұл алдын ала белгілі болады. Технология тұрғысынан қарағанда, заттың жалпы ағынындағы ең маңызды пайыздық массалық немесе көлемдік мөлшерін анықтау қажет. Заттың құрамын анықтаудың тура және жанама әдістері бар.

Тура әдістің мағынасы келесіде. Анықталатын компоненттің X мөлшерінің тікелей бөлінуіне және оның мөлшерін заттың A жалпы сынамасынан табуға негізделген қатынасы арқылы заттың концентрациясын C анықтау:

$$C_x = X/A \quad (48)$$

Дегенмен тура өлшеу әдістері заттың құрамын анықтаушы автоматты аспаптарды құрастыруда жарамдылығы шамалы.

Бұл мақсаттар үшін көбінесе өлшеудің жанама әдістері қолданылады, ол талданатын заттың құрамы (компоненттер концентрациясы) мен оның үздіксіз және автоматты өлшеу үшін қол жетерліктей физика-химиялық қасиеттері (параметрлері) арасындағы қатаң анықталған тәуелділіктердің болуына негізделген, мысалы, электрөткізгіштікпен, жылу өткізгіштікпен, оптикалық, магниттік қасиеттерімен және т.б. Осыған сәйкес құрамды анықтаудың келесідей әдістері бар: термокондуктометриялық; термохимиялық; термомагниттік;

абсорбциялы-спектралды; фотоколориметриялық; хроматографиялық; масспекторметриялық; рентгендік және т.б.

Төменде осы әдістерді қолданатын заттың құрамын анықтауға арналған автоматты аспаптарды қарастырамыз.

3.1. Газ құрамын бақылауға арналған әдістер мен аспаптар

Жылулық газталдағыштар

Газ қоспасының жылуөткізгіштігі $\lambda_{\text{қос}}$ оны құрайтын компоненттер концентрациясына тәуелді C_i және негізінен аддитивтік ережесіне бағынады, яғни:

$$\lambda_{\text{қос}} = \sum_{i=1}^n C_i \lambda_i \quad (49)$$

мұндағы: λ_i — концентрациясы C_i газ қоспасының i -ші құрамасының жылу өткізгіштігі, $\text{Вт}/(\text{м} \cdot ^\circ\text{C})$.

Егер газ қоспасының компоненттерінің бірінің жылу өткізгіштігі басқа компоненттердікінен едәуір ерекшеленетін болса, онда жалпы жылуөткізгіштік қоспаның осы компонентінің мөлшерінің өзгеруімен анықталады. Салыстыру үшін, төменде металлургиялық өндірісте ең жиі қолданылатын, 0°C кезіндегі газдардың жылу өткізгіштігі (алымы, $10^2 \text{ Вт}/(\text{м} \cdot ^\circ\text{C})$), және газдардың жылу өткізгіштігінің ауаның жылу өткізгіштігіне қатынасы (бөлімі) келтірілген:

Ауа.....	2,44 / 1,0
Сутегі.....	17,2/7,15
Метан.....	3,06/1,25
Оттегі.....	2,46/1,013
Азот.....	2,42/0,996
Көміртегі оксиді.....	2,34/0,96
Аммиак.....	2,17/0,89
Аргон.....	1,66/0,684
Күкірт оксиді.....	0,854/0,35
Хлор.....	0,786/0,323

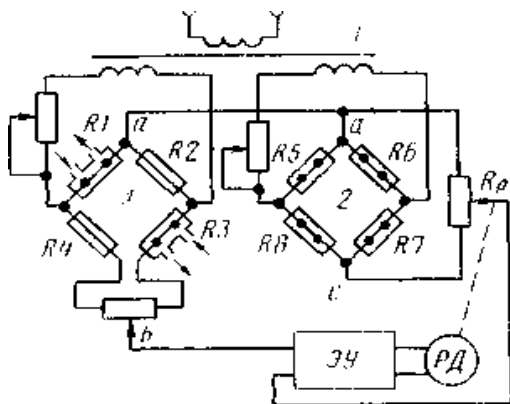
Көптеген газдардың жылу өткізгіштігі ауа жылу өткізгіштігінен біраз ерекшеленетіні көрініп тұр, демек,

олардың мөлшері термокондуктометриялық газталдағыштармен анықтала алады. Бұл кезде компоненттердің алдын ала бөлінуі қажет. Мысалы, шығатын газдарды CO_2 -ге талдау кезінде сүзу арқылы SO_2 және жағу арқылы H_2 анықталады. Одан өзге, газдық қоспа мұздатқыштарда суытылады.

Термокондуктометриялық газталдағыштарда салыстырмалы жылу өткізгіштік талданатын газдық қоспаның жылуөткізгіштігі мен ауаның жылуөткізгіштігін салыстыру жолымен өлшенеді.

Термокондуктометриялық газталдағыштың сұлбасы 21-суретте кескінделген.

Сұлба екі теңеспеген көпірлерден тұрады: өлшейтін 1 және салыстырмалы 2 көпірден. Олар трансформатордың Т әртүрлі орамаларынан ауыспалы токпен коректенеді. Сезімталды элементтер $R1$ және $R3$ 5-10 Ом кедергімен платиналы шиыршық түрінде шыны баллондарда болады, сол арқылы арнайы сорғымен талданатын газ қоспасы айдалады. $R2$ және $R4$ өлшейтін және $R6$, $R8$ салыстырмалы көпірлердің сезімталды элементтері жабық шыны баллондарда талданатын компонент мөлшерімен болады, ол аспаптың шкаласының бастауына сәйкес, ал элементтер $R5$ және $R7$ – шкала соңына. Ауыспалы ток платина спиральді $100-120^\circ\text{C}$ температураға дейін қыздырады.



21-сурет. Термокондуктометриялық газталдағыштар сұлбасы

а және b нүктелері арасындағы кернеу U_{ab} 1 көпірдің өлшейтін диагоналында талданатын газ мөлшеріне пропорционал, ал а және с нүктелері арасындағы кернеу U_{ac} 2 көпір диагоналында тұрақты және газ концентрациясының өлшеу диапазонымен анықталады. Кернеу көзі ретінде 1 және 2 көпірлердің өлшеуші диагоналдары бірізді қосылған және электронды күшейткіш ЭУ кірісіне қосылған, және ауыспалы ток кернеуі U_{ab} және U_{ac} қарама-қарсы фазада беріледі. Қосалқы аспап ретінде автоматты электронды көпір және т.б. аспаптар қолданылады.

Бақыланатын компонент концентрациясының өзгеруі кезінде газ қоспасының жылу өткізгіштігі өзгереді. Бұл кезде сезімталды элементтерден жылу әкету және олардың температуралары өзгереді, демек, R1 және R3 резисторлардың кедергілері. Соның салдарынан өлшеуші көпірдің U_{ab} кернеуі өзгереді, тепе-теңдік бұзылады және күшейткіш ЭУ кірісінде балансталмаған кернеу пайда болады.

Сұлбалар тепе-теңдік режиміндегі салыстыру әдісі бойынша жұмыс істейді. Бұл жағдайда газталдағыштың көрсеткіші қоршаған ортаның температурасы мен қоректену кернеуіне тәуелді болмайды, өйткені бұл факторлар сұлбаның екі көпіріне де бірдей әсер етеді. Осындай принципте көптеген талдағыштар жұмыс істейді. Мысалы, ТП-1116, ТП-1120 термокондуктометриялық газталдағыштар сутегіні 0-5%; 0-100%; 80-100% диапазонында талдайды, ал ТП-2200 газталдағышы - көміртегі оксидін 0-10%-дан 80-100%-ға дейінгі диапазонда анықтайды. Негізгі қателік – 2,5-3%-ды құрайды.

Мұндай газталдағыштардың көрсеткіші талданатын газдың шығынына, қысымына және температурасына тәуелді болатындықтан, олар қосалқы құрылғылармен жабдықталады: газ шығынын тудырушымен, шығын реттегішпен, қысым реттегішпен, мұздатқыштармен және сүзгілермен.

Инфрақызыл және ультракүлгін сінгірілудің газталдағыштары.

Бұл аспаптардың әрекеті спектралды талдаудың абсорбциялық әдістеріне негізделген, яғни газбен оның химиялық құрамына тәуелді белгілі бір толқын ұзындығындағы сәулелердің жұтылуына.

Екінші обкладка қозғалыссыз орнықтырылған, обкладкалар арасындағы саңылау $0,1\text{ мм}$ құрайды.

Инфрақызыл сәулеленудің үздікті ағыны түскен кезде, газ оптикалық-акустикалық түрлендіргіш камераларында кезеңді қызады және суыйды. Бұл оның қысымының ауытқуына әкеледі, ол конденсаторлық микрофонның қозғалыссыз мембранасымен қабылданады. Егер сәулелену ағыны түрлендіргіштің екі бөлігінде де бірдей болса, онда мембранаға екі жағынан әсер ететін қысым импульсі де шамасы бойынша бірдей болады және мембрана қозғалыссыз қалады. Сәулелену ағынының тең болмаған кезінде тербеліс жүреді.

Газталдағыш сұлбасында екі оптикалық канал пайдаланылады: салыстырмалы (сол жағындағы) және жұмысшы (оң жағындағы). Шағылыстырғыш *1* ретінде, температурасы $700-900^{\circ}\text{C}$, нихромды қыздырғыш *2* инфрақызыл радиация көзі болып табылады. Сәулеленудің максималды интенсивтілігі толқын ұзындықтарының $2\text{-ден } 5\text{ мкм}$ дейінгі диапазонына сәйкес келеді. Сәулелену ағыны жиілігі $5-6\text{ Гц}$ дискілі обтюратормен *3* үзіледі, ол синхронды қозғалтқыш СҚ көмегімен айналады.

Оң жұмысшы каналда радиацияның үздікті ағыны сүзгілі *4* және жұмысшы *5* кювет арқылы өтеді және шағылыстырғышпен *6* оптикалық-акустикалық түрлендіргіштің оң камерасына бағытталады.

Радиацияның үздікті ағыны сәулеленудің сол жақтағы салыстырмалы каналында сүзгіш кювет *4* және компенсациялық камера *9* арқылы өтіп, инфрақызыл сәулелер ағыны жолында талданатын компоненттің қабатының қалыңдығын өзгерту үшін және осы ағынның бағытын шағылдыру поршеннің *10* көмегімен ағынның бағытын өзгерту қызметін атқарады.

Поршеннен шағылысып радиация ағыны оптикалық-акустикалық газталдағыштың оң камерасына түседі. Сүзгішті кюветтер *4* бұл аспапта компоненттері талданбайтын газ қоспасымен толтырылған және ол сәйкес толқын ұзындықтарында инфрақызыл сәулеленудің толық жұтылуын

камтамасыз етеді. Жұмысшы кювет 5 арқылы талданатын газ қоспасы айдалады. Егер көміртегінің қостотығы онда болмайтын болса, онда түрлендіргіштің екі камерасына бірдей инфрақызыл сәуле ағыны келеді, мембрана 8 ауытқымайды және конденсатор микрофонынан сигнал түспейді.

Егерде газ қоспасында талданатын көміртегі оксиді пайда болса, онда инфрақызыл сәулеленудің бір бөлігінің жұмысшы кюветте 5 жұтылуына байланысты түрлендіргіштің оң камерасына 7 инфрақызыл радиацияның әлсізденген ағыны келеді, бұл мембранадағы 8 қысым импульстарының айырмасына келтіреді және конденсаторлық микрофонда сигнал пайда болады.

ОА-2209 газталдағыштары 0-1%-дан 0-100% CO_2 (көлем.) дейін шкалалы болып шығарылады. Негізгі қателігі – 2,5%-дан аспайды. Осы принципте ОА-2109 (көміртегі оксидіне) және ОА-2309 (метанға) типті оптика-акустикалық газталдағыштарда жұмыс істейді.

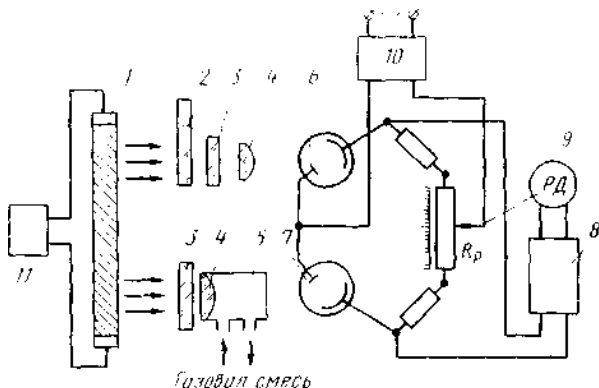
Ультракүлгін сіңірілудің газталдағыштары.

Бұл аспаптардың әрекеті сынаптың, хлордың, күкіртсутектің, азот оксидінің және бірқатар басқа заттардың буларының спектрдің ($\lambda < 0,4 \text{ мкм}$) ультракүлгін бөлігінде жұтуға сипатты сызықтарының болуына негізделген. Заттың концентрациясы ультракүлгін сәуленің жұтылу шамасы бойынша анықталады.

Мысалы, сынап буының мөлшерін анықтау үшін ультракүлгін сәулелену көзі ретінде жиілігі 30 МГц генератордан қоректенетін сынапты шамдар пайдаланылады. Бұл кезде 90%-дан аса шамның сәулесі, сынаптың жұту максимумына сәйкес келетін, 2537 А толқын ұзындығына келеді.

Ультракүлгін жұтудың екі каналды газталдағышының сұлбасы 23-суретте келтірілген.

Жоғары жиілікті генератордан 11 қоректенетін сынапты шамның 1 сәулеленуі салыстырмалы және жұмысшы оптикалық каналдарға түседі. Жұмысшы каналда сәулелену жарықсүзгіш 3, линза 4, жұмысшы камера 5 арқылы өтіп, фотоэлементке түседі.



23-сурет. Ультракүлгін сіңіргіш газталдағыш сұлбасы:
 1 – шам; 2 – мөлдір пластина; 3 – сәулелену жарықсүзгіш;
 4 – линза; 5 – жұмысшы камера; 6, 7 – фотоэлементтер;
 8 – электронды күшейткіш; 9 – реверсивті қозғалтқыш;
 10 – қоректену блогы; 11 – генератор

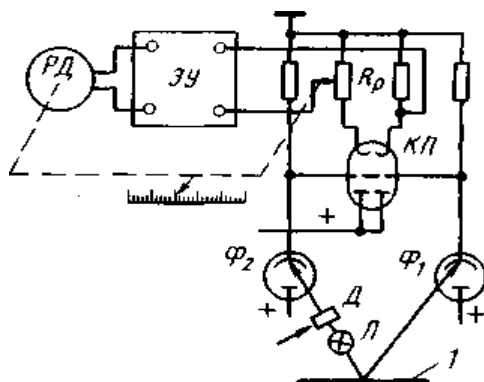
Жұмысшы камераға талданатын газ қоспасы үздіксіз беріліп отырады. Жоғарғы оптикалық каналда, линзадан 4, жарық сүзгіштен 3 және салыстырмалы фотоэлементтен 6 өзге, жұмысшы камера 5 арқылы бақыланатын газ қоспасы өту кезінде шкаланың нөлін кезеңді орнықтыру үшін қызмет ететін жартылай мөлдір пластина 2 орналастырылған. Фотоэлементтер 6 және 7 қоректену блогымен 10 көпірлі сұлбаға ендірілген. Көпірдің өлшенетін диагоналына электронды күшейткіш 8 қосылған. Талданатын газ қоспасындағы сынап буының пайда болуы кезінде жұмысшы өлшеуші каналда ультракүлгін сәулелің бір бөлігі жұтылады, ол магнитті фотоэлементпен 7 тіркеледі, соның салдарынан көпірдің тепе-теңдігі бұзылады. Баланстанбаған өлшеуші диагональда пайда болатын сигнал электронды күшейткіш арқылы реверсивті қозғалтқышқа әсер етеді (РҚ) 9, ол жаңа тепе-теңдік түсу кезеңіне дейін реохордты R_p ығыстырады. Сонымен бір мезгілде реохордтың қозғалтқышымен аспап шкаласы бойлығымен көрсеткіш жылжиды. Аспаптың сезімталдығы $0,001 \text{ мг/м}^3$ құрайды, жылдам әрекеттенуі 10 сек . Өлшеу диапазоны $0-0,3$ және $0-2 \%$ -ды құрайды. Негізгі қателік 5% -ға тең.

Фотоколориметриялық газталдағыштар

Талдаудың абсорбциялық-спектралдық әдісіне негізделген бұл аспаптарда, спектрдің ($0,4 < \lambda < 0,76$ мкм) көрінетін диапазонының сәулеленуі қолданылады. Олар индикаторлық ерітіндіде суланған таспада түсті реакцияға түсегін, әртүрлі газдардың микроконцентрациясын үздіксіз немесе кезеңді өлшеуге арналған. Ондай газдардың қатарына күкіртті газ, күкіртсутегі, хлор, аммиак, озон, азот оксиді және басқалары жатады.

Фотоколориметриялық газталдағыштың типтік түрі болып әмбебап фотометр табылады. Аспаптың әрекеттену принципі, эталонды жарық ағынымен таспадағы дақтың химиялық реакциясы нәтижесінде боялғаннан шағылған жарық ағынының шамасының салыстырылуына негізделген. Дақтың боялу қарқындылығы газ қоспасындағы анықталатын компоненттің концентрациясына тәуелді. Осы типтегі газталдағыштың әртүрлі газдарды анықтау үшін қолданылуы, талданатын компонентпен өзара әрекеттесу кезіндегі түсті реакцияны тудыратын индикаторлық ерітіндінің таңдалу мүмкінділігімен шартталған.

Жұмысшы фотоэлемент Φ_1 (24-сурет) таспада 1 шағылған жарық ағынымен жарықталады, салыстырмалы элемент Φ_2 – Л қыздыру шамының ағыны. Жарық ағыны салыстырмалы жарық каналында тоқтатылған диафрагмамен D теңестіріледі.



24-сурет. Фотометрдің өлшеуші сұлбасы

Фотоэлементтер катодтық қайталаушы КҚ шамының басқарушы торына қосылған. Анықталатын компоненттің талданатын газ қоспасында болмауы кезінде жарық ағыны мен фотоэлементтердің Φ_1 және Φ_2 фототоктары теңдей. Катодтық қайталауыштағы басқару торындағы потенциалдар бірдей және ЭК электронды күшейткіштің кірісіндегі кернеу нөлге тең [4,6].

3.2. Атомды эмиссиялық спектрлік талдау

Жұмыстың мақсаты: Сапалық және сандық эмиссиялық спектрлік талдаудың негізін зерттеу, спектрлік аспаптардың құрылысы мен жұмыс істеу принциптерімен танысу.

Жұмыс істеу принциптері: металлургия өнімдерінің спектрлік талдауын жүргізу.

Талданатын сынама көмірлі электродтың 4x3 мм, диаметрі 4 мм және тереңдігі 3 мм кратеріне орналастырылады.

Электродтар штативқа орнықтырылады және жарық проекциясы көмегімен оптикалық оське шығарылады. Электрод аралық қашықтық 3 мм құрайды. Электродтарға тұрақты ток кернеуі беріледі және жоғары жиілікті доға жағылады. Спектрограф саңылауының ені 0,012 мм құрайды.

2200-3500 Е аймағындағы спектрді тіркеу үшін, спектрографиялық фотопластинкалар қолданылады. Фотопластинкалар айқындағыштың сыртқы қабында көрсетілген уақыт ішінде, 19-20°C температурасында айқышталады.

Құрғақ фотопластинканы спектропроектор столына орнықтырып, шарт белгіні ашуға кіріседі. Зерттелетін үлгіде, 2-кестеде келтірілген элементтердің бар екенін анықтау қажет.

λ_x әріпімен белгіленген сызықтың қандай элемент спектріне жататынын анықтауға тырысамыз.

Бірінші кезекте темір спектрін зерттелетін сызық орналасқан аймаққа теңестіреміз. Темір сызығының сипатты тобымен зерттелетін сызық жанында үш жақын орналасқан сызықтар бар, олардың толқын ұзындықтары 3099,92 Е, 3100,30 Е және 3100,67 Е. Сондықтан оны шешу үшін осы аймақтың спектрі бар планшет алынады (2900 Е-ден 3140 Е дейін).

Шарт белгіні ашу нәтижелері 3-кесте нысанында жазылады.

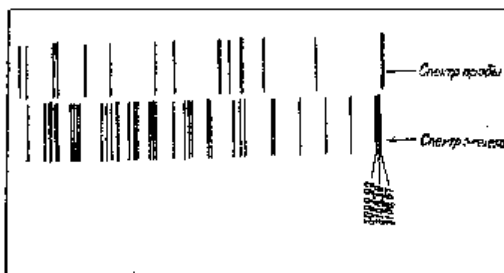
Элементтердің сезімтал сызықтары

Элемент	<i>E</i> соңғы сызықтары	<i>A</i> бақылау сызықтары	Кедергі келтіретін элементтер
Mn	2801,1	2798,3 2794,8	Zn > 0,1
Pb	2833,1 2802,0	2663,2	Zn > 0,1
Mg	2852,1	2795,5 2802,7	Na > 1,0
Si	2881,6	2516,1 2528,5	
Bi	3067,7	2898,0 2989,0	
Al	3082,2 3092,7	2575,1	
Ca	3179,3 3158,9	3181,3	
Cu	3247,5 3274,0	11961,2	
Cd	3261,1	3252,5	
Fe	3020,6	2599,4 2598,4	
Ag	3280,7 3382,9		Mn > 2,0
Zn	3346,0 3302,6		
Na	3302,3 3303,0		

Шартбелгі ашу нәтижелері

Элементтер	<i>E</i> сызығының толқын ұзындығы	Сызықтар сипаттамасы

25-суретте кескінделген бөлімшенің спектрін шешудің мысалы көрсетілген.



25-сурет. Шартбелгіні ашуға арналған спектрлер

Планшетті темір спектріне таңдалған сипатты топтардың сызықтары дәлденетіндей етіп саламыз. Бұл кезде белгісіз сызық, толқын ұзындығы 3054,3 Е, никель спектрінің сызығымен дәл келеді. Сондықтан белгісіз сызықтың толқын ұзындығы бірден анықталады – ол 3054,3 Е тең немесе одан бірнеше ондаған Е ерекшеленеді. Енді бұл сызықтың қандай элементтің спектріне жататынын анықтау керек. Келесідей үш жағдайды болжауға болады:

- 1) λ_x сызығы никель спектріне тиесілі;
- 2) λ_x сызығы басқа элементтің спектріне тиесілі және ол оның ең қарқынды сызығы болмағандықтан, планшетте белгіленбеген;
- 3) λ_x сызығы никель мен басқа элементтің спектрінің екі дәл келетін сызықтарын көрсетеді.

Алдымен бірінші болжауды тексереміз, яғни белгісіз сызықтың никель спектрінің 3054,3 Е сызығы екендігіне. Ол үшін спектрде басқа, сезімталдығы осы элементтің доғалық спектрінен кем емес сызықты іздеу керек 3057,8 Е және 3050,8 Е.

Егер осы сызықтардың қарқындылықтарының қатынасы сынаманың зерттелетін спектрінде планшеттегі қарқындылықтар қатынастарымен дәл келетін болса (яғни сызық 3054,3 Е әлсіздеу 3057,6 және 3050,9 Е сызықтарға қарағанда), онда λ_x сызығы никель спектріне жатады және толқынның келесі ұзындығында болады 3054,3 Е, яғни $3,0543 \cdot 10^{-7}$ м, өйткені $1 \text{ Е} = 10^{-10} \text{ м}$ деп қорытынды жасауға болады [8,9].

3.3. Заттардың мөлшерін бақылауға және өлшеуге арналған аспаптар

Сұйықтар мен газ мөлшерінің жылдамдықты және көлемдік есептеуіштері. Жылдамдықты есептеуіштерде сезімталды элемент болып айналшық табылады, ол аспап арқылы ағып өтетін сұйық ағынының қозғалысы әсерінен айналады. Айналшықтың айналу жылдамдығы n ағынның орташа жылдамдығына $v_{\text{орт.}}$ пропорционал:

$$n = K v_{\text{орт.}} \quad (50)$$

мұндағы: K – аспаптың механикалық және гидравликалық қасиеттерін сипаттаушы коэффициент.

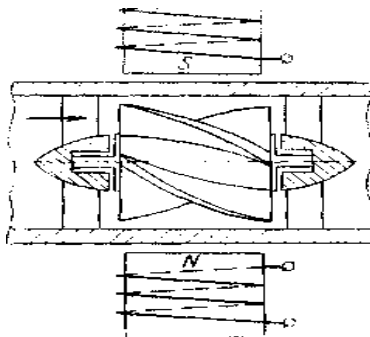
Ағынның көлемдік шығыны $Q = v_{\text{орт.}} s$ (мұндағы s - ағынның көлденең қимасы) болғандықтан:

$$n = KQ/s. \quad (51)$$

Сонымен, айналғыштың айналу жылдамдығы өлшенетін шығынға пропорционал. Жылдамдық $v_{\text{орт.}}$ белгілі бір шекке жеткен кезде, пропорционалдық коэффициенті K тұрақты болуын тоқтатады, бұл өлшеулердегі үлкен қателіктердің пайда болуына әкеледі. Сондықтан әрбір есептеуіш үшін максимал және минимал өлшеу шығындары анықталған, яғни оны қолдану мүмкіндігінің диапазоны.

Айналғыш пішіні бойынша жылдамдықты есептеуіштер екі топқа бөлінеді: шиыршықты айналғышты және қанатты айналғышты. Шиыршықты айналғыштар бақыланатын ағынға параллель орнықтырылады, қанаттылар - перпендикуляр.

Қазіргі уақыттың жылдамдықты шиыршықты айналғышты және электрлік импульсқа айналдыру жылдамдығының жанасусыз түрлендіргішті есептеуішінің қарапайым сұлбасы 26-суретте кескінделген. Түрлендіргіш орамалы тұрақты магниттен тұрады.



26 -сурет. Шиыршық айналмалы жылдамдықты есептегіш сұлбасы

Жылдамдықты есептеуіштердің негізгі кемшіліктері олардың көрсеткіштерінің бақыланатын сұйықтың тұтқырлығына тәуелділігі болып табылады. Тұтқырлықты өзгерту кезінде (51) өрнектегі пропорционалдық коэффициенті өзгереді, сондықтан жылдамдықты есептеуіштер негізінен судың мөлшерін өлшеу үшін қолданылады.

Бұл кемшілік мөлшердің көлемдік есептеуіштерінде болмайды, мұнда жұмысшы механизмнің әрбір жүрісі үшін аспап арқылы бақыланатын ортаның белгілі бір көлемі өтеді:

$$V = nV_1 \quad (52)$$

мұндағы: n – жұмысшы механизмнің жүріс саны; V_1 – бір жұмыс жүрісіндегі аспап арқылы өтетін ортаның көлемі.

Бұл көлемді есептеуіштерді сұйықтар (оның ішінде тұтқырлы) және газдар мөлшерін өлшеу үшін қолдануға мүмкіндік береді.

Сусымалы материалдардың автоматты дозалаушылары.

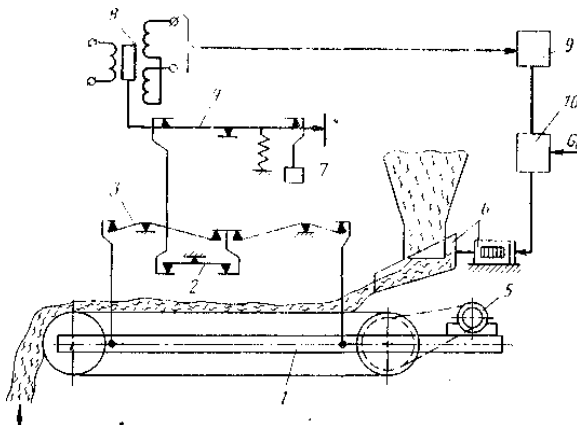
Бұл аспаптар сусымалы материалдардың мөлшері (массасы) мен бір мезеттегі шығынын өлшеуге арналған. Осыған байланысты дозалаушыларды үлесті және үздіксіз әрекетті деп бөледі. Үлесті дозалаушылар, теңестіру әдісіне қарай рычагты, серіппелі, құрамдас, тензометриялық және пневматикалық сезімталды элементті болып бөлінетін таразылаушы құрылғыны көрсетеді.

Рычагты таразыларда бақыланатын жүктің теңесуі, призматикалық тіректерге орнықтырылған, эталонды жүкпен рычагта немесе рычагтар жүйесінде жүргізіледі. Металлургиялық өндірісте теңиықсыз көпрычагты таразылар қолданылады, олардың рычагтарының иықтарының жалпы қатынасы $1 : 10$ -нан $1 : 10^5$ дейін, бұл массасы жүзден мыңдаған килограмға дейінгі қатты түйірлі және сусымалы материалдарды дозалауға мүмкіндік береді; мысалы, теміржол вагондары таразылары, негізгі қателіктері $0,1\%$ -дан жоғары емес. Қолдану тәжірибесінен белгілі, мөлшерді анықтаудың қосынды қателігі материал үлкен үлестермен өлшенген сайын төмен болады. Серіппелі теңестіруші механизмдер өлшеудің жоғары дәлдігі талап етілмеген жағдайларда салмақты құрылғыларда қолданылады.

Күшті электрлік немесе пневматикалық сигналдарға түрлендіруші дозалаушылар көрсеткішті ара қашықтыққа беретін құрылғылармен жабдықталады және автоматты үлесті және үздіксіз дозалау жүйелерінде қолданылады. Автоматты үлестік дозалаушылар, материалдың қатаң анықталған мөлшерін өлшеп алуға мүмкіндік беретін, автомат-кескіштердің әртүрлі тегімен жабдықталған рычагты таразылар базасында орындалады.

Үздіксіз әрекеттегі сусымалы материалдардың автоматты дозалаушылары қатты заттың бір сәттік шығынын тіркейді және технологиялық процестерде жеке ағындардың немесе сусымалы материалдардың ағындары арасындағы қатынасты тұрақтандыру үшін қолданылады. Ең кең тараған түрі автоматты таспалы салмақтық дозалаушылар, оларда материал үздіксіз қозғалыстағы таспалы тасымалдағышта тартылады, ал таразылау нәтижелері бойынша оның шығыны реттеледі.

Үздіксіз әрекеттегі таспалы автоматты дозалаушының принципіалды сұлбасы 27-суретте кескінделген. Ол таразылаушы құрылғының 2-4 тұтқалары жүйесіне ілінген, таспалы тасымалдағыштан 1 тұрады. Таспа қозғалысқа электрқозғалтқыш 5 пен жетек арқылы келтіріледі, ол тасымалдағыштың рамасына орнықтырылған. Шанаптан сусымалы материал қозғалыстағы таспаға



27 -сурет. Автоматты таспалы салмақ мөлшерлегішінің
принциптік сұлбасы:

1 – таспалы тасымалдағыш; 2, 3, 4 – тұтқалар;
5 – электрқозғалтқыш; 6 – электрдірілдеткішті қоректендіргіш;
7 – жүк; 8 – датчик; 9 – қосалқы аспап; 10 – электрлік реттегіш

электрдірілдеткішті қоректендіргішпен 6 беріледі. Материал массасы тасымалдағышта жүкпен 7 теңестіріледі.

Таспадағы материал массасы өзгерген кезде 4 тұтқамен бірге, қосалқы аспапқа 9 қосылған, шығысында сигнал қалыптасатын, дифференциалды-трансформаторлық типті датчиктің 8 плунжері массаның өзгерісіне пропорционал. Бұл сигнал электрлік реттегішке 10 беріледі, оған массалық шығынның G_0 берілген мәні де енгізіледі. Реттегіш электрдірілдеткіш қоректендіргішке әсер етеді. Таспадағы материал салмағының азаюы кезінде, реттегіште пайда болатын ауытқу сигналы, дірілдеткіштің тербелісінің амплитудасын ұлғайтады, соның нәтижесінде материалдың берілуі теңесу қалпына келгенге дейін ұлғая береді. Электрдірілдеткіш 50 Гц жиілікте және 1 мм дейінгі амплитудада тербеледі. Тербеліс амплитудасының өзгерісі дірілдеткіштің электрмагниттерінің катушкаларындағы токтың өзгеруі есебінен жүреді.

Тасымалдағыштың таспасының тұрақты жылдамдығы кезіндегі дозалағыш арқылы массалық шығын G_r (кг/с) тең болады:

$$G_r = gv \quad (53)$$

мұндағы: g – таспадағы сусымалы материалдың ұзындықты массасы, $кг/м$; v – таспаның қозғалу жылдамдығы, $м/с$.

3.4. Түсті металлургия өнімдерінің фазалық құрамын рентгендік дифракциялық әдіспен талдау

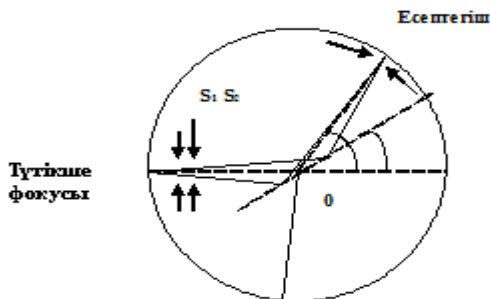
Жұмыстың мақсаты: дифрактограмма түсіруге үлгілерді дайындау және дифрактограмманы түсіріп алу, белгісіз материалды идентификациялау. ASTM рентгендік эталондарын қолданумен идентификациялауды жүргізу.

Жұмыс істеу принциптері: Фазалық талдау заттың химиялық табиғатын, оның құрамын, құрылысын және құрылымын, зерттелетін материалдың құрамына кіретін фазалардың дисперстілігін және санын талдауды қамтиды.

Фазалық талдау кендер мен табиғи минералдарды, металдар мен қорытпаларды, керамикалық, отқа төзімді және құрылыс материалдарын талдап, зерттеуде қолданылады. Қара, түсті, жеңіл, сирек металдар мен басқа материалдардың (шлактар, штейндер, агломераттар, шламдар және т.б.) металлургиялық өндірісіндегі бастапқы, аралық және соңғы өнімдеріне фазалық талдауды жүргізуге болады.

УРС-50 ИМ дифрактометрi. Дифрактометрдің жинағына жұмыс столы, гониометрлік қондырғы және өлшегіш тұрағы кіреді. Жұмыс столында гониометр мен рентген түтікшесінің қаптамасы орнатылған. Бергі жағындағы ашылатын қабырғасына анодты тоқты тұрақтандырғыш щит қойылған. Столдың ішіне рентген түтікшесін қоректендіретін генераторлық қондырғы орнатылған.

Гониометр, қондырғының құрылысы және суретке түсірудің геометриясы. Жеке дифракциялық сызықтарды экспозициялау уақыты аз болғандықтан, дифрактометрлерде фокустаушы әдістерді қолданады. Барлық дифрактометрлерде фокустауды 28-суретте көрсетілген сызба бойынша Брегг-Брентано әдісі бойынша жүзеге асырады.



28-сурет. Гониометрдегі сәулелердің Брегг-Брентано әдісі бойынша жүру жолдары

Рентген түтікшесімен шығарылатын сәуле шоғыры шектеуші $S_1 S_2$ саңылаулары арқылы өтіп үлгінің жазықтығынан дифракцияланып есептегіштің S_3 саңылауына фокусталады.

Түтікшенің фокусы, үлгі жазықтығы (гониометрдің өсі) және есептегішке кіретін саңылау жазық бетте орналасқан радиусы R болатын бір шеңберде жатыр. Фокус-үлгі және үлгі-есептегіш саңылауы бір-бірімен тең. Осы жағдайларда есептегіштің қабылдау саңылауына шағылысқан шоғырлардың фокусталуы жүреді. Дифракциялық суретті автоматты тіркеу кезінде фокустау шартын сақтау үшін есептегіштің бұрыштық айналу жылдамдығы үлгінің айналу жылдамдығынан екі есе көп болуы керек.

Шоғырдың көлденең бағыт бойынша таралуы $S_1 S_2$ және S_3 саңылауларының ендерімен реттеледі, оның тік бағыт бойынша таралуы бірімен бірі параллель, нәзік металдық пластиналар болып табылатын Соллер саңылауларының қолданылуымен және оның биіктігін шектеумен жүзеге асады.

Суретке түсірудің геометриясын анықтайтын бөлшектер (саңылаулық қондырғылар, үлгі мен есептегішті ұстағыштар) гониометрлік қондырғыға орнатылады. Есептегіш пен үлгіні ұстағыш столы гониометрдің өсі бойынша түрлі бұрыштық жылдамдықтармен айналдырылады. Айналдыруды бірге және де $\frac{1}{2}$ қатынаспен бөлек жүргізеді. Ол үшін арнайы ұстағыштар бар.

Үлгі мен есептегішті бұру бұрыштары сәйкес лимба шкаласы бойынша саналады. Гониометрде есептегіш пен өзіндік жазғыштың диаграммалық таспасының үйлесімсіз қозғалысынан пайда болатын қателіктерді болдырмау үшін диффрактограммада бұрыштық белгілеулер алуға арналған қондырғы орнатылған.

Гониометр – дәл механикалық-оптикалық қондырғы, сондықтан онымен жұмыс істегенде сақ болу керек, себебі болмайтын соққылар мен тербелістер оның юстировкаларын бұзып, істен шығаруы мүмкін. Қондырғыны юстировкалаудың мәні - рентген сәулесінің шоғырларын түтікшенің фокусының тар саңылаулары (0,05-0,1 мм) және есептегіштің нөлдік жағдайында максималды өткізу және түтікше фокусы - гониометр өсі есептегіштің қабылдау саңылауы қашықтықтарының бір-бірімен тең болуы.

Тәжірибелік бөлім

Диффрактограмманы түсіру және есептеу.

Ірі кристалды немесе монокристаллы кесек материалдарды алдымен ағат келісінде немесе кез келген басқа ұсақтағыш қондырғысында үгітіп, ұсақтап алу қажет, содан кейін алынған ұнтақты елеп, өлшемі 70 мкм аспайтын фракцияларды талдауға бөліп алу қажет. Фазалық талдау нәтижелері дұрыс болуы үшін, диффрактометрде зерттелетін үлгінің жалпы массасы 500 мг кем болмауы тиіс.

Диффрактометрде рентгендік сәулелер жолына жалпақ препаратты қойып, рентгенограмманы түсіріп алады. Горизонтальды бетте гониометрдің тік өсі бойымен $V_{\text{есепт.}} = 2 V_{\text{үлгі}}$ жылдамдық қатынасымен үлгі мен есептегіш автоматты түрде айналдырылады. Бұл жағдайда диффракциялық суреттің интенсивтілігін шағылысудың әр түрлі бұрышымен өлшейді. Есептегіштің көрсеткіші есептегішпен қоса айналатын диаграммалық лентада тіркеледі. Нәтижесінде, лентада диффракциялық суреттің шағылысу бұрышына тәуелділік кисығы- диффрактограмма тіркеледі.

Поликристалдық үлгінің графигі шыңдар қатарын береді. Әр шың жазықтықтар ара қашықтығы d -болатын жазықтықтар сериясының ($h k l$) қатарынан n -реттік шағылған сәулені береді.

Вульф-Брегг теңдеуі бойынша, шыңның дифрактограммадағы орны (θ бұрышы) λ толқын ұзындығы сәлесімен суретке түсіргенде d/n қатынасымен анықталады:

$$\sin \theta = n \lambda / 2 d \quad (54)$$

d/n қатынасы жақын рефлексстер дифрактограммада бір-бірімен қабысып, оны шешіп оқуды қиындатады. Мүмкін болатын қабысулардың саны d/n рефлексстердің санына пропорционал болады. Элементарлы ұяшығы кіші, кристалдары жоғары симметриялы жағдайларда ол өте аз болады.

Препараттарды дайындау.

Үлгілерді рентгендік фазалық талдауға дайындау аса мұқият жүргізілуі тиіс. Себебі фазалық талдаудың нәтижесі үлгінің сапасына тәуелді болады. Сол себептен, зерттелетін затты дисперстілікке, ауаға тұрақтылыққа, құрылымдық ерекшеліктерге, мысалы, қабат-қабаттан тұратындығына тексеру қажет.

Көп жағдайларда түсті металлургия өнімдері негізінен өлшемдері әр түрлі түйіршікті масса, яғни ұнтақты болғандықтан осындай объектілерді зерттеу рентгендік талдаудың ұнтақты әдісі деп аталады.

Ірі кристалды немесе монокристалды кесектелген материалдарды алдымен ұсатып алу керек. Ұсақтауды ағат немесе басқа ұсатушы қондырғыларында жүргізеді. Содан соң алынған ұнтақты елеп, өлшемдері 70 мкм-ден аспайтын фракцияларды бөліп алып талдауға болады.

Фазалық талдаудың нәтижелері дәл болуы үшін дифрактометрдегі зерттеуге алынған үлгінің жалпы мөлшері 500 мг-нан кем болмауы керек.

Поликристалдардың дифрактометриясында жатық препарат қолданылады. Әдетте бұл ұнтақ немесе ұнтақтан престелген таблетка, ауыр үлкен кристалдық дененің кесіндісі, мысалы металл. Ұнтақтағы бөлшектердің тиімді өлшемі ~10 мкм.

Препаратты ағат келісінде ұнтақталған ұнтақты кюветада престеумен дайындайды. Кювета өзінің кескінін бермейтін, ортасы ойықша келген аморфты материалдан (эбонит, шыны және т.б.) жасалған дөңгелек диск. Ойықшаның тереңдігі 2 мм-ден, диаметрі 15-20 мм-ден аспайды.

Дайын ұнтақты кюветаның ойықшасына салып, бетіне шыны пластина қойып, ақырындап сілкілеп, бетін тегістеп престейді. Престелген ұнтақтың бетіне бірнеше тамшы спиртті тамызып, кепкеннен кейін үлгіні гониометрдің ұстағышына орнатады.



29-сурет. Поликристалл үлгісінің дифрактограммасы

Кристалдық фазаларды идентификациялау. Әр кристалдық фаза жеке, өзіне тән сызықтардың орналасу реті мен олардың интенсивтіліктерімен анықталатын дифракциялық карточка беретіні белгілі. Бірнеше фазалардың қоспасының рентгенограммасы оның әрқайсысының рентгенограммаларының қабаттасуын береді. Сондықтан бір немесе бірнеше фазалардың қоспасын анықтау белгілі және зерттелетін заттардың дифрактограммаларын салыстыру арқылы жүргізіледі. Минералдарды рентгенометрлік анықтау эксперименттік мәндерді (d және J) анықтамадағы d және J мәндерімен салыстыру арқылы жүргізіледі.

Сонымен қатар, рентгенограммада бірінші жарқын, d мәні үлкен сызықтың көрінбей қалуы немесе интенсивтілігі төмен болуы мүмкін. Осыған байланысты анықтаушының кілтіне кіру бес интенсивті сызықтар үшін берілген. Егер бірінші сызық бойынша зат анықталмаса, онда келесі жарқын сызығы 1,426 үшін кілттегі d мәні қарастырылады. Келтірілген мысалда таңдап алынған сызықтар анықтамадағы L-темірі үшін көбірек сәйкес келеді. Анықтамадан сәйкес кестені тауып, үлгінің рентгенограммасындағы барлық сызықтарын тексергеннен кейін, соңғы қорытынды жасалады (4-кесте).

**Рентгенограмма бойынша, анықтамадан алынған
мәндермен есептелген интенсивтіліктер мен жазықтықтар
арақашықтықтарын салыстыру**

Сызықтар нөмірі	Рентгенограммдан		Анықтамадан	
	J	d	J	d
1	3	(2,192)*	3	(2,233)
2	10	1,997	9	2,022
3	2	(1,507)	3	(1,528)
4	8	1,426	7	1,430
5	4	(1,286)	4	(1,289)
6	9	1,1691	10	1,168
7	1	(1,1173)	2	(1,117)
8	8	1,0139	7	1,012
* Жакшаның ішінде келтірілген жазықтықтар арақашықтығы β-сәулеленуге тиісті.				

Минералдар коспасының фазалық құрамын анықтауда рентгенограммадағы бір сызықтың бірнеше фазаға жауап беретіндігі қиыншылық тудырады. Оның ішінде фазаның негізгі құрам бөлігін құрайтын коспаның сызықтары өте жиі кездесіп отырады. Сондықтан коспаның фазалық құрамын анықтауды негізгі фазаны табудан бастайды. Негізгі фазаны анықтап, қалған сызықтардың ішінен интенсивтілігі ең жоғары сызықты таңдап алып екінші фазаны идентификациялайды. Осылайша әрі қарай үшінші, төртінші және т.б. фазаларды анықтау жүргізіледі.

Жұмысты орындау тәртібі.

Зертханалық жұмысты орындамас бұрын осы әдістемелік нұсқаумен мұқият танысып шығу қажет. Сонымен қатар, теориялық бөлімнің конспектісін жазып алып, оның негізгі ережелерін есте сақтау керек.

Тәжірибелік бөлім үлгіні дайындаудан басталады. Үлгіні дайындау тәртібі: белгісіз заттың алынған үлгісін ағат келісінде жақсылап ұсақтап, елеудің көмегімен зерттеу үшін ірілігі 10 мкм фракцияны бөліп алу қажет. Содан кейін препаратты кюветаға

престеп салып, ұнтақтың нығыздалуы үшін спиртпен ылғалдайды. Дайын үлгіні рентген аппаратының гониометріне орнатып, дифрактограмманы жазуды бастайды.

Жазба аяқталғаннан соң дифрактограмманы диаграммалық таспадан жыртып алып, оны анықтауға кірісу керек. Онда алдын ала жазбаның мезгілі мен үлгінің атауын, жазуға қолданылған рентген сәулесін, және де дифрактограмманың жазу жылдамдығын белгілеу керек. Осы мақсатта үшкірленген қарандашпен дифракциялық сызықтардың қарқындылықтар максимумдары арқылы белгілер қою қажет, ал дифрактограмманың ең төменінде 10° арқылы 2θ бұрышын қою. Содан соң миллиметрлі сызғышпен барлық сызықтардың бұрыштарын өлшеу керек және Гиллердің кестесін қолдана отырып, олар үшін жазықтықаралық қашықтықтарды жазу жүргізіледі. Осыдан кейін, белгісіз материалды идентификациялауға кірісуге болады. Бұл тотықтар, сульфидтер немесе интерметалдтер және т.б. түріндегі химиялық қосылыстар бола алады. Идентификациялауды ASTM рентген эталондарының картотекасын қолдана отырып жүзеге асыруға болады.

Затты идентификациялау алдында жұмыс жетекшісі зерттелетін үлгінің химиялық құрамын жариялайды.

3.5. Рентгендіфазалық талдау әдісі

Рентгендіфазалық талдау зерттелетін затты құрайтын (таза металл немесе күрделі қатты зат болсын, жай немесе күрделі химиялық қосылыс болсын) әр мономинералдық бөліктің объективті сапалы бағасын береді. Бірақ олардың әр қайсысының, монофазаның фундаментальды сипаттамасы болып табылатын, жеке кристалдық торы болуы керек. Кристалдық торлары бірдей болатын екі түрлі кристалдық зат болмайды. Сонымен бірге химиялық құрамдары абсолютті түрде бірдей болғанымен, кристалдық торлары әр түрлі болады (полиморфизм, аллотропиялық түрлер, мысалы TiO_2 титанның қос тотығы – TiO_2 - рутил және анатаз, кальций карбонаты CaCO_3 - кальций және арагонит, темір- α және γ -модификациясы және т.б.).

Рентгендіфазалық талдаудың негізгі мақсаты – дифрактограммалар негізінде зерттелетін қатты заттың құрамына кіретін әр түрлі кристалдық фазаларды идентификациялау. Әр кристалдық дененің тек қана өзіне тән дифрактограммасы, басқаша айтқанда жазықтықтар арақашықтығының d жинағы мен дифракциялық максимумдарға сәйкес интенсивтіліктерінің мәндерінің I жинағы болады.

Сонымен бірге, рентгендіфазалық талдаудың негізі – зерттелетін затта компоненттер арасында ешқандай әсерлесу болмаса, олардың әрқайсысы монофазалық күйіне сәйкес, басқа құраушыларға тәуелсіз өзінің дифракциялық сызықтарының спектрін береді. Жаңа фазаларды қосу немесе құрамдағы фазаның біреуін жою – қалған фазалардың дифракциялық суретін өзгертпейді. Қоспаның дифрактограммасы монофазалық заттардың жазықтықтар арақашықтары d өзгермеген рентгенограммаларының қосындысы болып табылады. Дифрактограмманың түрі заттың химиялық құрамы мен құрылымына тәуелді, осыған байланысты түрлі кристалдық материалдар сызықтардың интенсивтілігі мен саны, олардың орналасуы бойынша ажыратылатын дифракциялық суреттер береді.

Егер екі жай заттың кристалдары араласқан болса, онда олардың дифрактограммалары бір-біріне әсер етпей суретте қабаттасып келе береді. Қандай да бір ұнтақты үлгінің дифрактограммасында белгілі бір кристалдық заттың (эталонның) дифрактограммасындағыдай интенсивтіліктердің сол қатынасымен және сол бұрыштағы сызықтардың ретін тапсақ, онда зерттелетін үлгінің құрамында осы заттың бар екендігі туралы қорытынды шығарамыз. Бұл – рентгендіфазалық талдаудың негізгі ережесі болып табылады.

Рентгендіфазалық талдаудың негізгі артықшылығы (химиялық талдауға қарама-қарсы, яғни үлгі алдымен ыдыратылады да, соның нәтижесінде пайда болған иондар анықталады, спектрлік талдауда – үлгі электр доғасында немесе ұшқында бұға айналдырылып, жеке атомдарға ыдыратылады және олардан өткен сәулелінің интенсивтілігін өлшейді) – талдау барысында ешқандай өзгеріске түсірілмеген қатты дененің өзі зерттеледі және оның нәтижесі ретінде сол затты немесе оны

құраушыларын тікелей анықтау болып табылады. Рентгендік сәулелер көмегімен кристалдарды, яғни қосылыстың өзін зерттейді; полиморфты заттарды зерттеу барысында рентгендік сәулелер сол полиморфты затқа тән жеке модификацияларды ажыратуға мүмкіндік береді.

Рентгендіфазалық талдаудың артықшылығы – заттың өте аз мөлшерін зерттеуге болады және ол зерттеу барысында басқа талдау әдістеріндегідей бұзылмайды және қайтымсыз шығындалмайды.

Егер үлгі екі немесе одан да көп кристалдық заттардан тұратын болса, онда дифрактограммадағы сызықтардың интенсивтіліктері жеке бөлшектердің өлшеміне, сонымен бірге ұнтақтың түрлі бөлшектерінің сәулені жұту коэффициентіне және бүкіл қоспаның сәулені жұтуының орташа коэффициентіне өте қатты тәуелді болады. Мысалы, кейбір жағдайда екі фазалық қорытпада, бірінші фазаның сәулені жұту қасиеті екінші фазамен салыстырғанда өте күшті болуына қарай, дифрактограммада тек қана соның сызықтары табылып, екінші фазаның сызықтары, қоспада оның үлесі 30-40% болғанымен, мүлдем табылмауы да мүмкін.

Рентгендік толқындардың шоғыры атомдар жинағына түсетін болса, ондағы әр атом рентгендік сәулені шашыратады. Егер атомдар кристаллографиялық (h , k , l) жазықтығына сәйкес атомдық тордың түйіндерінде орналасқан болса, онда қасиеттері ерекше болатын шашыраудың екі бағыты пайда болады. Екі бағытта да, атомға түсетін толқынның шегі мен жаңа, шашыраған толқынның шегіне дейінгі ара қашықтық жазықтықтағы барлық атомдар үшін бірдей болады. Бұл бағыттардың бірі біріншілік сәуленің түсу жолына, екіншісі – атомдар орналасқан жазықтықтардан шашырату бағытына сәйкес болады. Сонымен, жазықтықтағы атомдармен сәуленің шашыратылуы жазықтықпен шашыратылғанмен бірдей болады.

Атомдық торды бір-бірінен бірдей қашықтықта жатқан шексіз параллель жазықтықтардың қабысуы деп қарастыруға болады. Қарастырылатын жазықтық ретінде тордың кез келген рационалды (h , k , l индекстері – бүтін сандар) жазықтығын алуға болады, торды сол жазықтыққа параллель жазықтықтардың

жинағы ретінде қарастыруға болады. Осындай жазықтықтардың жинағы рентген сәулелерін шағылыстырады. Егер екі жазықтықты қарастырсақ және оған белгілі бір бұрышпен θ және толқын ұзындығымен λ сәуле түсетін болса, онда түсетін сәуленің бастапқы шегінен жазықтыққа дейінгі және сол жазықтықтан шашыраған сәуленің соңғы шегіне дейінгі жүрген жолдарының ұзындығы төменгі жазықтық үшін (d - жазықтықтар ара қашықтығы), әдетте, үлкен болады. Бұл кездегі жүріс айырымы:

$$\Delta = AB + BC = 2AB \quad (55)$$

$$AB = d \sin \theta, \quad (56)$$

болғандықтан, жүрістің жалпы айырмасы келесідей болады:

$$\Delta = 2AB = 2 d \sin \theta \quad (57)$$

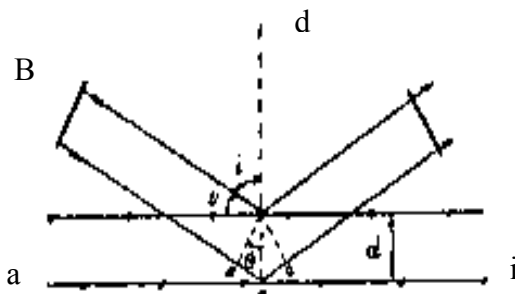
Егер екі жазықтықты бір фазалы сәулемен шағылыстыратын болсақ, онда жүріс айырмасы Δ толқын ұзындығының тұтас санын құрауы керек, яғни $n\lambda$, мұндағы n – тұтас сан. Демек, бір фазадағы таралу келесідей:

$$n\lambda = \Delta 2 d \sin \theta. \quad (58)$$

Бұл шарт Вульф-Брегг заңы ретінде белгілі.

(58) теңдеуге жазық бет аралық қашықтығы d және сырғанау бұрышының θ кіретінін айта кету керек. Геометриялық оптика тұрғысынан, сырғанау бұрышы θ құлау бұрышына қосымша болады I (30-сурет), λ - рентгендік сәулелену толқынының ұзындығы.

Кристалға бір толқын ұзындығымен рентген сәулесінің шоғыры түсетін болса, сәуле және кристалл жазықтығы арасындағы бұрыш осы теңдеуге жауап бермейінше шағылысу болмайды. Егер шоғырда әртүрлі толқын ұзындықты сәуле болса, берілген бұрышта толқын ұзындығы тек қана осы теңдеуді қанағаттандыратындай сәулелер ғана шағылысып, қалғандары шағылыспайды.



30-сурет. Вульф-Брегг теңдеуінің қорытындысына

Бұл теңдеу бойынша рентген сәулесінің толқын ұзындығын анықтауға болады. Бұл үшін жазықтықтар ара қашықтығы белгілі d кристалл болуы қажет. Вульф – Брегг теңдеуін ϑ - бұрышына қатысты шешіп алатынымыз:

$$\sin \vartheta = \frac{\lambda}{2} \cdot \frac{n}{d} \quad (59)$$

мұндағы: $\frac{\lambda}{2}$ шамасы – эксперимент жағдайларында тұрақты болады.

h – бүтін дискретті мәндер, d - (h, k, l) жазықтығы үшін тек қана дискретті мәндер қабылдайды. ϑ шамасының да тек қана белгілі дискретті мәндері болады. ϑ - бұрышының мүмкін болатын мәндері (58) теңдеудің бірінші бөлігі 1-ден үлкен бола алмайды: $\sin \vartheta \leq 1$.

Осылайша, кристалдың рентген сәулесін шағылыстыратын ϑ - бұрышы d - жазықтықтар ара қашықтығымен анықтала алады. Мұндағы d - жазықтықтар ара қашықтығы тек қана тордың ұяшығының өлшеміне байланысты және де ешқашан элементарлы ұяшықтағы атомдардың орналасуына тәуелді болмайды. Бұл - кристалдан шағылысқан рентген сәулесінің кескіндері кристалды түзетін атомдардың орналасуына емес, тек қана тордың кеңістіктік сипаттамасына ғана тәуелді екендігін

білдіреді. Осыған байланысты химиялық құрамы әр түрлі болғанымен, элементарлы ұяшығының өлшемдері мен түрлері бірдей болатын кристалдар кескіндері бірдей рентгенограммалар береді.

Кристалдан, яғни түрлі атомдық торлардан рентген сәулесінің түрлі (h, k, l) жазықтықтар бойынша шағылысуының салыстырмалы интенсивтіліктері бірін-бірі интерференциялайды. Сондықтан, (h, k, l) шағылысудың интенсивтіліктерінің жинағы тек қана атомдардың орналасуына тәуелді болады.

Қорыта келгенде, кристалдан сәуленуін шағылысу бағыты элементарлы ұяшықтың өлшемі мен түріне, ал бұл шағылысулардың салыстырмалы интенсивтіліктері атомдардың элементарлы ұяшықтарында орналасуына тәуелді болады.

Кристалдық құрылымның өзі элементарлы ұяшық пен ондағы атомдардың орналасуына байланысты болады. Сондықтан, кристалдан шашыраған сәуленің бағыты мен салыстырмалы интенсивтіліктері оның кристалдық құрылымын анықтайды. Әр кристалдың рентгенограммасы (дифрактограммасы) сол кристалды басқа заттардан айырып тануға мүмкіндік беретін жеке сипаттамасы және оны кристалдық денені идентификациялау үшін қолдануға болады.

Бұл жағдай кристалдық денелерді идентификациялауға ұнтақ әдісін қолданудың ғылыми негізі болып табылады.

Рентгендік дифрактометрлер.

Соңғы уақытта рентгенқұрылымдық талдауда дифрактометрлер – кванттық есептегіштер көмегімен дифракциялық суретті тіркейтін аппараттар, яғни зерттелетін объектіден дифракцияланған рентген сәулелерінің интенсивтілігі мен бағытын өлшейтін рентген аппараттары кеңінен қолданыс тапқан. Бұл біріншіден, үлгінің үлкен бөлімінің сәулеленуімен байланысты және екіншіден, θ бұрыштарының барлық интервалында 0-ден 90° дейін, шашыраған сәулелердің фокустануы жүреді.

Кристалдық фазалады идентификациялау.

Әр кристалдық фаза сызықтардың интенсивтілігімен орналасу реті бойынша ерекшеленетін жеке, тек өзіне тән дифракциялық сурет береді. Бірнеше кристалдық фазалардың қоспасы әрқайсысының рентгенограммалары бір бірімен

қабысқан нәтижелік рентгенограмма береді. Бір немесе бірнеше фазалардың қоспасын анықтау белгілі және зерттелетін заттардың дифрактограммаларын салыстыру арқылы жүргізіледі. Минералдарды рентгенометрлік талдау эксперименттік жолмен табылған d және I_0 мәндерін кестедегі мәндермен салыстыруға негізделген.

Әр кристалдық фаза жеке, өзіне тән сызықтардың орналасу реті мен олардың интенсивтіліктерімен анықталатын дифракциялық карточка беретіні белгілі. Бірнеше фазалардың қоспасының рентгенограммасы оның әрқайсысының рентгенограммаларының қабаттасуын береді. Сондықтан бір немесе бірнеше фазалардың қоспасын анықтау белгілі және зерттелетін заттардың дифрактограммаларын салыстыру арқылы жүргізіледі.

Рентгенометрлік минералдарды анықтау эксперименттік мәндерді (L және M) анықтамадағы мәндермен салыстыру арқылы жүргізеді.

Эталондық рентгенограммалардың толық жинағы болып Американдық материалдарды зерттеу қоғамы 1970 жылға дейін шығаратын (ASTM) «Рентгенометрлік картотекасы» табылады. Одан кейінгі жинақтарды Біріккен Ұнтақтық дифракциялық стандарттар комитеті шығарып отыр. Қазіргі кездегі картотека құрамында 29 шығарылымы (бөлімі) бар, оның ішінде бейорганикалық және органикалық қосылыстар мен минералдардың дифракциялық мәндері болатын 30000-нан астам карточкалары бар.

Рентгенметрлік анықтамада минералдардың және химиялық формулалардың интенсивтілігі жоғары үш, бес немесе сегіз сызықтары көрсетілген және олардың аттары бойынша көрсеткіші бар.

Егер белгілі минерал немесе қосылыс үшін рентгендік мәндерді табу керек болса, ол үшін алфавит және минерологиялық немесе химиялық қасиеттері бойынша құрастырылған көрсеткішті қолданған ыңғайлы. Зерттелетін үлгінің химиялық құрамы белгісіз болған жағдайда интенсивтілігі күштірек сызықтарға сәйкес жазықтықтар арақашықтығы бойынша минералды немесе қосылысты табуға болатын кілтті қолданған жөн.

Рентгенограмманы есептеуден табылған d және J мәндеріне, әдетте кілттегі бірнеше заттар жауап береді. Олар үшін анықтамадан толық мәндері бар карточкаларды тауып, эксперименттік мәндермен салыстырады. Егер, бір минералды анықтағаннан кейін рентгенограммада қосымша сызықтар көрінсе, оның ішінен интенсивтілігі жоғары бірнеше сызықтарды таңдап алып, үлгіге кіретін екінші минералды анықтауға болады. Мысалы, рентгенограмманы есептеу нәтижесінде, кестеде келтірілгендей, d және J мәндері табылады. Бірақ заттың құрамы белгісіз. Интенсивтілігі жоғары болып 2, 4, 6 және 8 сызықтар табылды. Олардың ішінен d (1,997) мәні жоғары сызықтарды таңдап алып, кілт бойынша анықтауыштан d -ның бүкіл мәндерін 1,997 ($\pm 0,05$) жақын, кестенің бірінші бағанасынан қарау керек.

Сонымен қатар, рентгенограммада бірінші жарқын, d мәні үлкен сызықтың көрінбей қалуы немесе интенсивтілігі төмен болуы мүмкін. Осыған байланысты анықтауыштың кілтіне кіру бес интенсивті сызықтар үшін берілген. Егер бірінші сызық бойынша зат анықталмаса, онда келесі жарқын сызығы 1,426 үшін кілттегі d мәні қарастырылады.

3.6. Қысымды бақылауға және өлшеуге арналған әдістер мен аспаптар

Өлшем бірлігі. Қысымды өлшеуші аспаптар сыныптамасы.

Қысым – деп дене бетінің бірлігіне дұрыс әсер ететін бірқалыпты таралған күш аталады. Қысым атмосфералық (барометрлік), артықша және абсолюттік болып бөлінеді. Тұйықталған көлемдегі артықша қысым P_a атмосфералықтан жоғары қысым шамасын көрсетеді P_6 . Тұйықталған кеңістіктегі абсолюттік қысым P_a атмосфералық және артықша қысымдар қосындысына тең. Абсолюттік қысым газ бен будың бір күйден екіншісіне көлемдік шығынын қайта есептеуде, әртүрлі сұйықтардың қайнау температурасын анықтау кезінде және т.б. пайдаланылады.

Егер абсолюттік қысым атмосфералықтан кем болса, онда артықша қысым теріс болады және сиреу немесе вакуум деп аталады.

СИ жүйесінде қысым бірлігі ретінде ньютонның метр квадратқа қатынасы алынады (H/m^2). Бұл бірлікті паскаль деп атап, *Па* белгілейді.

Атмосфералық қысымды өлшеуге арналған аспаптар барометрлер, артықша қысымды өлшеушіні – манометрлер деп, атмосфералықтан төмен қысымды өлшеушіні – вакуумметрлер деп атайды, қысымдар айырмасын (қысым құламасы) – дифференциалды манометрлермен өлшенеді. Аз қысымдарды немесе атмосфералыққа жақын сиреуді (5×10^3 *Па* шамасында) өлшеу үшін микроманометрлер қолданылады.

Әрекеттену принципі бойынша қысымды өлшеуші аспаптар келесі негізгі топтарға бөлінеді:

- сұйықтық, мұнда өлшенетін қысым сұйық бағанасы қысымымен теңестіріледі;
- серіппелі (деформациялық), мұнда өлшенетін қысым әртүрлі серпімді сезімтал элементтер деформациясының шамасы бойынша немесе солардан туатын күш шамасы бойынша анықталады;
- жүк поршеньді, мұнда өлшенетін қысым поршень мен жүктерден пайда болатын қысыммен теңестіріледі;
- электрлік, оның әрекеті қысымның қандайда бір электрлік шамаға түрленуіне немесе қысым әсерінен материалдың электрлік қасиетінің өзгерісіне негізделген.

Қысымды өлшеуге арналған сұйықтық аспаптар.

Бұл аспаптарда өлшенетін қысым немесе сиреу жұмысшы сұйық бағанасының гидростатикалық қысымымен теңестіріледі, жұмысшы сұйық ретінде спирт, трансформаторлық май, су және кейде сынап қолданылады. Сұйықтық аспаптардың қателіктері төмен, сондықтан оларды бақылаушы және үлгілі аспаптар ретінде қолданады.

Қарапайым сұйықтық аспап U-тәріздес манометр болады. Оң және сол жақтарындағы қысымның қатынасына тәуелді

сұйықтың деңгейі өзгереді. Осы деңгейлердің айырмасы қысымның өлшенетін құламасын көрсетеді. Өлшенетін қысым P қабылданған бірліктерде келесі теңдеумен анықталады:

$$P = P_0 - P_c = H(\rho - \rho_c)g \quad (60)$$

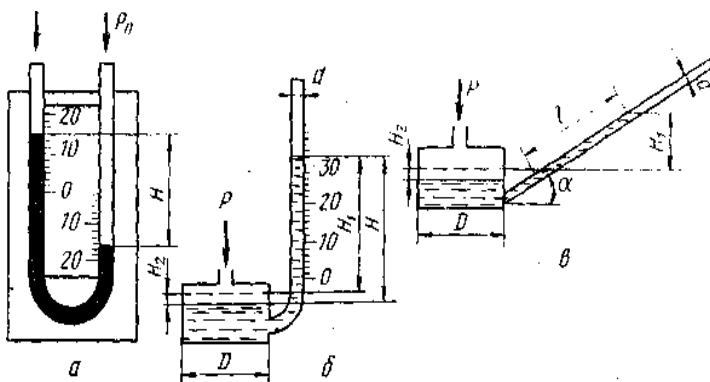
мұндағы: P_0 және P_c – оң және сол жағындағы қысымдар, $Па$; H – сұйық бағанасының биіктігі, $м$; ρ және ρ_c – жұмысшы сұйық пен оның үстіндегі ортаның тығыздығы, $кг/м^3$; g – еркін түсу үдеуі, $м/с^2$.

Егер $\rho > \rho_c$, онда (60) теңдеудің өрнектелуі жеңілденіп, келесі түрде жазылады:

$$P = H \cdot \rho \cdot g \quad (61)$$

Бұл манометрлермен қысымды өлшеудегі ең үлкен абсолюттік қателік - биіктіктің (H) 2 мм-ден аспайтындығы. Мұндай манометрлердің өлшеуінің жоғарғы шегі 100, 160, 250, 400, 600 және 1000 мм құрайды. Демек, келтірілген қателік 2%-дан 0,2%-ға дейінгі шекте жатады.

Бір құбыршалы тостағанды манометрде (31-сурет) бір иығы үлкен қималы s ыдыспен алмастырылған.



31-сурет. Құбыршалы сұйықтық манометрлер сұлбасы

Бұл жағдайда өлшенетін қысым (P) келесі қатынаспен анықталады:

$$P = H_1 \rho g (1 + f/s) \quad (62)$$

мұндағы: $H_1 = (H - H_2)$ – шкаланың нөлдік белгісінен сұйық бағанасының биіктігі (H_2 – манометр тостағанындағы сұйық деңгейінің ығысуы), м; ρ – тығыздық, $кг/м^3$; f – құбыршаның кимасы, $м^2$.

Әншейінде, f/s қатынасы 0,01 төмен, сондықтан есептеуді байқалмайтын қателіксіз бір деңгеймен H_1 жүргізуге болады.

Аз қысымдарды өлшеу үшін сиреуге (600-2400 Па шамасындағы)

ММН-240 типті еңкіш құбыршалы тостағанды микроманометрлер қолданылады (32-сурет).

$d/D = 1/20$ немесе $f/s = 1/400$ болған кезде, өлшенетін қысымның мәнін келесі өрнектен табуға болады:

$$P = l g \rho \sin \alpha. \quad (63)$$

мұндағы: l – еңкіш құбыршаның ұзындығы, м; α – құбырша еңкіштігінің бұрышы; d – құбырша диаметрі, мм; D – тостаған диаметрі, мм.

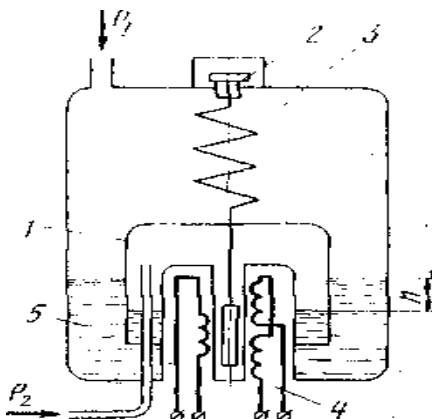
(63) тендеуден l мәнін келесі тендеу арқылы табуға болады:

$$l = P/g * \rho * \sin \alpha. \quad (64)$$

Бұрыштың α және сұйық тығыздығының ρ төменгі кезінде шкала ұзарып, есептеудің үлкен дәлдігін қамтамасыз етеді. Дегенмен құбыршаның еңкіштік бұрышын кеміту кезінде аспаппен өлшенетін шекті қысымда төмендейді. Тостаған спиртпен толтырылады, өйткені ол шыныны аз дымқылдатады және аспап шкаласының бөліну бағасының мәні суға қарағанда жоғары болады.

Еңкіш құбыршалы манометрлерде α бұрышын жеңіл өзгертуге болады, ол өлшеу шегін кеңейтеді. Өлшеу қателігі – 0,6-1,0%-ды құрайды.

32-суретте қоңыраулы дифференциалдық манометрдің құрылғысы көрсетілген.



32- сурет. Қоңыраулы дифференциалдық манометр:
 1 – қоңырау; 2 – шиыршықты корректор; 3 – серіппе;
 4 – катушка жүрекшесі; 5 – сұйық орта

Қоңыраулы дифференциалдық манометр серіппеге 3 ілінген қоңыраудан 1 тұрады.

P_2 қысымы қоңырау астына беріледі, P_1 қысымы - қоңырау үстіндегі ыдысқа, және де $P_2 > P_1$. Бастапқы жағдайда ($P_2 = P_1$) серіппе 3 қоңырау массасы мен қоңырау қабырғасындағы сұйықтың 5 (трансформатор майы) гидростатикалық қысымы арасындағы айырманы теңестіреді. Қысым айырмасының пайда болуы кезінде $P_2 - P_1 > 0$ қоңырау көтеріле бастайды және сұйық h биіктігіне жылжиды. Бұл кезде серіппе сығылады. Жүйе тепе-теңдік күйіне келеді, онда:

$$P_2 - P_1 = \rho gh \quad (65)$$

немесе:

$$y = A (P_2 - P_1) \quad (66)$$

$$A = \pi d^2/4 * \rho * g (d + \delta) \delta \quad (67)$$

мұндағы: y – қоңыраудың орын ауыстыруы, м; ρ – жұмысшы сұйық тығыздығы, кг/м³; d – қоңыраудың ішкі диаметрі, м; δ – қоңырау қабырғасының қалыңдығы, м.

Қоңыраулы дифференциалдық манометрлерде қоңырауға, қашықтыққа көрсеткішті беретін дифференциалды-трансформаторлық жүйенің катушкасы ішінде қозғалатын жүрекше 4 бекітілген. Осы жүйенің көмегімен, өлшенетін қысым құламасына пропорционал мәні (белгісі), екінші аспапқа беріледі.

Жүрекшені бейтарап жағдайға орнықтыру үшін шиыршықты корректор 2 қарастырылған.

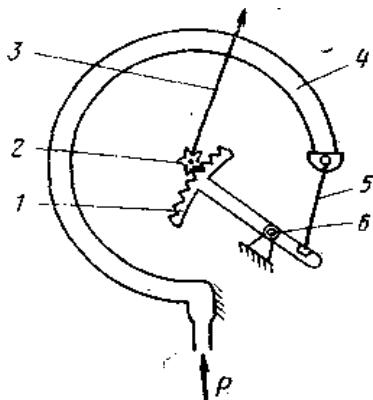
Дифференциалдық манометр жоғары сезімталдықты және өлшеу шектері 40-тан 1000 Па дейін. Негізгі қателігі – 1,5-2,0%-ды құрайды.

Серіппелі манометрлер.

Бұл аспаптарда өлшенетін қысым немесе сиреу әртүрлі текті сезімталды элементтердің (құбыршалы серіппенің, мембрананың, сифонның және т.б.) серпімді қарсы әрекетті күштерімен теңеседі, олардың өлшенетін қысымға пропорционалды, рычагтар жүйесінің көмегімен көрсететін тілге немесе жазушы қаламұшқа жазу үшін беріледі. Қысымды түсіру кезінде сезімтал элемент серпімді деформация есебінен бастапқы күйге қайта келеді. Серіппелі манометрлер құрылысының қарапайымдылығымен, өлшеу шектерінің үлкендігімен, ара қашықтыққа беру мүмкіндігімен және көрсеткіштің автоматты жазылуымен ерекшеленеді. Дегенмен аз қысымдарды өлшеу кезінде серіппелі манометрлердің қателігі сұйықтыққа қарағанда жоғары болады.

Құбыршалы серіппелі манометрлер айналу бойынша бұрыш 270° жуық иілген түрдегі сезімтал элементті, сопақ немесе эллипстік қималы құбыршалы 4 болады (33-сурет).

Құбырдың бір ұшы жабық, ал екінші ұшына арнайы штуцер арқылы өлшенетін қысым Р келтіріледі. Құбырша жалғастырғыш 5 көмегімен тісті сектормен 1 жалғастырылған, ол білікте 6 айналады. Айналу сектордан кішкентай шестерняға 2 беріледі, оның осінде көрсетуші тіл 3 бекітілген.



33-сурет. Құбыршалы серіппелі манометрдің принципіалды сұлбасы:

1 – тісті сектор; 2 – шестерня; 3 – көрсетуші тіл;
4 – эллипстік қималы құбырша; 5 – жалғастырғыш; 6 – білік

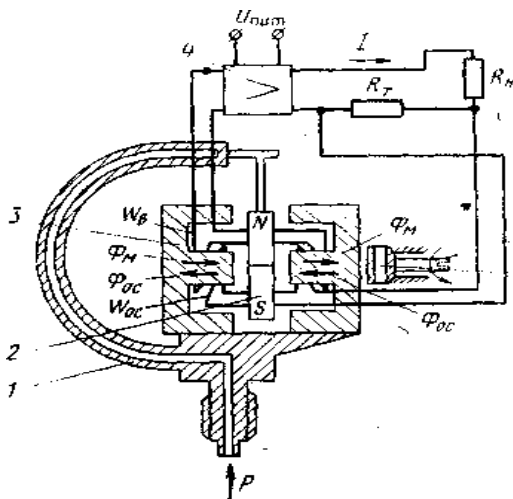
Қысымның P жоғарылауы кезінде құбырша ішінде ол түзеледі және оның еркін ұшы жоғары қарай ығысады. Манометр шкаласы қысым бірлігіне бөлінген.

Бірорамды серіппелі манометрлер 0,025-тен 1000 МПа дейінгі қысымды өлшеу үшін қолданылады және келесідей модификациялары бар: ЖҚМ - жалпы қолданымды манометр; МО және МА (О - оттегілі, А - ауалы); МҚ - құбырлы манометр; МЭД - дискілі корпусында электрлік шығысы бар манометр.

160 МПа дейінгі қысымға арналған көрсетуші, дәлдік сыныптары 1,0; 1,6 және 2,5 манометрлер, вакуумметрлер және мановакуумметрлер автоматты сигнал үшін қосымша құрылғылы болуы керек.

Бұл аспаптардың жұмыс істеу принципі, магниттік ағындардың орын басуымен магнитті модуляциялық түрлендіргіш (ММТ) көмегімен ток сигналына өлшенетін қысым әсерімен сезімталды элементтің жылжуының өзгеруіне негізделген.

СЭМ (серіппелі электрлік манометр) манометрінің принципіалды сұлбасы 34-суретте келтірілген.



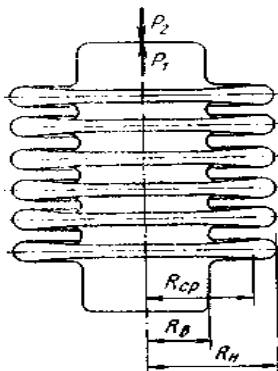
34-сурет. Серіппелі электрлік манометрдің сұлбасы:
 1 – серіппе; 2 – тұрақты магнит; 3 – модуляциялық түрлендіргіш;
 4 – күшейткіш құрылғы

Өлшенетін қысым P бірорамды құбыршалы серіппемен 1 тұрақты магниттің 2 орын ауыстыруына түрленеді, ол басқарушы магниттік ағынды тудырады Φ_M . Осы ағын кері байланысты магниттік ағынмен алмастырылады $\Phi_{КБ}$, бұл кері байланыстың орамдарында $W_{КБ}$ тұрақты ток I өткен кезде пайда болады. Ағынның $\Phi_{КБ}$ өзгеруі кезінде магнитті модуляциялық түрлендіргіштің 3 жүрекшелерінің магниттелуі өзгереді, ал оның орамдарында W_B күшейткіш құрылғының 4 шығысына берілетін, келіспеу сигналы пайда болады. Күшейткіштің шығу тогы I біремізгілде ара қашықтыққа берілу сызығына және кері байланыс орамына беріледі. Аспаптың өлшеу диапазоны кедергінің өзгеруі R_T есебінен күйге келтіріледі, ал нөлді күйге келтіру - винттің көмегімен тұрақты магниттің орын ауыстыруымен орындалады.

Сериялық шығарылатын бірорамды серіппелі манометрлердің негізгі қателіктері – 1,0-1,5%-ға тең. Дегенмен, өлшеудің жоғары дәлдігі қамтамасыз етілмейді, егер көрсетуші тіл жазушы құрылғының қаламұшымен ауыстырылатын болса.

Сильфондық манометрлер.

Өлшеудің жоғары шегі – 0,065-0,15 ДПа манометрлер үшін, вакуумметрлер үшін және көптеген мановакуумметрлерге сезімталды элемент ретінде сильфон қолданылады (35-сурет).



35-сурет. Манометрдің сильфонды сезімтал элементі

Сильфон өзінің биіктігін h шамасына, қысымның құламасына пропорционал өзгертеді; үлкен қысым P_2 , сильфон үстінде, ал төменгі қысым P_1 - сильфон ішінде туындайды. Берілу механизмі көмегімен сильфонның түбінің жылжуы аспаптың тіліне беріледі. Сильфондар - жезден, бериллді - қоладан және тот баспайтын болаттан дайындалады. Сильфонның жұмысшы қадамы 5 -10 мм құрайды, бұл кезде оның деформациясы әрекеттегі күшке F пропорционал болады. Күштің F деформация шамасына h қатынасы сильфонның қаттылығы деп аталады. Сильфонның салмақ пен қысым бойынша сипаттамасы $P = P_2 - P_1$ сильфонның тиімді ауданы көмегі арқылы өзара байланыста болады, яғни $f_{эф}$:

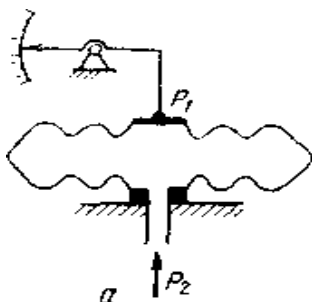
$$f_{эф} = F/P \quad (68)$$

Сильфонның салыстырмалы үлкен жұмысшы қадамы және дамитын үлкен күші өлшенетін қысымның көрсеткішін дискі немесе таспалы диаграммалық қағазға жазуға жеңіл мүмкіндік береді. Ең кеңінен тараған сильфонды манометрлердің типтері келесідей: МСК – манометр сильфонды көрсетуші; МСЖ – бұл

да сол, тек өздігінен жазатын; МС-4 — манометр сифонды жиілікті шығысты. Қысымды өлшеудің негізгі қателігі 1,0-2,5%-ды құрайды.

Мембраналы манометрлер.

Мембраналы манометрлерде сезімталды элемент ретінде серпімді немесе «әлсіз» мембраналар қолданылады. Серпімді мембраналар қатталған жұқа қабырғалы металдан жасалған қораб түрінде жасалады (36-сурет).



36-сурет. Серпімді мембраналы манометр

Қораб ішіндегі қысым P_2 сырттағы қысымнан P_1 жоғары. Қораб ішіндегі қысым жоғарылаған кезде оның төменгі және жоғарғы бөліктері деформацияланады. Олардың жалпы деформациясы өлшенетін қысымның шамасы болып табылады.

«Әлсіз» мембраналарда, созылмалы маталардан, резеңкеден немесе фторопластан жасалған, мембранаға әсер етуші қысым P_2 және P_1 айырмасы, серіппе күшімен теңестіріледі. Мембрана орталығының орын ауыстыруы қысымның айырмасының өлшенетін шамасы болады.

Мембраналардың қысымнан иілуінің тәуелділігі жалпы жағдайда сызықты емес. Оған келесідей конструктивтік параметрлер әсер етеді: диаметр, қалыңдық, қатпарлардың саны мен пішіні, мембрана материалының серпімділік модулі, сондықтан оның сипаттамалары тәжірибелік жолмен таңдалады. Мембранды аспаптар, жалпы жағдайларда, салыстырмалы аз қысымдарды, сиреуді және қысым құламаларын өлшеу үшін қолданылады.

4. МЕТАЛДАР МЕН ОЛАРДЫҢ ҚОСПАЛАРЫНЫҢ БУЛАРЫНЫҢ ҚЫСЫМЫН ӨЛШЕУ ЖӘНЕ ГЕТЕРОГЕНДІ ПРОЦЕСТЕРДІҢ ТЕПЕ-ТЕҢДІГІН ЗЕРТТЕУ ӘДІСТЕРІ

Қаныққан будың қысымы химиялық элементтер мен олардың қосылыстарының негізгі термодинамикалық көрсеткіші болып табылады. Сұйық немесе қатты заттың үстіндегі бу қысымы заттың табиғаты және температурамен айқындалады. Температуралардың кең интервалында химиялық элементтер мен олардың қосылыстарының буларының қысымын анықтау теориялық дәлелдеу тұрғысынан және булану, айдау мен конденсация құбылыстарына сүйенген бірқатар металлургиялық процестердің ұтымды шарттарын айқындау үшін үлкен маңызға ие. Мұндай процестердің қатарына металдарды дистилляциялық және ректификациондық әдістермен алу, вакуумдағы металлотермияны, хлорлы күйдіру процестерін және т.б процестерді жатқызуға болады. Сонымен қатар, булану және айдау құбылыстары вакуумды балқыту процестерінде, металдарды вакуумда өндеуде және металдарды түрлі жылжымалы реакциялардың көмегімен алуда орын алады.

Теориялық және тәжірибелік тұрғысынан булардың қысымын өлшеумен қатар металдардың булану және айдау жылдамдықтарын анықтау өте маңызды. Будың қысымын өлшеу нақты ерітінділерде, атап айтқанда металлургиялық балқымаларда, компоненттердің активтілігін анықтаудың әдісі болып табылады.

Таза заттың қаныққан буының қысымының температурадан тәуелділігі *Клаузиус – Клапейрон теңдеуімен* анықталады:

$$d \ln p = \lambda dT/RT^2 \quad (69)$$

мұндағы: λ – булану немесе сублимация жылуы.

Егер буланудың бүркеме жылулығын температурадан тәуелді емес деп алатын болсақ, онда (69) теңдеуді интегралдаудан соң келесі ықшамдалған түрінде жазуға болады:

$$\lg p = -\lambda(2,303 RT) + \text{const}, \quad (70)$$

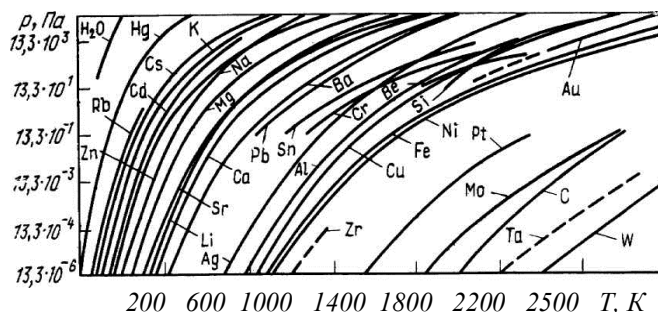
немесе жалпы түрде:

$$\lg p = A - B/T \quad (71)$$

мұндағы: $B = \lambda/(2,303R)$; A – интегралдау тұрақтысы.

(71) - теңдеуді салыстырмалы ептеген температуралар интервалында дәлелді қолдануға болатынына қарамастан, оны тәжірибелік мәліметтерді өңдеуде кеңінен қолданады. Бұл теңдеуді қолданудың ыңғайлылығының себебі, тәжірибе жүзінде түрлі температураларда алынған бу қысымдарының мәндерінің $\lg p - 1/T$ графиктерінде түзу сызықтың бойында жатуында.

Температуралардың кең диапозондарында таза металдардың бу қысымдарының мәндерінің өзгеруі 37-суретте көрсетілген.



37 - сурет. Металдардың бу қысымдарының температурадан тәуелділігі

4.1. Металдар және олардың қоспаларының буларының қысымын өлшеу әдістері

Заттардың қаныққан бу қысымын өлшеу үшін түрлі әдістер қолданылады. Оларды келесі топтарға бөлуге болады:

- 1) статикалық (тікелей және бөгде);
- 2) қайнау нүктелері;
- 3) буды инертті газдың ағынымен тасымалдау (ағын әдісі);
- 4) вакуумда ашық беттен булану (Лэнгмюр әдісі);

5) Кнудсен эффузиясы;

6) изотоптық алмасу.

Статикалық әдістер.

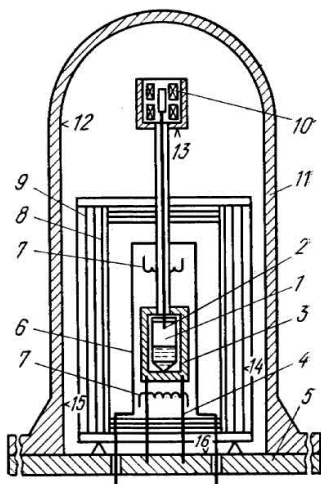
Статикалық әдістерде зерттелетін затты жабық ыдысқа орналастырып, белгілі бір берілген температурада конденсирленген фаза мен будың арасында тепе-теңдік орналасқанға дейін көп уақыт ішінде ұстайды. Жай жағдайда зерттелетін заты бар ыдысты жылытудың алдында вакуумдайды. Тепе-теңдік жағдайындағы будың қысымын өлшеуді түрлі манометрлермен (*тікелей әдіс*) немесе белгілі көлемдегі заттың буының мөлшерін (*бөгде әдіс*) табу арқылы анықтайды.

Тікелей әдістерде заттың буының қысымын өлшеу үшін сынапты, серпімелі, мембранды, радиационды және т.б. манометрлерді қолданады.

Сынапты манометрлер сынаппен әрекеттеспейтін және конденсияланбайтын өлшеу шарттарында заттың жоғары бу қысымдарын (0,1 кПа-дан 0,1 МПа-ға, яғни 1 мм с. б. 1 атм-ға дейін) өлшеу үшін қолданады. Олардың температуралық қолдану шегі 100°C-мен шектелген. Заттың жоғары температурадағы, әсіресе сұйық металдардың, бу қысымын өлшеу үшін компенсациялық әдісті қолдануға болады. Бұл әдіс бойынша балқытылған металды U-тәріздес трубкаға орналастырады, оның бір аяғы дәнекерлеген, ал екінші аяғы вакуум жүйесімен – инертті газ балоны мен манометрмен қосылған. Металы бар U-тәріздес трубканы терезесі бар пешке жүктейді. Терезе арқылы U-тәріздес трубканың әр тізесіндегі металдың деңгейі бақыланады. Сынап манометрі арқылы өзгеріп отырған инертті газдың қысымын бақылай отырып, U-тәріздес трубканың әр тізесіндегі металдың деңгейлері теңестіріледі. Бұл кезде инертті газдың қысымы метал буының қысымына тең болады.

Мембраналы және серіппелі манометрлердің көмегімен 1000–1200°C аралығында заттардың бу қысымын өлшеуге болады. Бұл манометрлер сынапқа қарағанда басқа агрессивті булармен (мысалы, хлоридтермен, иодидтермен, оксихлоридтермен және т.б.) жұмыс істеуге мүмкіншілік береді. Мембраналы және серіппелі манометрлерді кварцтан немесе

шыныдан дайындап, оларды реакцияға түсетін ыдыспен бірге пешке орналастырады. Мембраналы манометрлердің сезімталдығы олардың өлшемдеріне тәуелді және 1,333-13,33 Па (0,01-0,1 мм с. б.) дейін жетеді. Өлшеу шектері – 20-25 кПа-ге дейін жетеді. Мембраналы манометр қолданылған құрылғының сұлбасы 38-суретте көрсетілген.



38-сурет. Мембраналы манометр көмегімен металдың бу қысымын өлшеуге арналған құрылғының сұлбасы:

- 1 – өлшеуіш камера (пъезометр); 2 – мембраналы манометр;
3 – молибденді ұяшық; 4 – вольфрамды өзек; 5 – табан; 6 – негізгі қыздырғыш; 7 – шеткі қыздырғыш; 8 – молибден экраны; 9 – фарфор изоляторы; 10 – индуктивті датчик; 11 – жоғары қысым қапшығы;
12 – 16 – терможұптар

Өлшеуіш камера 1 (пъезометр) конусты түбі бар дәнекерленген жұқа қабырғалы болып орындалған. Оның жоғарғы бөлігінде мембранасы 2 бар дифференциалды манометр орналасқан. Пъезометрдің биіктігі бойынша бірыңғай температуралық өрісті қалыптастыру үшін ол термостатты молибденді ұяшықтың 3 ішіне орналасқан. Ұяшық вольфрамды өзектермен 4 табанға 5 бекітіліп, негізгі 6 және шеткі 7 қыздырғыштарынан тұратын пешке орналастырылған.

Пьезометр мен ұяшық, құрамында бес молибден экраны 8 және фарфор изоляторы 9 бар термоизоляциялық қапшықтың ішіне енгізілген. Мембрана өте қиын балқитын магнитті емес өзек арқылы, көрсеткіш гальванометрге қосылған, индуктивті датчикпен байланысқан. Барлық жүйе жоғары қысымды ұяшықтың 11 ішіне орналастырылған. Температура бақылауы 12-16 терможұптармен жүргізіледі. Металл буларының қысымын өтемдеу үшін құрылғыға инертті газ беріледі. Қысымды 0,02 класты жүк поршеньді және абсолютті қысым манометрлердің көмегімен өлшейді. Индуктивті датчиктің сезімталдығы 5 бөл./мм с.б. тең.

860-1060 К температурасында цезий буының қысымын анықтау кезінде жалпы салыстырмалы қателік жуық шамамен 0,5%-ды құрайды.

Құрылғының кемшілігі – мембрананың механикалық қасиеттерінің тұрақсыздығынан және пьезометрдің түрлі бөліктерінде температура айырмашылығынан туатын «нөлдің» өзгеруін бақылаудың керектігі болып табылады.

Жанама статистикалық бу қысымын анықтау әдісі әр түрлі құбылыстарға негізделген, белгілі көлемде орналасқан, будағы заттар мөлшерімен байланысты функционалды сипатталады. Бұл әдістерде бу қысымын заттың массасы арқылы, оның радиоактивтілігі негізінде, оптикалық тығыздығына (*атомдық-адсорбциялық әдіс*), сонымен бірге будың ионизациялық сипатынан анықталуы мүмкін. Атомдық-адсорбциялық әдісте бу қысымының температуралық тәуелділігі және буландыру жылуы ұшқындау кезіндегі атомдық спекторлар жұтуы арқылы анықталады. Бұл әдіс таза металдарға, және қоспаларда қолданылуы мүмкін; соңғы жағдайда әдіс жеке компоненттердің парциалдық қысымдарын анықтауға рұқсат береді.

Ионизациялық әдістің бір нұсқасы қызығушылық тудырады, *жарқ ету әдісі* деп аталады және бұл әдіс өте төмен бу қысымдарын өлшеуге бағытталған (өлшенетін қысымдар аралығы $1,01 \times 10^{-8}$ - $1,01 \times 10^{-12}$ Па).

Қайнау нүктелері әдісі.

Қайнау нүктелері әдісінде қаныққан бу қысымы сыртқы қысымға теңескен кезінде басталатын, буланудың немесе

ұшқындаудың кенеттен жылдамдықтары жоғарылау құбылысы қолданылған. Сұйықтарға арнайы бұл құбылыс олардың қайнауына сәйкес. Осыған байланысты, вакуумда сұйықтың қайнауы ашық бетті булануға өтеді, бұл жағдай бу қысымының өлшенетін төменгі шегін шектеп, әдетте, $\sim 10^2$ Па құрайды. Бу қысымының жоғарғы шегі $\sim 2 \times 10^7 - 3 \times 10^7$ Па құруы мүмкін (200–300 атм дейін), сондықтан қайнау нүктелері әдісі негізі жеңіл ұшатын заттардың бу қысымын анықтау үшін қолданылады. Әдістің дәлдігі және сенімділігі қайнау немесе кенеттен ұшқындау жылдамдығының жоғарлауы мезетінде белгілеу дәлдігіне тәуелді. Қайнау нүктелері әдісі екі нұсқада іске асуы мүмкін.

Бірінші (*изобаралық*) нұсқада инертті газдың өзгермелі температурасында және тұрақты қысымы кезінде қайнау мезетін белгілейді.

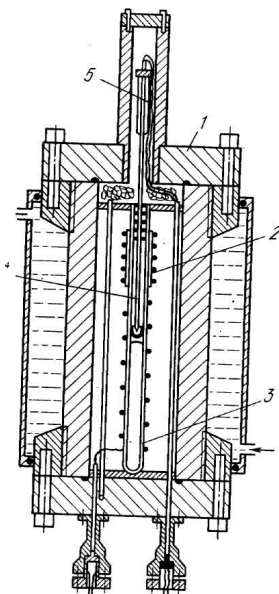
Екінші (*изотермиялық*) нұсқада инертті газдың тұрақты температурасында және үздіксіз өзгермелі қысымы кезінде қайнау мезетін анықтайды. Изотермиялық нұсқа жақсырақ, себебі бұл нұсқада диффузиялық режимнен кинетикалық булану режиміне өту анық көрінеді, яғни қысымның өзгеруінен массаның жоғалымын көрсететін тәуелділік қисығында сынық айрықша анық айқындалады.

Екі нұсканың әдістері негізінде жасалған құралдардың конструкциясының толық қатары ұсынылған. Балқыманың қайнау мезеті әр түрлі тәсілдермен анықталады: үлгі массасының өзгеруімен, бу температурасымен, конденсаттың радиоактивтілігімен, сондай-ақ термографикалық тәсілмен.

Кейбір металды балқымалар қайнаудан жоғары температурада қызып кетуге бейім, осы жағдайда елеулі кателерді шығаруды ескеру қажет. Бұл құбылысты жою үшін, мысалы, изобаралық нұсқада реакциялық ыдыс ретінде кіші диаметрлі (бірнеше миллиметрлі) түтікшені қолдану немесе диафрагманы қабыл ету ұсынылады. Бұл шаралар, балқыманың бұрқылдау температурасы кезінде, қаныққан бу қысымы және инертті газдың тепе-теңдігі орын алған кезде диффузия процесін шектейді. Сонымен қатар, ұнтақталған кварцты немесе басқа инертті отқа төзімді материалды күшейткіш (интенсификатор) ретінде енгізу тәжірибеленеді. Бұдан басқа, изобаралық нұсқа

кезінде балқыманы қыздыруды аз жылдамдықпен өткізу қажет (минутына бірнеше градуспен), ал изотермиялық нұсқада - қысымды төмендету жай болу керек.

39-суретте, құралдың конструкциялық рәсімделу мысалы ретінде, изобаралық әдіске негізделген $3 \times 10^7 \text{ Па}$ -ға дейінгі жоғары бу қысымдарын өлшеуге арналған, Бекер қондырғысының сұлбасы көрсетілген.



39-сурет. Қайнау нүктелері әдісімен заттардың жоғары бу қысымдарын өлшейтін қондырғының сұлбасы:

1 – пеш; 2,3 – пештің орамалары; 4 – сифон; 5 – термोजұп

Қондырғыда жеңіл ұшатын металдардың және балқымалардың (Cd, Zn, Cd-Si және т.б.), сонымен бірге күкірттің де критикалық нүктесіне дейін бу қысымдары анықталған. Қондырғы жоғары қысымды реактор - пештен 1 тұрады. Оның ішіне аргон беріледі. Қысымды өлшеуде, 10^5 Па -дан $3 \cdot 10^7 \text{ Па}$ -ға дейінгі (1-ден 300 атм. дейін) диапазонды жабатын, Бурдонның эталондары қолданылады. Пештің 2 және

3 екі орамасы бар, олар ұзындығы 5 см аймақта тұрақты температураны ұстап тұруға мүмкіндік береді. Пештің осі бойынша, ішіне балқыма салынған, кварцты түтікше – сифон 4, орналасқан. Жұмыс аймағында түтікше каналының диаметрі 5 см тең. Белгілі аргон қысымында, балқыманың қайнауы болған кезде, температураның тұрақтылығын бақылау үшін, терможұп 5 қолданылады. Терможұптың соңы түтікшенің төменгі бөлігінде орналасқан. Балқыманың жоғары қайнау температурасында қызып кетуден қашу мақсатында оған кремнезем ұнтағын қосады немесе терможұпты қорғайтын қалпақшасын отқа төзімді материалдан пісіріп алынған ұнтақпен жабады. Пешті қыздыру төмен жылдамдықпен $\sim 3^\circ\text{C}/\text{мин}$ өткізіледі.

Ашық беттен вакуумде булану әдісі (Лэнгмюр әдісі).

Ашық беттен вакуумде булану әдісі (*Лэнгмюр әдісі*) вакуумда тұрақты температура кезінде уақыт бірлігінде ашық беттен буланған зат мөлшері нәтижесінен будың қысымын анықтауға негізделген. Булану және ұшқындыру кезінде белгілі жағдайларда конденсацияланған фаза мен бу арасында динамикалық тепе-теңдік орнатылады. Бұл, белгілі уақыт бірлігінде конденцияланған фаза бетінен буға үзілетін молекулалар санының, конденсацияланып жатқан молекулалар санына тең екендігін көрсетеді. Кинетикалық энергиялары молекула аралық тартылысты жеңуге күштері жеткілікті, конденсацияланған фаза бетінен үзіліп жатқан молекулалар саны, заттың табиғатынан және температурадан тәуелді. Булану және конденсациялау жылдамдықтарының тепе-теңдігінде орналанатын тепе-теңдік негізінде балқыманың ашық бетінен немесе қатты заттың вакуумде булану процесінің жылдамдығын келесі формуламен есептеп шығуға болады:

$$G = a p \sqrt{M/2\pi RT} , \quad (72)$$

мұндағы: G – бірлік уақытында бірлік беттен буланып жатқан зат массасы, g .

Егер заттың буға өтуі химиялық реакциямен жүрсе және уақыт бірлігінде конденсацияланған фазасы өзгерсе, онда сонымен бірге булану коэффициенті a (*Лэнгмюр коэффициенті*)

өзгереді. Булану коэффициенті үлкен молекулалық зат массасы бірлігіне қарай, сонымен қатар, буланып жатқан зат бетінің температурасы оның көлемдегі температурасымен тең болғанда және конденсатор мен булану беттері арасында үлкен температуралық өзгерістер кезінде, бірге жақынырақ болады. Булану коэффициенті мәніне көп дәрежеде зат бетінің әр түрлі ластанулары (қабықша және т.б.), сонымен бірге, оның құрамы мен қалған газдың қысымы әсер етеді. Сирету $1,333 \times 10^{-2}$ Па-дан төмен болу керек. Осыған байланысты сенімді нәтижелер алу үшін a коэффициентін ескеру қажет немесе тәжірибелерді a коэффициентінің мәнін 1-ге тең деп алып өткізу қажет.

Сонымен, заттың бу қысымын *Лэнгмюр әдісімен* анықтау үшін бірлік уақыттағы бірлік беттен заттың масса жоғалымын тәжірибе жүзінде анықтау қажет.

Сонда, $a = 1$ жағдайы кезінде, бу қысымы төмендегі теңдеумен анықталуы мүмкін:

$$p = m' \sqrt{2\pi RT/M/St}, \quad (73)$$

мұндағы: m' – зат массасы, г; τ – уақыт, с; S – буланы ауданы, см²; M – заттың молекулярлық массасы, г.

Зат массасының жоғалымын үлгі немесе конденсаттың массасының азаю мөлшерінен анықтауға болады.

Балқымада компоненттер белсенділігін анықтау кезінде екінші әдісті қолданады, яғни конденсаттың массасы мен құрамын анықтайды. Соңғысын химия-аналитикалық жолмен немесе радиоактивті изотоптар әдісімен жүзеге асыруға болады. Радиоактивті изотоптарды таза элементтердің бу қысымын анықтау кезінде де пайдалануға болады. Вакуумда ашық кеңістікте буландыру әдісін қатты, сұйық металдар мен қорытпалар және т.б. заттардың бу қысымын анықтау үшін де қолдануға болады.

Лэнгмюр әдісіне негізделген құрылғылардың конструкциялық рәсімделуі әртүрлі болуы мүмкін, және ең бастысы зерттеу нысанына (сұйық немесе қатты үлгі) тәуелді болады. Алайда барлық жағдайда үлгіні изометриялық ұстап тұрудың нақты уақытын тіркеу қарастырылуы керек, оған қоса булану беті ауданының нақты өлшенуі қамтамасыз етілуі керек.

Сонымен қатар, изотермиялық ұстап тұруға дейінгі және кейінгі металл жоғалымдарына байланысты барлық қателіктерді ескеру, оған қоса, булану коэффициентінің мәнін білу қажет. Сұйық металдар және қорытпалармен жұмыс істеуге арналған құрылғыларында, үлгі әдетте, индукциялық пешпен немесе кедергі пешімен қыздырылатын тигельде орналасады. Сонымен қатар, аспалы күйде балқыту пайдаланылуы мүмкін.

Лэнгмюр әдісінің нұсқаларына, беттік керіліс пен тығыздықты анықтауда пайдаланылатын *үлкен тамшы әдісі* жатады. Бұл әдісте бу қысымын анықтау үшін Лэнгмюр теңдеуі бойынша терең вакуумда изотермиялық ұстап тұрудың басы мен соңында зерттелінді балқыманың тамшы өлшемдерін және ұстап тұру барысында металдың азайған мөлшерін білу қажет.

Тамшы өлшемдерін анықтау үшін изотермиялық ұстап тұрудың басы мен соңында оны суретке түсіреді және кейіннен тамшы бетін анықтайды. Булану бетінің мәні ұстап тұрудың басы мен соңында тамшы бетінің орташа арифметикалық мәні болып табылады. Белгілі бір уақыт аралығында балқыма бетінен буланған зат массасының анықталуы келесі түрде жүргізіледі:

1) сынаққа дейінгі және кейінгі тамшы массаларының айырмасы бойынша, алайда бұл жағдайда берілген температураға дейін үлгіні қыздыру және оны суыту кезінде масса жоғалымын нақты ескеру қажет;

2) ұстап тұру процесінде тамшы көлемінің азаюы бойынша, кейін тығыздықтың температуралық тәуелділігін біле отырып, бу қысымының температуралық тәуелділігін де анықтауға болады, бұл әдістің қолданылғаны дұрыс;

3) барлық тәжірибе барысында үлгіні өлшеу арқылы, алайда бұл жағдайда құрылғы конструкциясы ауқымды күрделенеді, себебі тамшыны өлшеу құрылғысы қажет.

4.2. Металлургиялық жүйелерде химиялық реакциялардың тепе-теңдігін зерттеу әдістері

Металдармен, олардың тотықтарымен, сульфидтерімен және басқа қосындыларымен жүйелерінде химиялық реакциялардың тепе-теңдігін зерттеу зерттелінді. Заттардың әрекеттесу шегі ретінде тепе-теңдік деректерін алу ғана емес,

оған қоса осы деректер бойынша реагенттердің термодинамикалық сипаттамаларын анықтауға мүмкіндік береді. Соңғысын, жаңа тәжірибелер жүргізу бойынша жұмыс көлемін қысқарта отырып, зерттелінді. Реагенттердің қатысуымен өзге процестер мен жүйелерді есептеуде пайдаланады. Осылайша, металлургиялық реакциялардың тепе-теңдігін зерттеу теориялық қана емес, тәжірибелік қызығушылықты тудырады.

4.2.1. Әдістердің жалпы сипаттамасы

Жеке реакциялар мен аса қарапайым жүйелердің тепе-теңдік деректері негізінде тотықтардың тотықсыздану, металл қоспаларының тотығуы және фазалары әртүрлі күрделі жүйелерде өтетін өзге процестердің термодинамикалық шарттары айқындалуы мүмкін. Мұндай тепе-теңдік деректерді алу үшін, тәжірибе тұрғысынан газ қатысуымен жүретін жүйелер орынды, себебі мұнда газ фазасының көлемі, қысымы мен құрамы тәжірибе барысында сенімді әрі салыстырмалы жеңіл анықталады. Оған қоса, газ фазасының сипаттамаларын, оның құрамын білу, көптеген жағдайда газ-конденсацияланған фаза гетерогенді тепе-теңдіктерін сандық сипаттау үшін жеткілікті болып келеді.

Жүйенің қарапайым мысалдары:



Мұндағы, MeO және Me , сонымен қатар MeS және Me таза конденсацияланған фазалар немесе құрамы тұрақты конденсацияланған фазалар болып келеді.

Мұндай жүйелердің тепе-теңдікке жету критерийлері тұрақты сыртқы жағдайларда (температура, қысым) зерттеліп отырған газ фазасының құрамының тұрақтылығымен анықталады. Алайда, бұл шарт қажетті, бірақ жеткіліксіз болып табылады.

Жалған және метастабильді теңсіздіктің пайда болу мүмкіндігін ескеру керек. Көбіне төмен температурада жүйедегі химиялық реакциялардың өте жәй жүруі, уақытқа байланысты фаза құрамдарының өзгерісін туғызбайды. Күшті кинетикалық тоқтамасының болуынан, жалған тепе-теңдік деп аталатын құбылыстың орны бар. Көп жағдайда бұл құбылысты температураны көтеру немесе жүйені бастапқы шартына келтіру арқылы жояды.

Метатұрақты тепе-теңдіктердің туындауы метатұрақты конденсацияланған фазалардың түзілуіне байланысты, олардың тұрақтыға өтуі кинетикалық факторлармен тежелген. Бұл жағдайда, тұрақты фазаның алынуына әсер ететін шарттар өзгерісінің қосымша циклін жүргізген орынды.

Жалған тепе-теңдіктер алыну мүмкіндігін ескере отырып, тотықсыздану және тотығу жағынан зерттелінді, тепе-теңдікке келуге мүмкіндік беретін тәжірибелерді қарастырған жөн. Жақын нәтижелердің алынуы, бұл кезде жүйенің шынайы тепе-теңдігіне қол жеткізгендігін көрсетеді. Берілген уақыт аралығында тепе-теңдікке қол жеткізу қиындатылса, онда тепе-теңдік сипаттамаларын бағалау үшін бастапқы шарттардың (әрекеттесетін фазалар құрамы) немесе сыртқы шарттардың (температура, қысым) өзгерісі кезінде процесс бағытының өзгеру деректерін пайдалануға болады. Бұл тәсіл *ығысу әдісі* деп аталады. Көрсетілген шарттардың өзгерісімен және алынған нәтижелердің талдауымен сызбаларда шарттар шегін, процесс бағытының өзгерісі жүретін мәнге дейін кемітуге болады, яғни жүйе тепе-теңдік күйі арқылы өтеді. Бұл кезде, зерттелінді жүйенің ерекшеліктеріне тәуелді әртүрлі нұсқалар қолданылуы мүмкін.

4.2.2. Газ фазасы қатысуымен тепе-теңдікті зерттеу әдістері

Кеңінен тарағаны газ фазасының қатысуымен гетерогенді тепе-теңдікті зерттеудің келесі әдістері болып табылады.

1. Статикалық әдісінде жүйе көлемі тұйық, газ фазасы қайта қалпына келмейді және конденсацияланған фазаларға қатысты бағытталған газ ағыны болмайды.

2. Динамикалық әдісте жүйе көлемі тұйықталмаған, газ фазасы қайта қалпына келеді, жүйеге бағытталған газ ағыны үздіксіз келтіріледі және жүйеден әрекеттесудің газ тәрізді өнімдері үздіксіз шығарылады.

3. Циркуляциялық әдісінде жүйе көлемі тұйық, газ фазасы қайта қалпына келмейді және конденсацияланған фазаларға қатысты газ ағыны бірнеше рет жіберіледі.

Гетерогенді тепе-теңдікті зерттеудің *статикалық әдісі* қарапайым аппаратуралық рәсімделумен ерекшеленеді. Ол келесі нұсқаларда қолданылады: 1) газ фазасының құрамын анықтаумен; 2) манометрлік.

Статикалық әдістің тепе-теңдікті газ фазасының құрамы бойынша зерттеу нұсқасы реакция көлем өзгеруінсіз жүретін кезде пайдаланылады және келесідей сипатталады. Бастапқы заттар (берілген бастапқы құрамымен конденсацияланған реагенттер мен газ фазасы) тұйық (герметикалық) реакциялық ыдыста тұрақты тәжірибе температурасы мен тұрақты қысымда ұсталады. Аз уақыт өткен соң газ сынамасын алады және оның құрамын анықтай отырып, жылдам суытумен шынықтырады. Сынаманың алынуына дейінгі қажетті ұстап тұру, алдын ала тәжірибелермен бағалануы мүмкін. Кезекпен ұстап тұру кезінде жүргізілген газ фазасының сынамаларын талдаудың бірнеше нәтижелерінің сәйкес келуі зерттелінді гетерогенді жүйеде тепе-теңдікке қол жеткізгенін көрсете алады.

Мұндай нұсқаның аппаратуралық рәсімделуі газ ағынын құру және бақылау құралдарының қолданылуын талап етпейді. Әдіс кемшілігіне қатты реагенттер бетінің жанында газ фазасының жаңару жылдамдығының төмендігі мен жүйе көлемінде газ мөлшерінің әркелкілігі жатады.

Реакциялық бетпен немесе оған жақын орналасқан бетпен байланысатын газдың кіші көлемі, конденсацияланған реагенттермен тепе-теңдікке жақындай алады, дегенмен бұл кезде олардың қалған көлемінің көп бөлігі тепе-теңдіктен алшақ болып келеді. Газ құрамын түзету мұнда тек молекулалық диффузиямен және жылулық конвекциямен жүзеге асырылады, ал соңғысының шарттары үнемі жағымды бола бермейді. Барлық көлемде газ фазасының тепе-теңдік құрамын орнату өте баяу жүреді.

Газ фазасы көлемінде қиын жойылатын температуралық өрістің әркелкілігі *термиялық диффузия эффектісінің* ауқымды дамуына әкеледі, оның мәні температуралар айырмашылығы әсерінен газ фазасының құрамында әркелкіліктің туындауы болып келеді. Құрылғының аса суық бөліктерінде аса ауыр молекулалармен байытылған газ фазасы шоғырланады. Түзілетін газ қоспалары компоненттерінің молекулалық массаларының айырмашылығы жоғары болған сайын, туындайтын газ фазасының концентрациялық өрісінің әртектігі ауқымды болады. Термиялық диффузия эффектісі $\text{H}_2 + \text{H}_2\text{O}$, $\text{H}_2 + \text{H}_2\text{S}$ қоспалары үшін аса күшті, ал $\text{CO} + \text{CO}_2$ қоспалары үшін аз дәрежеде әсер етеді.

Статикалық әдіспен жұмыс істейтін құрылғыларда термиялық диффузия эффектісін төмендету мүмкіндігі, газ фазасының ұйымдасқан қозғалысы болмағандықтан, өте шектеулі. Осы құрылғыларда жұмыс істеу барысында термиялық диффузия эффектісіне байланысты туындайтын қате нәтижелерді азайтуға, газ фазасының конденсацияланған фазасымен тікелей байланысу облысынан газ сынамаларын алу және шынықтырумен қол жеткізуге болады.

Құрылғыда температуралар градиентін төмендетумен де кателердің азаюына қол жеткізуге болады, мысалы оның суық бөліктерінде температураны қыздыру пешінің температурасына дейін арттыру арқылы. Алайда, бұл жағдайда да реакциялық бетте жылулық эффектісі есебінен температуралар градиентін құру нәтижесінде термиялық диффузияның туындау мүмкіндігі қалады.

Көрсетілген кемшіліктер мен қиындықтар салдарынан тепе-теңдікті зерттеудің статикалық әдісінің газ қоспасының құрамы бойынша нұсқасы шекті қолданысқа ие.

Тепе-теңдікті зерттеудің статикалық әдісінің газ фазасының қысымы бойынша (манометрлік) нұсқасын металдар және қосылыстармен бұл тепе-теңдігін зерттеу үшін ғана емес, оған қоса бір газтәрізді компоненттен тұратын газ фазасымен тепе-теңдікті зерттеу үшін ойдағыдай қолданады. Бұл жағдайда тепе-теңдікті орнатудың негізгі көрсеткіші сынақтың тұрақты температурасында газ тәрізді өнімнің тұрақты қысымына қол жеткізу болып табылады. Тепе-теңдікті орнату, алдыңғы нұсқаға

қарағанда жылдам жүреді. Тек төмен қысым облысында $1,33 (10^{-5} - 10^{-6})$ кПа жүргізген зерттеулерде, температуралар ауытқуы есебінен, қысымдар градиентін тудыратын термиялық диффузия эффектісі байқалады. Мұның себебі, төмен қысымда реакциялық ыдыстың қима өлшемдерімен салыстырғанда газ молекулаларының бос жүрісінің үлкен ұзындығы болып табылады. Бұл кезде құрылғының ыстық бөліктерінде, оның суық бөліктеріне қарағанда, аса жоғары қысым орнатылады.

Динамикалық әдіс газды фазаның қатысуымен гетерогенді тепе-теңдікті зерттеуде кең ауқымда металлургиялық жүйелерді зерттеу кезінде пайдаланылады. Тұрақты құрамды белгіленген газды қатты реагент қабаты арқылы өткізеді, сонымен қатар шығатын газдар құрамының тепе-теңдікке жақындауы қаншалықты жоғары болса, реакциялық беттің ауданы соншалықты жоғары болады және реагенттің әрекеттесу ұзақтығы жоғары, яғни олардың толық әрекеттесуіне мүмкіндік туады. Сұйық фазаның қатысуымен реакцияны зерттеу кезінде, газды фазаны сұйық балқыманың бетінен өткізу жиі шектеледі, бұл реагенттердің толық әрекеттесуін төмендетеді. Бастапқы белгіленген құрамды газбен балқыманы үрлеу арқылы өте жоғары тепе-теңдікке сай нәтижелерді алуға болады.

Динамикалық әдістің негізі – реакциялық газды фазаның конденцияланған фазаларға қатысты жоғары интенсивті байланысуын және термиялық диффузия эффектісін төмендету үшін ұйымдасқан қозғалысын құру. Ол үшін газды ағын арқылы пайда болған желілік жылдамдықтар жеткілікті үлкен болуы керек. Бұл жағдайда фазалардың толық әрекеттесуіне және конденцияланған фазаларға қатысты бірнеше өткізулерден реакция аймағынан шығатын газдың құрамының тепе-теңдікке жетуі сияқты мәселелерге бірдей назар аудару керек. Шығатын газдың құрамы, кейбір әр түрлі жағдайларда оның көлемі осы әдісті пайдалану кезінде тепе-теңдікке жетудің негізгі сипаттамасы болып табылады. Осыған байланысты, газды ағынның жылдамдығы, зерттеліп жатқан процестің өту жылдамдығына және зерттеу кезіндегі әрекеттесу бетінің мәніне сәйкес келуі керек. Өте жоғары ағын жылдамдықтары кезінде сұйық фазаға қатысты жылжымалы газды фаза құрамы тепе-теңдікке жетіп үлгермейді, сондықтан ол жүйенің тепе-теңдік сипаттамасы бола алмайды.

Шығатын газдың құрамының тепе-теңдікке жетуі сұйық фазалардың өзара орналасуына және газды ағынға байланысты. Газды ағынды балқыма қабаты арқылы тұрақты жылдамдықпен, температурамен және реагенттің тұрақты дисперсиялы дәрежесі жағдайында өткізуде, барынша жоғары тепе-теңдікке, белгіленген температураға дейін қыздырылған сұйық фазасының биіктігінің жоғарылауы кезінде жетуге болады. Сонымен қатар, іс жүзінде жүйеден шығатын газды, жүйеге берілетін газдан толық бөліп алуға болады.

Реагент бетімен газ фазасын өткізу фазалардың толық әрекеттесуін азайтады, шығарылатын газ (реакцияға түскен) бен келтірілетін газдың (бастапқы) нақты бөлінуін қамтамасыз етпейді. Олардың өзара араласуы мүмкін, ал ағынның аз жылдамдығында ағын бағытына қарсы бағытта концентрациялар градиентінің туындауы мүмкін.

Динамикалық әдіспен алынатын нәтижелердің газ ағынының жылдамдығына жоғары сезімталдығына байланысты, тәжірибелер кең жылдамдық диапазонында жүзеге асырылады.

Газ фазасының қатысуымен гетерогенді тепе-теңдікті зерттеудің динамикалық әдісі көп жағдайда қарапайым аппаратуралық рәсімделуге ие және оған қоса әртүрлі жүйелерді зерттеуде жеткілікті икемді және жарамды болып табылады. Реакциялық зонада жоғары температураларда статикалық әдіспен салыстырғанда берілген әдістің артықшылығы аса айқын көрінуі мүмкін, себебі динамикалық әдіс термиялық диффузия эффектісін ауқымды деңгейде төмендетуге мүмкіндік береді. Жоғары температураларда әрекеттесудің аса жоғары жылдамдығы газ ағынының жылдамдығын арттыруға мүмкіндік береді.

Циркуляциялық әдіс газ фазасының қатысуымен гетерогенді тепе-теңдікті зерттеудің заманауи әдісі болып табылады. Әдіс статикалық және динамикалық әдістердің артықшылықтарын қамтиды, сонымен қатар олардың негізгі кемшіліктерінен алшақ болып келеді. Тұйық көлемде газ тәрізді реагенттің шекті көлемінің зерттеуде қолданылуы (статикалық әдісте тәрізді) конденсацияланған фазаларға қатысты газ фазасының ұйымдасқан қозғалысымен (динамикалық әдісте тәрізді) үйлеседі. Мұнда екі- және көпкомпонентті газ қоспаларымен тепе-теңдікті зерттеудің статикалық әдісіне тән қиындықтар

жеткілікті қарқынды газ ағынының құрылуымен жойылады. Оған қоса, бөлінетін газдың тепе-тең құрамына қол жеткізілуін кепілдік етпейтін, динамикалық әдістің кемшіліктері зерттелінді газ фазасының реагент бетіне көп ретті қайтарылуы салдарынан жойылады. Циркуляциялық әдістің динамикалық әдістен тиімді ерекшелігі газ ағынының жоғары жылдамдықтарында жұмыс істеу мүмкіндігі болып табылады, бұл реакциялық бетте алмасуды қарқындатады және термиялық диффузия эффектісін төмендетеді.

Алайда термиялық диффузия дамуының кейбір мүмкіндіктері берілген жағдайда сақталады. Олар, циркуляциялық контурдың әр бөліктерінде температуралардың айырмашылығына байланысты; мұның алдын алу айтарлықтай мүмкін емес. Температуралардың аз градиенті циркуляциялық контурдың қыздырылмайтын бөлігіне реакциялық түтікшеден шығу орнында пайда болады. Сондықтан жүйенің осы орындарында газ қозғалысының максималды сызықтық жылдамдықтарын қамтамасыз ету қажет, ол үшін қима тарылтуын қолданады. Бұл әсіресе реакциялық түтікшеден газ шығу жағынан орынды. Өңделген газ әдетте талдауға түседі, сондықтан үлкен температуралар градиенті бар қауіпті зонадан олардың жылдам өтуі реакция зонасында газ құрамынан ерекшеленбейтін газ құрамын анықтауға мүмкіндік береді. Әдетте, оған газды тікелей ыстық зонадан айдап алатын нәзік капилляр құрылғысымен қол жеткізуге болады.

Газ фазасының қатысуымен гетерогенді тепе-теңдікті зерттеудің циркуляциялық әдісінің келесідей кемшіліктері бар. Мұндай шарттарда, әсіресе газ ағынының аз жылдамдығында және жоғары жергілікті температуралық градиенттерде термиялық диффузия дамуы орын алуы мүмкін. Циркуляциялық контурда температуралар градиенті термиялық бу диффузиясын тудыруы мүмкін. Бұл кезде құрылғының суық бөліктерінде, бастапқы конденсацияланған заттан құрамы бойынша ерекшеленетін конденсат түзіледі. Беті дамыған конденсат түзілуі газ тәрізді компоненттердің таңдамалы адсорбциясына және зерттелінді газ фазасы құрамының бұрмалануына әкеледі. Мұндай бұрмалануды конденсаттың әртүрлі шөгуінде, сонымен қатар таза конденсат та (жүйені шайғаннан кейін) тәжірибелерді салыстыра отырып анықтауға болады.

Егер циркуляциялық контурдың суық бөліктерінде конденсациялану салдарынан газ фазасында су буы ауқымды мөлшерде кездессе, онда циркуляциялық әдісті жүзеге асыру қиын. Бұл жағдайда $>100^{\circ}\text{C}$ кезінде контурды термостаттау қажет. Сутегі құрамды газ қоспалары реакциялық түткішенің сутегіөткізгіш қабырғалары нәтижесінде құрамын өзгертуі мүмкін.

Аталған кемшіліктер циркуляциялық құрылғыда жүзеге асырылатын тәжірибе ұзақ болған жағдайда ерекше айқын көрінеді. Циркуляциялық құрылғының конструкциялық рәсімделуі әдетте салыстырмалы күрделі. Циркуляциялық насостар газ қоспасын циркуляциялаудың сәйкес режимін үздіксіз қамтамасыз етуі қажет; сынама алумен газды талдау кезінде қысым тұрақтылығын сақтайтын құрылғы қажет.

Жалпы, гетерогенді тепе-теңдікті зерттеудің циркуляциялық әдісін сипаттай отырып, оның таралымын көрсету қажет. Бұл, басқа әдістердің қолданылуы, мәселен, динамикалық әдістің қолданылуы қиындық тудыратын, температураның кең аралығындағы жүйелері үшін, оның ішінде салыстырмалы төмен температуралы облысында қолданылуына байланысты. Оған қоса, әдістің маңызды артықшылығы алынатын нәтижелердің жоғары нақтылығы мен тәжірибе ұзақтығының ауқымды қысқаруы болып табылады. Аса жағымды жағдайда, термиялық диффузияны бұрмалайтын әсерін жою, конденсатта сыртқы ортамен газ алмасуының адсорбциясы кезінде әдістің нақтылығы тәжірибе шарттарын (температура, қысым) ұстау нақтылығымен және газ фазасын талдау нақтылығымен анықталады. Берілген әдіс, осылайша, аса сенімді әдіс ретінде ұсынылуы мүмкін.

4.2.3. Термогравиметрия әдісі

Дифференциалды жылулық талдау мен уақыт аралығында эрекеттесетін заттардың басқа да физикалық пен физика-химиялық сипаттамаларды біріктіретін жетілдірілген әдіс гетерогендік жүйедегі химиялық және металлургиялық үрдістерді зерттеудің заманауи әдістерінің бірі болып табылады.

Жылулық талдау келісілген бағдарлама бойынша зерттелетін реагенттің физика-химиялық өзгерістерінің температура аралағандағы сипаттамаларын, біріншіден, ондағы жылудың жұмсалуды немесе бөлінуімен жүретін үрдістің жүру салдарынан үлгінің уақытқа қатысты температурасы мен энтальпиясының өзгерісін зерттеуді болжайды. Бұл өлшеулерді үлгінің салмағы мен өлшемдерінің, оның электрлік және магниттік өткізгіштігінің және де басқа қасиеттерінің өзгерісін анықтаумен толықтыру кезінде, әдіс өзінің құраушысының бірі ретінде жылулық талдау мен термографияны қоса отырып, кешенді болып келеді.

Үрдістер белгілі бір температура аралығында өткізіліп, және де температура өзгерісімен олардың интенсивтілігі өзгергендіктен, соңғы уақыттары изотермиялық емес зерттеу әдістемесін жиі қолдануда. Әдістеме жүйені белгіленген тұрақты жылдамдықпен біркелкі қыздыруға негізделген. Сонымен бірге, тек термиялық емес, термокинетикалық мәліметтерді де алуға болады. Сондай-ақ, үрдістің жүру басы мен аяқталу кезіндегі температурасын, термограммада түсірілетін термиялық нәтижесін, барлық үрдістегі жылдамдықтың сипаттамасын және де оның жеке кезеңдері мен мерзімдерін анықтауға болады.

Изотермиялық емес әдіс бойынша алынған нәтижелер әдеттегідей температуралардың өзгерісімен жүретін металлургиялық үрдістердің нақты шарттарына көбірек сәйкес келеді. Сонымен қатар, олар, изотермиялық тәжірибелерге қарағанда, әдетте $0,33-0,67^{\circ}\text{C}/\text{с}$. аспайтын, температураның баяу біркелкі көтерілуі немесе төмендеуі кезіндегі әртүрлі айналуларын белгілеуге мүмкіндік бере отырып, температураның сатылы өзгеру тәжірибесі немесе әртүрлі тұрақты температура кезіндегі бірнеше зерттеулері үрдіс кинетикасының көрінісін толығырақ көрсетеді.

Ақырында бір тәжірибенің нәтижелері бойынша үрдістің немесе бірқатар ретті және де ішінара бір-біріне жүктелген үрдістердің температураға тәуелді кинетикалық көрсеткіштерін есептеу мүмкін болады.

Осылайша, изотермиялық емес әдіс бойынша бір тәжірибелік қондырғыда және бір тәжірибеде жүргізілетін үрдістің бір немесе бірнеше бақылау түрлерін біріктіру, осы

жағдайда неғұрлым қажетті шарты және қарастырылып отырған әдістің артықшылығы болып табылады.

Қазіргі таңда дифференциалды жылулық талдау (ДЖТ), масса өзгерісін белгілеумен термогравиметрия (ТГ) және арнайы құрастырылған қондырғыларда, мысалы, дериватографтарда (ВХР), «Seteram» қондырғыларында (Франция) және де сериялап шығатын басқа да қондырғыларда жүзеге асырылған масса өзгерісінің жылдамдығын белгілеумен деривативті термогравиметрия (ДТГ) ең көп тараған әдістер болып есептеледі.

Дифференциалды жылулық талдау әдісі үрдістердің жылулық эффектілерін, соның ішінде мөлшері бойынша аз болатын жылулық эффектілерін өлшеуге мүмкіндік береді. Бұл қарапайым термोजұптармен қатар дифференциалды термोजұптардың қолданылуымен жүзеге асырылады. Қалыпты және дифференциалды термोजұптағы дәнекершілеулердің бірін эталонға (инертті затқа) орналастырады. Дифференциалды жұптың екінші дәнекершілеулерін зерттелетін затқа орналастырады. Үрдістің басталу немесе айналу уақытынан бастап пешті бір қалыпты қыздыру кезінде зерттелініп отырған заттың температурасының көтерілуі баяулатқыш немесе жылдамдатқышпен ауыстырылады және үлгі мен эталонның температураларының әртүрлілігі ΔT белгісімен белгіленеді. Бұл өлшем қыздыру жылдамдығы мен жылу эффектісінің қатынасымен анықталып, термиялық эффект деп аталады, яғни уақыт аралығында үрдісті жобалау кезіндегі жылудың бөліну немесе жұтылу қарқындылығы.

Термोजұптардың көрсеткіштерін үздіксіз жазу, яғни термограммаларды түсіру кезінде дифференциалды термोजұптардан энтальпияның өзгеру қисығы деп аталатын және ДЖТ қисығы деп белгіленетін, ΔT қисығын және де эталон температурасын өлшейтін (T температуралық қисық) термोजұптан қисық алады.

Термиялық эффект пен энтальпияның сандық есептеулерін жүргізу үшін үлгі мен эталон қисықтарының арасындағы ауданды (дифференциалды температуралық қисық пен нөлдік сызықты) пайдалануға болады. ДЖТ берілгені бойынша

кинетикалық сипаттамалар анықтамасы бірқатар қиындықтармен байланысқан – үрдістің жүру кезіндегі температураның максималды өзгеруі $\Delta t_{\max}$, әдетте зерттелетін материалдың мөлшерінен, оның жылуөткізгіштігінен және де басқа өзгертін қасиеттерінен тәуелді біршама кешігумен көрсетіледі. Осыған байланысты жылулық эффектінің анықталатын температурасы үрдістің максималды жылдамдығының температурасымен салыстырғанда біршама асырылған. Бұл үрдістің кинетикалық сипаттамаларын алу арналған нәтижелерді өңдеуды қиындатады және дәлдігін төмендетеді. Көп жағдайларда көрсетілген максимум айырмашылық ескертілмейді. Сол себептен әдістің дәлдігі 5-10%-дан аспайды.

Сонымен бірге дифференциалды жылулық талдауды мәліметтермен толықтыратын термогравиметрия әдісі уақыт аралығында масса өзгерісін анықтауға және алынған мәліметтерді зерттелініп отырған заттың айналу дәрежесімен сандық байланыстыруға мүмкіндік береді. Әдіс үрдістің максималды жылдамдықтағы сәтті нақты белгілей алады. Бұл әдіс массасының өзгерісімен байланысты бір заттың айналуын зерттеу үшін ғана емес, сонымен қатар газтәріздес заттарды бөлумен немесе жұтумен және сол себептен сұйытылған реагенттің (реагенттердің) массасының айтарлықтай өзгерісімен бірге жүретін, көптеген гетерогенді металлургиялық үрдістерді зерттеуде табысты қолданылуда. Алайда, әдіс газтәріздес компоненттің түзілуінсіз және жұмсалыуынсыз жүретін қатты фазалы реакцияларды зерттеу үшін қолданылмайды және бұл жағдайда дифференциалды жылулық талдау әдісінің толықтырушысы бола алмайды.

Массаны автоматты түрде тіркеу кезінде, изотермиялық емес әдістемені қолданғанда термогравиметриялық қисық (ТҚ) деп аталады ΔG қисығын алады. Бұл қисықтан сандық түрде уақыт аралығындағы зерттелінетін айналымның дәрежесін есептеп, оның өтуінің температуралық аралығын анықтауға болады.

Термогравиметрияны үрдістің кинетикасын зерттеуге арналған өздігінше әдіс ретінде қолдану кезінде әдетте, ілулі

үлгінің ішіндегі емес, пеш кеңістігіндегі температураны өлшейді. Осыған байланысты изотермиялық емес әдістеме кезінде айнарудың басында және соңында пеш температуралары бойынша анықталатын үрдістің орташа арифметикалық температурасы реакцияның максималды жылдамдығының температурасынан ерекшеленеді (*жылулық эффектінің температурасы*). Сонымен қоса термогравиметриялық әдіс ДЖТ әдісінен өзінің инерциалдық еместігімен тиімділікпен айрықшалынады.

Үрдістің жүруіндегі температураны өлшеуде және көрсеткіштің инерциалығындағы жоғарыда көрсетілген айырмашылықтары ДЖТ мен ТГ қисықтарынан алынған мәліметтерді салыстыруды қиындатады, нәтижелерді өңдеу кезінде қателіктерге әкеледі. ТГ қисығын бағалаудағы қиыншылық ДТГ әдісін құруға алып келді. ТГ қисығы мен ДТГ қисығын бір сәтте жазу зерттелінетін заттағы айналу туралы үлкен анықтылықпен талдауға мүмкіндік берді.

ДЖТ мен ДТГ бір сәтте бірге қолданылатын кешенді әдісте бір үлгі үшін масса энтальпиясының өзгеруі, сондай-ақ масса өзгерісінің жылдамдығы, оның ішіндегі температураны өлшеумен тіркеледі. Масса өзгерісінің жылдамдығының қосымша автоматты жазбасы (ДТГ қисығы), ТГ қисығы анық белгілемейтін, сол өлшемнің максимумын анықтауға мүмкіндік береді. Нәтижесінде реакцияның максималды жылдамдығының (жылулық эффектісінің температурасынан біраз ерекшеленетін) нағыз температурасы анықталады. Сонымен қатар ДТГ қисығы ДЖТ мен ТГ қисықтары бойынша бөлінбейтін, температуралық шарттары бойынша жақын және бір-біріне жүктелетін жылулық эффектілерін бөлуге мүмкіндік береді. ДТГ қисығының шыңы бойынша массаның шамалы өзгерісін, сондай-ақ екі эффектінің арасындағы шекараға сәйкес келетін көлденең жақықты анықтауға болады.

Кинетикалық көрсеткіштерді тәжірибелік мәліметтер бойынша анықтау

ДЖТ және ДТГ мәліметтеріне негізделе отырып, кинетикалық көрсеткіштерді есептеудің соңғы сатысы реакция реті (кинетикалық теңдік реті) мен үрдістің энергиясының

активациясын анықтау болып табылады. Тұздар мен гидрат тектестердің диссоциация реакциясы үшін:

$$AB_T = A_T + B_T \quad (76)$$

кинетикалық теңдік шамамен:

$$d\alpha/d\tau = Ae^{-E/RT} (1 - \alpha)^n \quad (77)$$

болуы мүмкін.

Мұндағы: α – әрекеттескен заттың үлесі (оның айналу дәрежесі); n – реакция реті; E – жуықталған энергия активациясы; τ – уақыт, c .

Бұл жағдайда ДЖТ қисығы n және E өлшемдерін анықтауға мүмкіндік береді. Реакция реті үлкен тәжірибелік материалды өңдеуге негізделген, Киссингермен ойлап табылған эмпириялы формула бойынша анықталады:

$$n = 1,26I^{1/2} \quad (78)$$

Сонымен бірге жылулық эффектісінің қисығының бүгілген жеріндегі нүктеден түзуге жанамалар қиылысатын нүкте арқылы базистік сызыққа перпендикуляр, $\Delta T=0$ болатын, жанамалардың еңкейгіш бұрышының тангестарының қатынасымен анықталатын *жылулық эффектінің шыңының индекс құрылысы* I қолданылады.

n өлшемі 40 ϵ) суретінде көрсетілген график мәліметтеріне негізделіп, есептеуге ыңғайлы, қарапайым түрде келесі формула арқылы анықталады:

$$n = 1,26\sqrt{a/b} \quad (79)$$

мұндағы: n – жалпы катет.

Үрдістің тәжірибелік (жуық) энергиясының активациясын есептеу үшін ДТЖ мәліметтері және де тәуелсіз ДТГ мәліметтері қолданылады. ДТЖ қисығы бойынша энергияның активациясын анықтайтын әйгілі тәсілдердің бірі (Киссингер тәсілі) осы қисықтағы жылулық эффектінің шыңы қыздыру жылдамдығының тұрақты шарты кезіндегі үрдістің максималды жылдамдығына сәйкес келу жорамалына негізделген.

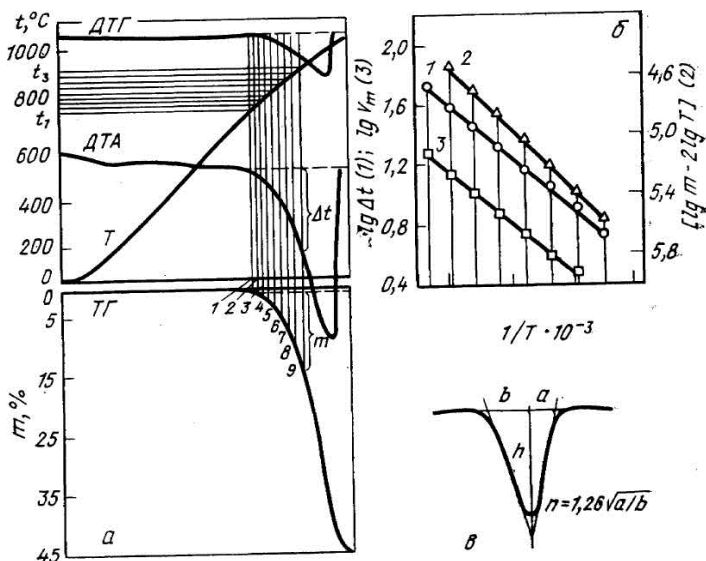
Зерттелетін үлгі мен эталон орталықтарының температураларының әртүрлілігі θ келесі формуламен өрнектеледі:

$$\theta = f(dq/d\tau), \quad (80)$$

мұндағы: $dq/d\tau$ – химиялық реакциядан бөлінетін жылудың жылдамдығы; f – екіншілік эффектілерін (көлем, тығыздық, жылулық қасиеттерінің өзгерісін) қосатын реакцияның жылуының бөліну жылдамдығының функциясы.

ДЖТ қисығына негізделсек, онда есептелген энергия активациясының мәні көтерілген немесе түсірілген болуы мүмкін екендігін көруге болады.

Бірінші жағдай, әдетте, шағын ілмелерде, үлгі ішіндегі температураны бақылауда және үрдісті қажетті жақсы жылулықпен қамтамасыздандыру кезінде байқалады.



40-сурет. CaCO_3 диссоциация үрдісінің дериватограммасы (а),
 үрдістің энергия активациясын есептеу графигі (б),
 Киссингер бойынша реакция ретін анықтау сұлбасы (в)
 1 – ДЖТ; 2 – ТГ; 3 – ДТГ

Екінші жағдай – керісінше, температураны сырттан бақылау кезіндегі үлкен ілмелерді қолданғанда (5-7 с және л-дан да көп) көрінеді. Бұл үлгіге айтарлықтай жылудың жетіспеушілігін көрсетеді. Есептеу үшін үлгі айналасында өлшенетін жоғарырақ температура қолданылады, сол себептен бұл жағдайда, есептелген энергия активациясының мәні төменірек болады. Осыған байланысты, сынаманың өзін-өзі суыту әсерінің төмендеуімен (оның төмендеуі, мысалы, 10-нан 3-6⁰C/мин дейін) қыздыру жылдамдығын таңдау маңыздылығы анық көрініп тұр.

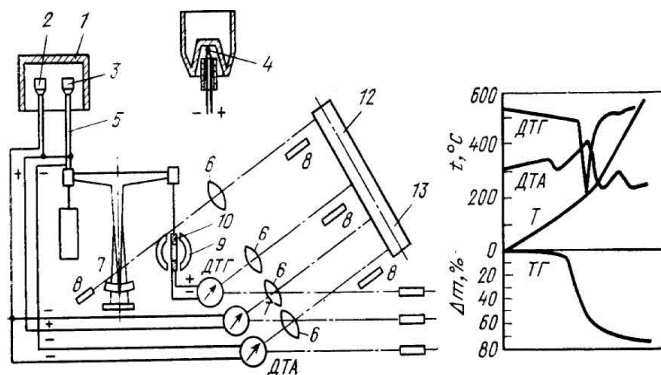
Термогравиметриялық мәліметтері бойынша энергия активациясын есептеу әдісін екі топқа бөлуге болады. Бірінші топқа әртүрлі қыздыру кезінде алынған бірнеше термогравиметриялық қисықты қажет ететін әдістер жатады. Ал екінші топқа – $dT/dt = \text{const}$ шарты кезінде, бір термогравиметриялық қисық бойынша есептеу әдістері кіреді.

Термогравиметрияға арналған құрылғы

Ф. Паулик, И. Паулик және Л. Эрдеймен (ВХР) құрылған дериватографта бір уақытта зерттелетін үлгінің температурасын (Т қисығын), оның массасының өзгерісін (ТГ қисығын), масса өзгерісінің жылдамдығын (ТГ қисығын, яғни термогравиметриялық қисықтың туындысын) және энтальпия өзгерісін (ДЖТ қисығын) анықтауға болады. Уақыт бірлігіндегі барлық қисықтардың жиынтығының жазбасы дериватограмманы құрады.

Дериватографтың негізгі сұлбасы 41-суретте көрсетілген.

Құрылғының ең маңызды бөлігі таразы болып табылады. Дериватографта, бір иығының ішінде терможұптар 4 орналасқан, керамикалық түтікшесі 5 бар, қатты бекітілген аналитикалық таразылар 1 қолданылған. Терможұптың дәнекершісіне зерттелетін заты бар тигель 3 кигізілген. Оның қасындағы дәнекершісіне эталонмен 2 тигель кигізілген дифференциалды терможұптары бар түтікше орналасқан. Тигельдер платиналы кедергісі бар пеш орналасқан кварцты қақпақшалармен жабылған. Қондырғының қыздырылатын бөлігіндегі герметизация, зерттеуді басқарылатын құрамды атмосферада немесе вакуумда жүргізуге мүмкіндік береді.



41-сурет. ДЖТ және ДТГ талдауларына арналған дериватограф сұлбасы:

- 1 – таразы; 2 – эталоны бар тигель; 3 – зерттелетін затты бар тигель; 4 – терможұп; 5 – керамикалық түтікше; 6 – линза; 7 – оптикалық саңылақ; 8 – жарықтандырушы; 9 – индукциялық оралма; 10 – білік; 11 – гальванометрлер; 12 – барабан; 13 – межелік шама (фотоқағаз)

Таразының басқа иығында тұрақты магниттер өрісінде орналасатын екілік индукциялық оралма ілінген. Таразы иығындағы массалар өзгерген кезде ауысады да, оралма магнитті өрісіндегі орнын өзгертеді. Кейбір температурадан бастап пештегі зерттелетін затты біркелкі қыздырған кезде әдетте физика-химиялық үрдістің жүру нәтижесінде оның массасының біркелкі емес өзгерісі болады. Сонымен қатар магниттердің күш өрісі қуаты таразылар иығының ауытқуына пропорционал жылжымалы оралма оралған токпен индукцияланады.

Таразының қозғалмалы бөлігінде (көрсеткіш) арнайы оптикалық саңылағы 7 бар тілімше бекітілген. Одан жарық сәулесі жарықтандырушыдан 8 үлкейткіш линза 6 жүйесіне, одан кейін тұрақты жылдамдықпен айналып тұрған, барабанға 12 кигізілген жарық сезгіш қағазға өтеді. Таразының көрсеткішінің ауытқуы кезінде (үлгінің массасының өзгеруі нәтижесінде) барабанда ТГ термогравиметриялық қисығы түрінде жазылатын оптикалық саңылаудың ауысуы жүреді.

Таразылар иығына ілінген және екі таға тәріздес магниттердің біртектес өрісінде қозғалатын екілік индукциялық оралманың көмегімен массаның өзгеру жылдамдығы келесідей өлшенеді: магниттердің күш өрісі қуаты таразылар иығының ауытқуына пропорционал жылжымалы оралма оралған токпен индукцияланады. Сонымен бірге, оралма қысқышына жалғанған гальванометрдің жарықтық сигналы *11 а* барабанның *12* жарық сезгіш қағазында ТГ негізгі қысығының туындысы – масса өзгерісінің жылдамдығының қысығын (ДТГ) сипаттайды.

Дериватографтағы ДЖТ қысығын дифференциалды термोजұптардың көрсеткіштері бойынша алады. Осы термोजұптың плюстарына қосылған гальванометрдің *11 в* жарықтық сигналы ДЖТ қысығын береді. Үлгінің температурасын өлшеу үшін термोजұптардың қысқыштарына жарықтық сигналы Т температуралық қысығын жазатын үшінші гальванометр *11 б* жалғанған.

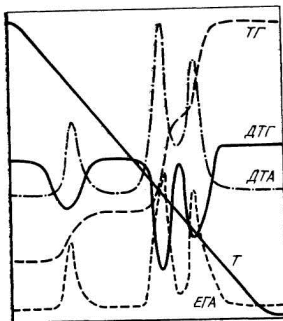
Деривативті термогравиметриялық, дифференциалды жылулық талдауды және газ тәріздес өнімдерді талдауды біріктіретін құралдар «Setaram» фирмасында (Франция) қолданылады. Онда тәжірибе жүргізілгенде үрдістің келесі сипаттамалары анықталады:

- 1) термогравиметриялық қысық (ТГ);
- 2) массаның өзгерісінің туындысы (ДТГ) (арнайы құрылғы – дериватормен анықталатын масса өзгерісінің жылдамдығы);
- 3) біркелкі қыздыру кезіндегі зерттелетін үлгі мен эталонның температураларының әртүрлілігі (ДЖТ қысығы);
- 4) үлгіден бөлінетін газдардың мөлшері мен құрамы;
- 5) пеш пен эталон температурасы (ТГ қысығы).

Реттеу, бағдарламалау және үлгінің температурасын нақты өлшеу ТГ, ДТГ және ДЖТ қысықтарымен тіркелген құбылыстар мен үрдістерді теңестіруге мүмкіндік береді (42-сурет).

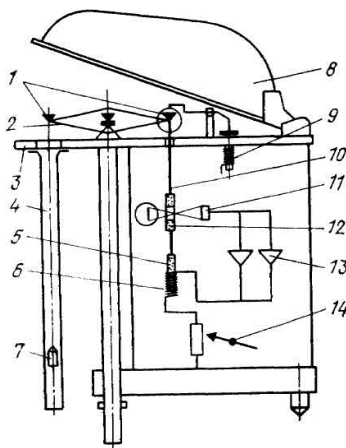
Бөлшектеп таразы ілгішінің жапқышымен *12* қайта жабылған және фото кедергіге *11* бағытталған жарық түйінінің қарқындылығының өзгерісінің көмегімен таразы автоматты түрдегі тепе-теңдікке ие (43-сурет).

Фото кедергі арқылы өтетін ток күшейеді де, орталығында тұрақты магниттің 5 плюстарының бірі орналасқан жылжымайтын цилиндрлік соленоидқа 6 беріледі.



42-сурет. Кешенді талдаудың кысықтары

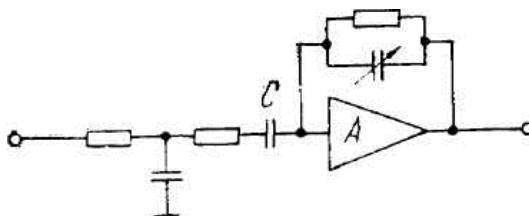
Электрмагниттік күш иықтарды нақты теңестірген кезде, тепе-теңдік жағдайы орнатылады. Бұл электрмагниттік күш солениод арқылы өтетін және үлгінің массасына ғана тәуелді токқа пропорционал. Токтың өзгеруі мен тіркелуі ТГ кысығын алуға мүмкіндік береді. Қоршаған ортаның тұрақты жағдайы кезінде өлшеу нақтылығы 10^{-6} құрайды және қалпына келтірілген және минималды жүктеменің қатынасымен анықталады.



43 -сурет. Құрылғы таразысының сұлбасы:

- 1 – таразы; 2 – иық; 3 – фундамент; 4 – инелі жіп; 5 – тұрақты магнит; 6 – соленоид; 7 – зерттеленетін зат; 8 – қақпақ; 9 – жүк теңестірушісі; 10 – өзек; 11 – фото кедергі; 12 – білік; 13 – күшейткіштер; 14 – кедергі

Дериватор 44-суретте көрсетілген негізгі сұлбаға ие.



44-сурет. Дериватордың негізгі сұлбасы

Дериватор тізбегінің құрамында, жоғары күшейткіш коэффициентімен конденсаторды C зарядтайтын, A күшейткіші бар. Ол қадағаналанатын жолдың шегін орнату үшін, иеріс байланыс тізбегімен жабдықталған. Дериватордың сезгіштігі 1 мВ ($1/2$ межелік шама) тіркелу кезінде 60 мкГ/мин құрады.

ДЖТ қисығын түсіруге арналған датчиктерді (терможұптар) орналастыру, аспаптың жылжымалы бөлігі мен таразылардың жылжымайтын бөліктерінің арасындағы, өте жұқа металдық таспалардан тұратын электрлік моментсіз қосылыспен қамтамасыз етіледі. Шектейтін құрылғылар таспаларды үзілуден қорғайды. Сондай-ақ, зерттелетін үлгі мен бірінші үлгіде, екіншісі эталонды материалда орналасқан екі қосылған дифференциалды терможұптардың қосындысы ілінген таразы иықтарының еркін түрде қозғалысы болады.

Өлшеуіш бағана таразы иығына ілінген және үлгі мен эталонды материал бар тигель орналасқан екі терможұптардың қысқыштарымен аяқталатын глиноземнен жасалған төрт каналды түтікшені көрсетеді. Үшінші терможұп осы екеуінің арасында орналасқан. Екі дифференциалды қосылған терможұптардың э.к.к. күшейткішпен күшейтіліп, фильтрленеді.

Газдарды талдау үшін спектрометрия, инфрақызыл сәулелендіру, кондуктометрия және хроматография әдістері қолданылуы мүмкін. «Setaram» фирмасының құрылғысында хроматографиялық және де бинарлы әдістер қолданылған.

Соңғысында, зерттелетін газ бен эталондық (газ тасымалдағыштың) жылу өткізгіштіктерінің салыстыруы жүреді. Құрылғыда вольфрамды жіпшелері бар детектор қолданылған. Газды талдауға енгізілген көлем, бірнеше ондаған микролитрға тең. Газды енгізу автоматты түрде, өте қысқа уақыт аралығында жүргізіледі. Сигналды шың түрінде алады, ЕГА қисығы - бөлінген газдың мөлшерін көрсетеді. Біріктірілген құрылғы бинарлы әдістен хроматографиялық талдау әдісіне жылдам қосылуға мүмкіндік береді.

5. ЭЛЕМЕНТТІК ҚҰРАМДЫ БАҚЫЛАУДЫҢ ЗАМАНАУИ РЕНТГЕНДІ ФЛУОРЕСЦЕНТТІК АСПАПТАРЫ

Соңғы жылдары әлемдік тәжірибеде, өндірістік шарттарда әртүрлі материалдарды элементтік талдау үшін, нақтылығы жоғары рентгенді флуоресценттік аналитикалық аспаптардың әртүрлі модификациялары мен физика-химиялық талдау, электронды басқару мен ақпараттарды компьютермен өңдеуді қамтитын олардың әдістемелік қамтуы белсенді дамуда [10-12].

Рентгенді флуоресценттік аспаптардың шетелдік аналогтарын, дүниежүзі бойынша аналитикалық аспаптар өндіретін ірі компаниялары шығарады: Bruker және Spectro (Германия), ThermoScientific (АҚШ), Oxford Instruments (Ұлыбритания) және т.б.

Талдаудың құралдық әдістері химиялық талдаудың қарапайым әдістерінің алдында бірқатар елеулі артықшылықтарға ие: бұл талдау уақытының қысқаруы (сағаттар орнына секундтар), талдаудың аса жоғары нақтылығы, талдау нәтижесіне адами фактор әсерінің төмендеуі, процестің экологиялық тазалығының артуы және талдау құнының арзандауы.

Рентгенді флуоресценттік әдісті пайдаланылатын, бақылаудың аналитикалық аспаптарының кеңінен қолданылуы, ядрелі электроника, қатты денелер физикасы, талданатын затпен рентгенді сәулеленудің әрекеттесу физикасы салаларының соңғы жетістіктерімен және IT-технологияның дамуымен түсіндіріледі. Бірегей сипаттамаларға ие кремний негізінде жасалған рентгенді сәулеленудің электрлі суытылатын детекторлары пайда болды және қолжетімді болды - PIN-детекторлар, одан кейін SDD [13,14]. Пайдалы әсер ету коэффициенті жоғары болатын қуаты аз рентгенді түтікшелермен кіші өлшемді сәулелендіргіштер жасалды және өндіріс масштабында шығарыла бастады. Электроника жылдам жетілдірілуде: сандық спектрометриялық құрылғылар, қуатты микропроцессорлар қарапайым болды; заманауи аккумуляторлық батареялар өлшемі кіші және үлкен сыйымдылықта массасы аз. Тасымалданатын

рентгендірадиометрлік аспаптардың жасалуы мен сериялық шығарылуын бірқатар құрал жасау фирмалары, ең бастысы шетелдік фирмалар қолға алды [15,16].

5.1. Аналитикалық аспаптардың жіктелуі, құрылымдық сұлбасы мен жұмыс істеу принципі

Экономиканың бірқатар аса маңызды салаларында (тау-кен металлургия, химия, уран өндірісі және т.б.) пайдаланылатын рентгендіфлуоресценттік аспаптарын типі бойынша *стационарлық* (зертханалық) және *тасымалданатын шағын* (портативті) аспаптар деп жіктеуге болады.

Зертханалық шарттарда рентгендіфлуоресценттік әдісі шекті қолданысқа ие, бұл кезде тасымалданатын аспаптардың стационарлық аспаптары алдында нақты бір артықшылығы жоқ. Алайда, өндірістік шарттарда, цехтар мен зауыт аймақтарында зерттелінді, сынама құрамының экспресс-талдауын жүргізу қажет болса, *тасымалданатын* аспаптардың артықшылығы аса айқын көрінетін болады.

Негізгі міндетті – тау жыныстарының, кеңінен тараған қорытпаларының сынамаларын (үлгілерін) экспресс-талдау, металл сынықтарын сұрыптау, өндіріс барысында бұйымдарды технологиялық бақылау және т.б. шешу кезінде тасымалданатын шағын рентгендіфлуоресценттік аспаптардың теңдесі жоқ. Олар ұсақ бөлшектер мен үлкен өлшемді бұйымдардың элементтік талдауын сынамалардың алуынсыз, жылдам әрі арзан, жүргізуге мүмкіндік береді.

Стационарлы рентгендіфлуоресценттік аспаптар техникалық әдебиеттерде жеткілікті толық әрі егжей-тегжейлі көрсетілгендігін ескере отырып, төменде біз өндірісте аса кеңінен қолданыс тауып жүрген тасымалданатын аспаптар жөнінде ақпараттар келтіреміз.

Рентгендіфлуоресценттік энергодисперсті шағын аспаптар табиғи орнының кендерін талдау үшін аса тиімді құрылғы болып табылады. Соңғы бес жылда олардың қарқынды дамуы мен нарықта ілгері басуы байқалуда. Бірқатар шетел компаниялары осы салада белсенді жұмыс жүргізуде. Олардың негізгісі Bruker неміс компаниясы, NITON, Innov-X Systems американдық компаниялары және т.б. болып табылады.

Танымал Bruker неміс компаниясы екі модификациядағы аналитикалық аспаптарын ұсынуда- S1 TURBO^{SD} және S1 SORTER. Аспаптардың жалпы көрінісі 45 суретте көрсетілген.



S1 TURBO^{SD}



S1 SORTER

45-сурет. Bruker компаниясының аналитикалық аспаптарының жалпы көрінісі

Екі құрал да қуаты аз рентген түтікшелерін (40 кВ, анод - Ag) пайдаланады, алайда, біріншісінде ауданы 10 мм² SDD детекторын пайдаланылады, ал екіншісінде – SiPIN детекторы. Есептеу құрылғылары ретінде қалталы компьютерлер пайдаланылады. Аспаптар салмағы 2 кг аспайды. Аспаптардың өлшемі 30x10x28 см құрайды. Аспаптардың үздіксіз жұмыс істеу ұзақтығы 6 сағат ұсталады.

Аталған аспаптармен қатар, үлгілердің сапалы және сандық элементтік талдауын жүргізу үшін фирма S2PICOFOX спектрометрін жасап шығарды.

S2 PICOFOX спектрометрі – бұл сырттан суытылуын қажет етпейтін, сан түрлі үлгілердің ізді концентрацияларын талдауға арналған және тұрған орнында талдауға жарамды әмбебап құрал. S2 PICOFOX спектрометрінің өзге артықшылықтары қарапайым калибрлеу процедурасы, матрицалық әсер мен жады эффекттерінің жоқтығы, сонымен қатар жылдам көп элементтік талдау мүмкіндігі болып табылады.

Спектрометрдің жұмыс істеу принципінің негізіне толық сырттан шағылысатын рентгендіфлуоресценттік әдісімен талдау (ТСШ РФТ) салынды. S2PICOFOX спектрометрінің ТСШ РФТ құрылғысының сұлбасы мен жұмыс істеу принципі 46-суретте көрсетілген [17].



46-сурет. S2PICOFOX спектрометрінің
РФА ПВО құрылғысы

Рентгендіфлуоресценттік спектрометрия әдісі (РФСӘ) рентгенді сәулелер әсерінен зерттелінді, үлгі атомдары екіншілей флуоресценттік рентген сәулелерін шығаруына негізделеді. Мо-аноды бар рентген түтікшесімен туындайтын рентген шоғы, Ni/C көп қабатты монохроматорымен біртекті шағын шоққа түрленеді. Ары қарай шағын шоқ үлгі орналасқан негізгі материалға (подложка) түседі, ол кіші бұрышпен ($0,3^\circ$ - $0,6^\circ$) орнатылған және толық сырттан шағылысу эффектісі әсерінен беті түрінде көрінеді. Үлгіден сипаттамалық флуоресценттік сәулелену XFlash® (кремнийлі қалқымалы детектор - SDD) жартылайөткізгіш детекторымен тіркеледі, ал қарқындылығы көп каналды талдағышпен жалғанған күшейткіш көмегімен өлшенеді.

Дәстүрлі РФТ әдісінен берілген әдістің негізгі ерекшелігі – бұл толық шағылыстыру үшін монохроматикалық сәулелену мен оптиканың пайдаланылуы. Толық сырттан шағылыстыру кезінде рентген шоғымен үлгінің козуы сынамада сәулеленудің жұтылуы мен шашырауын азайтады.

Бұл ерекшеліктері сыртқы шуды ауқымды азайтуға, демек, матрицалық эффектілердің сезімталдылығын арттыруға және әсерін біршама төмендетуге мүмкіндік береді.

S2 PICOFOX спектрометрінің техникалық көрсеткіштері 5-кестеде келтірілген.

5-кесте

Қалыпты конфигурацияда және тиімділігі жоғары модульде S2 PICOFOX спектрометрінің техникалық сипаттамалары

Көрсеткіш	Қалыпты конфигурация	Тиімділігі жоғары модуль
	Күшті фокусты түтікше	Микрофокусты түтікше
Рентген түтікше	Дақ өлшемі 1 x 1 мм	Дақ өлшемі 50 x 50 мкм
Қуаты	50 Вт (max. 50 кВ, 1 мА)	37 Вт (max. 50 кВ, 0,75 мА)
Моно-хроматор	Көпқабатты жазық, 17,5 кэВ	Көп қабатты иілген, 17,5 кэВ
Детектор	SDD XFlash® 10мм ² белсенді зона	SDD XFlash® 30 мм ² белсенді зона

S2 PICOFOX спектрометрі қалыпты конфигурацияда қарапайым көріну және/немесе өлшеу уақытының шегі берілетін аналитикалық міндеттерді шешуде қолданылады. Аса жоғары сезімталдылық қажет болған жағдайда, тиімділігі жоғары модуль қолданылады, оның құрамына микрофокусты рентген түтікшесі мен ауданы үлкен детектор кіреді.

NITON компаниясы XL2 және XL3 сериялы аспаптарын шығарады, олардың жалпы көрінісі 47-суретте көрсетілген [15].

XL2 сериялы құрал максималды кернеу 45 кВ болатын шағын рентген түтікшесімен (күміс анод) және термо суытылатын SiPIN жартылай өткізгіш детекторымен жабдықталған. XL3 сериялы құралда максималды кернеу 50 кВ болатын рентген түтікшесі (алтын анод, опциялық күміс) мен SDD детекторы пайдаланылады.



XL2 сериясы



XL3 сериясы

47-сурет. NITON компаниясының XL2 және XL3 сериялы аналитикалық аспаптары

Құралда ауыстырмалы автоматты сүзгіштер қарастырылған. Есептеу құрылғысы ретінде кірістірілген процессор пайдаланылады. XL3 құралының салмағы мен өлшемдері, сәйкесінше – 1,5 кг, 248х273х95 см құрайды. XL2 құралының ұқсас көрсеткіштері – 1,3 кг, 244х230х95.5 см. Қорғаныш қаптамалары бар соққыға берік пластиктен жасалған шаң мен ылғалдан қорғалған корпусы, кіруі қиындатылған аймақтарда талдауға арналған тар алдыңғы бөлігі бар және ыңғайлы жұмыс үшін балансы жақсартылған. Аккумуляторды қосымша қуаттандырусыз жұмыс істеу уақыты – 6 сағатқа дейін.

Innov-X Systems компаниясы Alpha series-8000 және Delta Standart аспаптарын ұсынады. Аспаптардың жалпы көрінісі 48-суретте көрсетілген.



Alpha series-8000



Delta Standart

48-сурет. Innov-X Systems компаниясының аналитикалық аспаптарының жалпы көрінісі

Alpha series-8000 талдағышы Ag немесе W анодты рентген түтікшесін пайдаланады; кернеу 10-40 кВ; ток 10-50 мкА; 5 ауыстырмалы сүгішке дейін. Аспаптарда SiPIN детекторы қолданылады. Үздіксіз жұмыс істеу уақыты – 8 сағатқа дейін. Аспаптың салмағы - 1,6 кг. Жұмыс істеу барысында HP IPAQ қалталы компьютер қолданылады. Жинақта тау жыныстарын талдау бағдарламасы бар – 25 элемент, стандартты түрде – 21 элемент: Ti, Cl, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, As, St, Rb, Sr, Zr, Mo, Cd, Ta, Pb, Ag, Sn, Sb, Ba, Hg және таңдау бойынша 4 элемент анықталады. Әдеттегі қолданылуы: негізгі металдар, Cu, Ni, Ta, платина тобы металдарының концентрациясы және т.б. элементтер бойынша кенді сұрыптау.

Delta Standart құралы қуаты 4 Вт және кернеуі 45 кВ болатын рентген түтікшесімен жабдықталған. Ток 200 мкА дейін. Ауданы үлкен SDD детекторының қолданылуы интегралдық жүктемені ұлғайтады. Кірістірілген процессор Alpha series-8000 салыстырғанда талдаудың өнімділігі мен жылдамдығын арттырады. Құралда өлшеу блогының жаңартылған геометриясы қарастырылған. Далада жұмыс істеу үшін арнайы эргономикалық конструкция жасалған. Резеңкелеген қолы ұстауға ыңғайлы және молдингпен беріктетілген. Құрал кенді талдау және жер мен топырақ құрамында ауыр металдар мөлшерін бақылау үшін ұсынылған. Алайда, табиғи орнында кендерді сынауда шетел аналитикалық аспаптарының пайдаланылуы тек қана айтылған сөз. Себебі, шетел тау-кен алу кәсіпорындарында, әсіресе АҚШ-та, табиғи орны мен оған жағын күйде кендерді сынау рұқсат етілмеген. Мұнда сынамаларды жаппай жинап алып, оларды кейіннен зертханаларда талдауды жөн көреді. Сонымен қатар американдық кеншілер жерасты әдісімен кен алмайды. Дамып келе жатқан елдерде американдық тау-кен компаниялары әрине әдеттегі технологияны енгізеді. Мұның бәрі жеткілікті көлемде жақсы жабдықталған зертханалары бар жерде ғана қолданысқа ие, оған қоса сынамаларды алу мен тасымалдау мәселелері туындамайды.

Айта кету керек, барлық шетел аспаптары қорытпаларды талдау мен сұрыптауға, яғни беті салыстырмалы тегіс гомогенді нысаналарды талдауға бағдарланып жасалған. Кенді табиғи

орнында сынау кезінде аталған аспаптарды пайдалану мүмкіндігі тиімсіз болды. Техникалық тұрғыдан шетел аспаптарының негізгі кемшілігіне – талданатын үлгі жарықтануының кіші ауданы мен талдау нысанының ерекшелігін ескере отырып, жиынның қолайсыздығын жатқызуға болады. Әдістемелік кемшіліктеріне табиғи орнында кендер сынағын жүргізу тәжірибесінің жоқтығын жатқызуға болады.

Қазақстанның тау-кен металлургия кешенінің (ТМК) кәсіпорындарында батыс аналогтарының кеңінен қолданылуы бірқатар өзге факторлар әсерінен тежелуде. Қызмет ететін білікті жұмысшылардың жетіспеушілігіне байланысты, оларға қызмет етудің жоғары құны мен күрделілігі, сонымен қатар осы жағдайдан туындайтын кадрлар мен сервистік қызметті дайындау сұрақтары кәсіпорыннан ауқымды қаражаттың шығындалуын талап етеді.

Сондықтан республика ТМК-де аналитикалық бақылаудың нақтылығы жоғары батыс аспаптарымен қамтылуы, негізінен ірі компаниялардың бас кәсіпорындарында жүзеге асырылған. Тау-кен металлургия кәсіпорындарының қалған құрылымдық бөлімдерінде, бүгінгі таңға дейін химиялық талдаудың ескі әдістері қолданылады.

Алайда, талдау көрсетуі бойынша, аналитикалық бақылаудың шетел аспаптары пайдаланылатын кәсіпорындарда жағдай маз емес. Олардың көп функционалдылығына қарамастан, олар біздің кәсіпорындарымыздың алдында тұрған міндеттің толыққанды шешілуіне бейімделмеген. Мұның басты себебі, шетел өндірушілерінде отандық кәсіпорындардың алдында тұрған аналитикалық міндеттердің қойылуы мен шешілуі жөнінде анық түсінік жоқ. Бағалы металдар мен зиян қоспалардың толық жиынын біруақытта анықтау қажеттілігі туындайтын күрделі құрамды материалдарды сынауда олардың пайдаланылуы, олардың шектеулі мүмкіндігі әсерінен мәселелі болып табылады. Сондықтан қазіргі уақытта кәсіпорындарда олардың пайдаланылуы металлургиялық өндірістің әртүрлі өнімдерінде негізгі металдар мөлшерінің анықталуымен ғана шектеледі.

Айта кету керек, отандық тау-кен металлургия кәсіпорындарында NITON және Innov-X Systems фирмаларының аспаптарын сынау кезінде, біздің қатаң климаттық шарттарда жұмыс істеуде олардың жарамсыздығы көрсетілді. Сонымен қатар сынақ нәтижесінде аккумуляторды қосымша қуаттандырусыз, нақты үздіксіз жұмыс уақытының мәлімделген көрсеткіштерге сәйкес келмеуі орнатылды.

Құрамында түсті металдар кездесетін Қазақстан кендері кешенді болып табылады және күрделі құрылымды-минералогиялық құрамға ие. Олар сирек және шашыранды элементтердің ауқымды мөлшерін қамтиды. Қазақстан кендерінің құрылымы, физикалық, химиялық және басқа сипаттамалары оларды алу, байыту және металлургиялық өңдеу кезінде дербес тәсілдемені талап етеді. Олардың сыналуы кең мүмкіндікрге ие аналитикалық аспаптармен жүзеге асырылуы тиіс. Аналитикалық бақылаудың нақтылығы жоғары аспаптарының жасалу мен енгізілу қажеттілігі, кендерде бағалы металдармен қатар зиян заттардың және олардың қосындыларының ауқымды мөлшерде шоғырлануымен күшеюде. Қоршаған ортаны қорғау мен экологиялық қауіпсіздікті қамтамасыз ету тұрғысынан, соңғының есепке алынуы мен аналитикалық бақылануы металдар өндірісінің әрбір сатысында – кен алудан бастап дайын металл шығаруға дейін маңызды элемент болуы керек.

Бастапқы зат пен металлургиялық өңдеу процесінде алынатын соңғы өнім құрамын есепке алынуы мен бақылануының қамтамасыз етілуі шығындалатын материалдарды, процестің технологиялық көрсеткіштерін оңтайландыруға, дайын өнім сапасын нақты бақылау мен арттыруға мүмкіндік береді, бұл оның құнын, сәйкесінше өндірістің жалпы рентабельділігін көп мөлшерде арттырады. Оған қоса, өндірістік тізбектің әрбір сатысында металдар қозғалысының жеткілікті нақты есепке алынуы мен бақылануы, алынатын өнімдерде олардың сандық қатынасын анықтауға және қажет болған жағдайда қоршаған ортаға зиян заттар мен олардың қосындыларының кері жүктемесін азайту бойынша уақытында сәйкес шаралар қабылдауға мүмкіндік береді.

Тау-кен металлургия кәсіпорындары алдында тұрған нақты аналитикалық міндеттер шешілуінің қажеттілігі, сонымен қатар аналитикалық жабдық нарығындағы мықты бәсекелестік, құрал жасаушылар алдында мүмкіндіктері кеңейтілген рентгендіфлуоресценттік аналитикалық аспаптардың жаңа модификацияларын құруға бағытталған міндеттер қояды.

Бұл кезде ерекше көңіл тікелей экологиялық мәселелердің шешілуіне бөліну керек. Мәселен, зерттеулерде су бассейнінің техногенді ластаушыларын бақылауға арналған құрал құрылуы мен әдістемелік қамтылуына көңіл аудару керек. Заманауи бақылау талаптарына жауап беретін, жасалынған және эксплуатацияланатын аспаптардың барлық артықшылықтарын сақтай отырып, аналитикалық аспаптардың жаңа модификациялары құралдың функционалдық мүмкіндіктерін кеңейту және ағынды жер суы мен тау-кен металлургия өнеркәсібінің сұйық ерітінділерінде ауыр түсті металдар, мышьяк, сурьма және т.б. зиян элементтер мөлшерінің бір уақытта анықталуын қамтамасыз ету қажет. Жаңа аспаптардың пайда болуы мен олардың енгізілуі, тау-кен металлургия кәсіпорындарының өндірістік және улы қалдықтары мәселелерімен тығыз байланысқан бірқатар маңызды сұрақтарын шешуге мүмкіндік береді.

Іргелі зерттеулердің біріне, сезімталдықтың, селективтіліктің, нақтылықтың, экспресс-талдаудың артуымен байланысты бағытты және табиғи орнында кенді сынау кезінде құрал анықтайтын элементтер шеңберін кеңейтуді жатқызуға болады. Қойылған міндет сандық дабылды процессорлар мен жылдам әрекет ететін жартылай өткізгіш SDD детекторлардың пайдаланылуымен шешілуі мүмкін. Олардың құрылуы мен тәжірибеге енгізілуі ядерлік электроника мен қатты дене физика салаларының соңғы жетістіктері әсерінен мүмкін болды. Бұл құрылғылардың заманауи шағын есептеу жүйелерімен ойдағыдай үйлесімі жаңа заман аспаптарының аса жетілдірілген модификацияларын құруда кең мүмкіндіктерді ашады.

Жасаушылардың айтуынша, сынақ жүргізу нақтылығын арттыру үшін ерекше көңіл келесі жаңа түйіндердің: козу және детектрлеу блогының конструкциясының; рентгенді сәулеленудің гетерогенді ортамен әрекеттесу процесін

сипаттайтын математикалық модельдің; екіншілей спектрді өңдеу алгоритмінің жасалуына бөліну керек.

Аналитикалық аспаптардың жаңа модификацияларын жасау мен тау-кен өндірісіне енгізу металдардың қажетсіз мөлшерін табиғи төмендету және минерал шикізатын кешенді өңдеу тұрғысынан аса маңызды. Аспаптардың жаңа модификацияларын пайдалану, жоғарыда көрсетілгендей технологиялық процестер экологизациясының міндеттерін жеткілікті жоғары сапада шешуге мүмкіндік береді.

5.2. Рентгендіфлуоресценттік аспаптардың құрылымдық сұлбасының негізгі түйіндерін таңдауда қолданылатын негізгі тәсілдемелер

5.2.1. Қоздырушы сәулелену көзін таңдау

Далада қолданылатын аспаптарда біріншілеу сәулелену көзі ретінде кіші өлшемді рентген түтікшелі (РТ) сәулелендіргіштер немесе иондаушы сәулеленудің изотопты көздері (СИК) пайдаланылуы мүмкін. Екеуінің өзіне тән артықшылықтары мен кемшіліктері бар. Ертеректе айтарлықтай тек СИК қолданылды. Алайда соңғы 7-8 жылда қуаты кіші өлшемді РТ қарқынды даму үрдісі байқалуда және бұл бағытта жұмыстар белсенді жалғасуда. Далада қолданылатын аспаптарда олардың нақты қолданылу мүмкіндігі туындады.

РТ артықшылықтарына жатқызуға болады:

- ықшамдалған радиациялық бақылау;
- СИК салыстырғанда аса қарқынды рентгенді кванттар ағыны;
- қоздырушы сәулеленудің жедел өзгеру мүмкіндігі, демек өлшеу режимінің оңтайлануы.

Кемшіліктері келесідей:

- жұмыс істеудің шектелген қоры;
- өлшемдері;
- көп мөлшерде қуат тұтынуы (далалық аспаптар тұрғысынан);
- жоғары кернеу;
- сәулелену тұрақсыздығы (қысқа мерзімді және ұзақ мерзімді);
- әлсіз механикалық қорғалуы.

Далалық рентгенді флуоресценттік энергодисперсті аспаптарда оларды қолдану тұрғысынан, атқыш (пристрельный) типті РТ аса әлеуетті болып табылады. Олардың сәуле шығу бұрышы кең (шамамен 120°), сонымен қатар қозу блогының жарық күшін арттыратын, сынама мен шығу көзі арасындағы қашықтықты азайтуға мүмкіндік береді. Шағын рентген аспаптарын өндірушілерге шағын РТ негізгі жеткізушілері болып табылатын дүниежүзінде шамамен 5-6 фирма мәлім. Қалыптасқан экономикалық жағдай әсерінен бүгінгі таңда америкалық фирмалардан сатып алу арзанырақ болып келеді. Қазіргі уақытта қалыптасқан РТ өндіру технологиясы кіші өлшемді рентген сәулелендіргіштің негізгі сипаттамаларының келесі көрсеткіштерін қамтамасыз етеді:

- түтікшеге түсетін максимум кернеу $40\text{ кВ} - 50\text{ кВ}$;
- түтікше тогы 200 мкА дейін; қуаты 10 Вт дейін,

мәжбүрленген суытусыз;

- Пайдалы әсер коэффициенті шамамен 50%.

МОХТЕК фирмасы кіші өлшемді Magnum сәулелендіргіштерін жеткізеді, олар келесідей сипаттамаларға ие:

- түтікше кернеуі $10 - 50\text{ кВ}$;
- түтікше тогы $0 - 0,2\text{ А}$;
- максимум қуаты 10 Вт ;
- фокусты дақ диаметрі шамамен 400 мкм ;
- сәуле шығу бұрышы 46° ;
- тұрақсыздығы – 1% RSD;
- қажетті Ве терезесінің қалыңдығы $0,25\text{ мм}$;
- металлкерамикалық түтікше;
- катод - вольфрам жіпшесі;
- жұмысшы температуралар диапазоны – минус 10°C -дан

$+50^\circ\text{C}$;

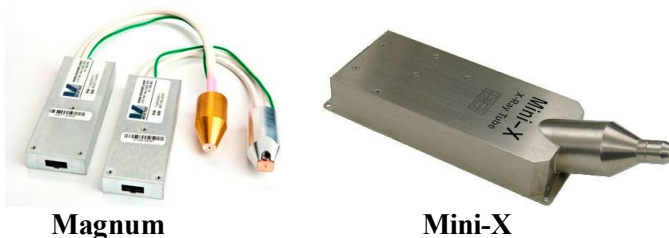
- салмағы 500 г ;
- мүмкін болатын анод материалдары – Ag, W, Au, Pd, Ta, Rh.

Newton Scientific, Inc. фирмасы кіші өлшемді Mini-X сәулелендіргіштерін шығарады, олардың сипаттамалары келесідей:

- түтікше кернеуі $10 - 40\text{ кВ}$;
- түтікше тогы $5 - 200\text{ мкА}$;

- максималды қуаты 4 Вт;
- фокусты дақ диаметрі шамамен 2 мм;
- сәуле шығу бұрышы 120° ;
- тұрақсыздығы – 1% RSD;
- қажетті Ве терезесінің қалыңдығы 0,5 мм;
- металлкерамикалық түтікше;
- катод - вольфрам жіпшесі;
- жұмысшы температуралар диапазоны – минус 10 °C-дан +50°C;
- салмағы 280 г;
- мүмкін болатын анод материалдары – Ag, W.

Аталған кіші өлшемді сәулелендіргіштердің жалпы көрінісі 49-суретте көрсетілген.



49-сурет. Magnum және Mini-X кіші өлшемді сәулелендіргіштердің жалпы көрінісі

Соңғы уақытта қарқынды түрде «суық катодты» рентген түтікшелері жасалуда. Мұнда катод ретінде графитті нанотүтікшелер пайдаланылады. Бұл жағдайда электрондар эмиссиясы электр өрісі есебінен қамтамасыз етіледі. Бұл тұтынатын қуатты шамамен үш есе азайтуға және қызмет ету мерзімін бірнеше есе ұлғайтуға мүмкіндік береді. Алайда қазіргі уақытқа дейін, қолайлы сипаттамалармен, олардың сериялы шығарылуы бірде бір фирмада мүмкін болған жоқ.

2006 жылы Oxford Instruments фирмасы мұндай түтікшелер негізінде рентгенді сәулелендіргіштер шығарылуын жарнамалады. Алайда, арнайы жүргізілген сынақ көрсетуі бойынша, олардың шынайы сипаттамалары мәліметтелген көрсеткіштерге сәйкес келмейді. Оған қоса элементтік сандық

талдау жүргізу үшін аспаптарда олардың пайдаланылуы мүмкін еместігі орнатылды. Іс жүзінде алынған нәтижелер мен қорытындыларды өндіруші фирманың өзі мойындады. Дегенмен бұл сәулелендіргіштердің даму болашағы өте жақсы.

СИК артықшылықтарына келесі көрсеткіштерді жатқызуға болады:

- ықшамдылығы;
- сәулелену тұрақтылығы;
- ұзақ мерзімді эксплуатациялануы;
- механикалық қорғалуы.

Олардың кемшіліктері:

- жою қажеттілігі;
- ИСК-мен белгіленген қатаң жұмыс істеу тәртібі;

- бірқатар изотоптардың салыстырмалы аз жартылай ыдырау мерзімі;

- РТ-мен салыстырғанда сәулеленудің аса әлсіз ағыны.

Атомдық өнеркәсіп кәсіпорындарында орын алған бірқатар апаттарына байланысты радиофобия, жалпы алғанда өнеркәсіпте изотоптардың қолданылуына сөзсіз кері әсерін тигізді. Дегенмен, егер ғылыми тұрғыдан қарайтын болсақ, шынымен тиімді болатын орында изотоптық өнімнің болашақта қолданылатыны анық.

Рентгенді талдау әдістерінде де пайдалану үшін изотопты иондаушы сәулелену көзінің жасалуы мен өндірілуі жалғасуда. Мәселен, ЖАҚ «РИТВЕРЦ» фирмасы, шағын рентгенді аспаптарда қолданылатын изотопты көздердің кең тізімдемесін шығарады: Cd-109, Pu-238, Am-241 және т.б. Сонымен қатар, цилиндрлі көзінің пайдаланылуымен салыстырғанда, қолданылуы, аспаптардың жарық күшін шамамен үш есе арттыруға мүмкіндік беретін сақиналы көзінің өндірісі реттелді. Cd-109 сақиналық көзінің конструкциясы мен олардың техникалық сипаттамалары 50,51 суреттерінде келтірілген.

Айта кету керек, Қазақстанда ядролы физика институтында Cd-109 көзінің өндірісі ретке келтірілді. Бұл, табиғи орнында кендерді сынаудың отандық аналитикалық аспаптарын құрудың әлеуетті мүмкіндігін көрсетеді.

Жоғарыда айтылған талдау көрсетуі бойынша, шағын аспаптарда қоздырушы сәулелену көзінің тек бір түрінің

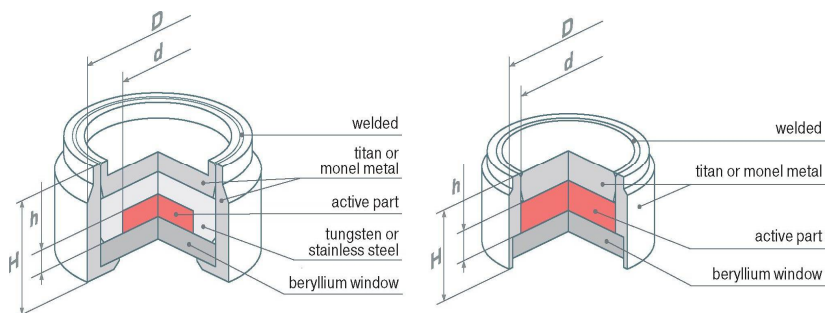
қолданылуы жөнінде айту орынсыз. Оңтайлы қоздырушы сәулелену көзін таңдауда бірқатар факторларды ескеру қажет. Олардың негізгі факторлары: құралдың эксплуатациялану шарттары; сәйкес құрылымдық бөлімдер мен жұмысшылар біліктілігінің болуы; тұтынушы алдында тұрған аналитикалық міндеті; экономикалық тиімділігі.

Қоздырушы сәулелену көзінің түрін таңдауға әсер ететін факторларды талдамас бұрын, бір түбегейлі сәтті ескерген жөн. Егер елде дамыған атомдық өнеркәсіп жоқ болса, ал аспаптар өндірісі, ең бастысы экспорттауға бағытталса, онда изотопты иондаушы сәулелену көзінің қолданылуы орынсыз. Ядролық материалдардың шекаралар арқылы қозғалысы қатаң тәртіптелген, сондықтан бұл жағдайда құралдың сатылуы немесе сатып алынуы айтарлықтай мүмкін емес. Мұнымен, шетелден әкелінетін барлық аспаптар РТ-мен жинақталғаны түсіндіріледі. Дегенмен, АҚШ нарығында, қоздырушы сәулелену көзі ретінде изотопты көздер қолданылатын шағын аспаптар саны өте көп.

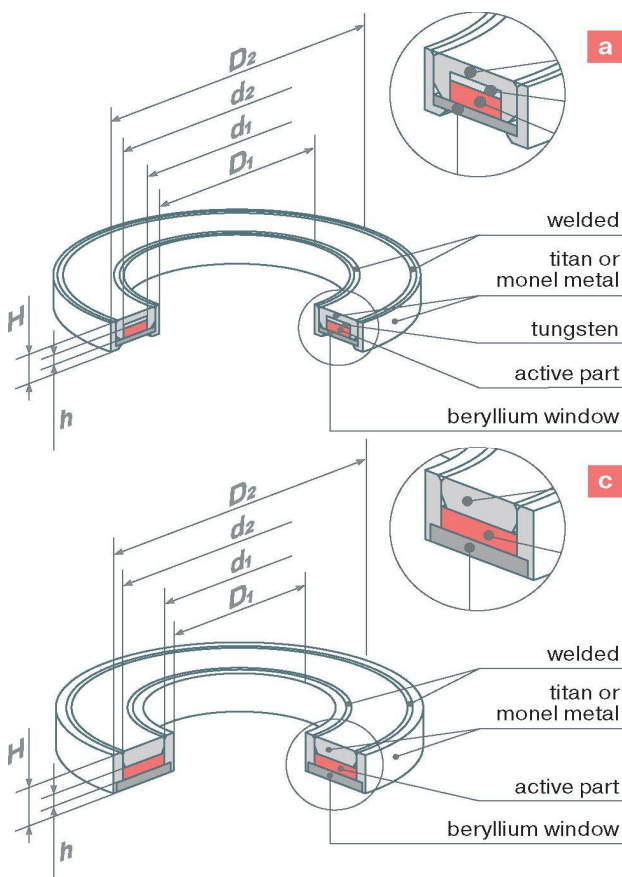
Сынақ жүргізу кезінде ИСК қолданылуы келесі жағдайларда орынды:

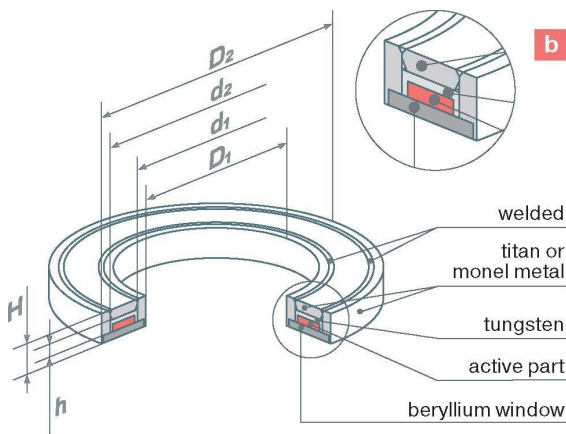
- қатаң эксплуатациялану шарттарында;
- жоғары механикалық жүктемесінде (РТ вакуумды жүйелер);
- қоршаған ортаның жоғары температурасында (РТ шекті жұмысшы температурасы, әдетте, шамамен $+50^{\circ}\text{C}$ -ны құрайды. Мәжбүрлі суыту болмаған жағдайда, РТ жұмыс істегенде бөлінетін қуат 8 Вт дейін жетпеу керек. Бұл жағдайда қоршаған ауа температурасы, әдетте, $+35^{\circ}\text{C}$ -дан аспауы керек);
- жоғары ылғалдылығы;
- қуат тұтынуды шектеу (РТ құралдың қуат тұтынуын айтарлықтай 2-3 есе арттырады);
- құрал салмағы немесе өлшемі бойынша шектеу.

СИК қолданылуымен шешілетін негізгі аналитикалық міндеттер – бұл негізгі кен элементтерін анықтау. Анықталатын көлемнің жұмысшы аралығы $0,005\% - 100\%$. Изотоп таңдалуына аналитикалық міндет шешуші әсер етеді.



50-сурет. Cd-109 $D=20$ мм сақиналы көз құрылысы





51-сурет. Cd-109 $D_2=30$ мм сақиналы көз құрылысы

Иондаушы сәулеленудің сақиналы көзі сөзсіз басым болып келеді.

Кен сынауын жүргізу үшін арналған дала аспаптарында РТ қолданылуы келесі міндеттердің шешілуі тұрғысынан перспективалы болып келеді:

- анықталатын элементтер шеңберін кеңейту;
- көріну шегін төмендету;
- сынау жылдамдығын арттыру.

Анықталатын элементтер шеңберін кеңейту мен көріну шегін төмендету, минерал шикізатын кешенді пайдалануға бағытталған стратегиялық міндетке байланысты, Қазақстан үшін өте маңызды.

РТ тежегіш сәулелену қарқындылығы $U^2 \times I$ (мұндағы, U – түтікше кернеуі, I – түтікше тогы) тең екендігін, ал рұқсат етілген шашырау қуаты шектелгендігін ескеретін болсақ, түтікшенің максималды рұқсат етілген кернеуімен РТ қолданған қолайлы. Сынақ жүргізуге қажетті аспаптарда пайдаланылатын РТ қажетті қуаты 3-4 Вт артық болмау керек. Мұнда рентгенді сәулелендіргіштің салмағы, өлшемдері, конструкциялық ерекшеліктері мен тұрақтылығы аса маңызды. Түтікшенің 50 кВ максималды кернеуімен Newton Scientific, Inc. фирмасының рентгенді сәулелендіргіштері жақсы таңдау бола алады.

5.2.2. Екіншілей сәулелену детекторларын таңдау

Рентгенді сынақ жүргізу аппаратурасында негізінен екіншілей сәулеленудің келесі детекторлары пайдаланылады:

- үйлесімді есептеуіш;
- термосуытылатын жартылай өткізгіш SiPIN детекторы;
- термосуытылатын жартылай өткізгіш SDD детекторы.

Пайдалануы орындалғанын анықтайтын детекторлардың негізгі сипаттамалары:

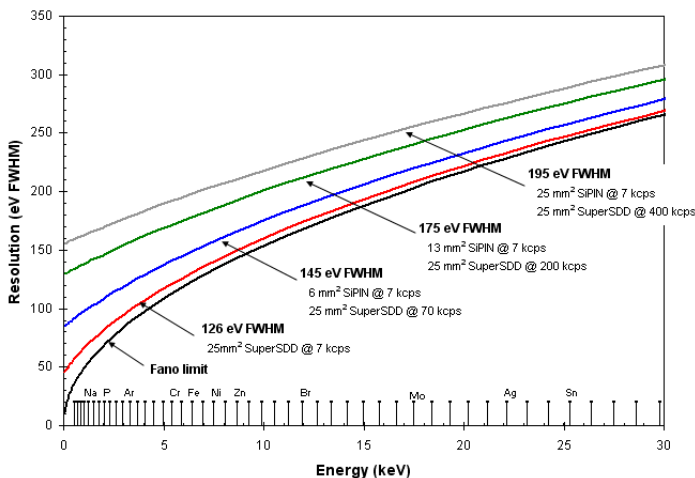
- энергетикалық рұқсаты;
- белсенді бет ауданы;
- тіркеу тиімділігі;
- көрсеткіштер тұрақтылығы;
- жауап функциясының түрлері мен тұрақтылығы.

Детектор түрінің таңдалуы бастысы қойылған және шешілетін нақты аналитикалық міндетпен анықталады.

Үйлесімді есептеуіш рұқсаты SiPIN және SDD детекторларына қарағанда шамамен 7 есе нашар. Ол, концентрациясы 0,01% жоғары болатын 3-4 элементтің мөлшерін анықтау үшін қолданылады. Оған қоса, оның белсенді бетінің ауданы, SiPIN және SDD детекторларына қарағанда өте жоғары. Бұл қарқындылығы төмен біріншілей сәулелену көздерін, оның ішінде ИСК қолданылуына мүмкіндік береді. Жұмыс істеу барысында айтарлықтай қуат тұтынбайтындығын және жартылай өткізгіштіктерге қарағанда біршама арзандығын ескеретін болсақ, мұндай типті детекторы мен ИСК бар дала аспаптары бірқатар аналитикалық міндеттерді шешуде ойдағыдай қолданылады. Алайда жаңа жасауларда үйлесімді есептеуіштердің қолданылу болашағы шектелген.

Энергетикалық рұқсаты, тіркеу тиімділігі мен тұрақтылығы тұрғысынан, SiPIN және SDD детекторларының көрсеткіштері өзара жақын. Мұны 52,53-суреттерінде көрсетілген мәліметтерден көруге болады.

SiPIN және SDD детекторларының арасындағы принципалды айырмашылығы - SDD детекторының аз сыйымдылығы (C_d) болып табылады. SDD детекторларының сыйымдылығы олардың ауданына тәуелді емес.



52-сурет. Өртүрлі детекторлар үшін рұқсаттың энергияға тәуелділігі

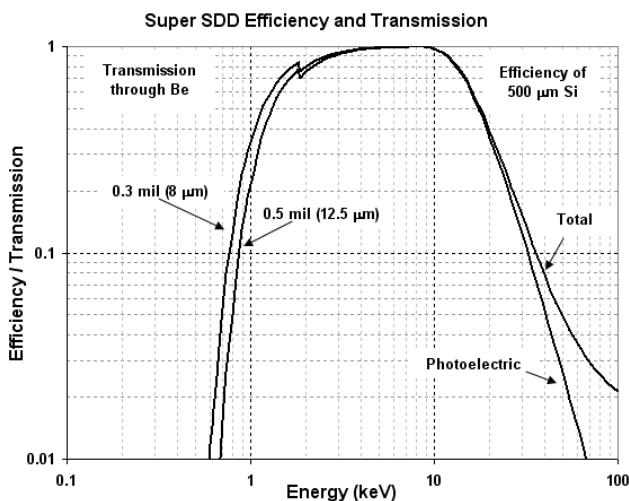
Спектрометрдің көп мөлшерде энергетикалық рұқсатын анықтайтын эквивалентті шу зарядына (ENC) тән (81) өрнекті ескере отырып, SDD детекторының аз қалыптасу уақытында (τ_{peak}) жақсы рұқсатқа ие болатындығын көреміз [19,20].

$$ENC^2 = (2qI_{leak})\left(\frac{2}{3}\tau_{peak}\right) + (e_{pink}^2 C_m^2) + \left(\frac{4kT}{(2/3)g_m}\right)\left(C_m^2 \frac{2}{\tau_{peak}}\right) \quad (81)$$

мұндағы: q – электрон заряды; I_{leak} – азаю тогы; τ_{peak} – қалыптасу уақыты; e_{pink} – электронды-ойық жұбының түзілу энергиясы; C_m – кіру сыйымдылығы; k – Больцман тұрақтысы; T – детектор температурасы, °C; g_m – дала транзисторының құламасы.

Демек, SDD детекторлары аса жоғары жүктемелерде жұмыс істей алады және спектрометрдің энергетикалық рұқсаты детектор ауданына айтарлықтай тәуелді емес. Бұл өз қатарына рұқсаттың жоғалымынсыз детектордың геометриялық тиімділігін арттыруға мүмкіндік береді.

Аталған факторлар, құнының белгілі-бір айырмашылығына карамастан, табиғи орнында кендер сынағын жүргізуге арналған дала құралының детекторының түрін таңдауда анықтаушы фактор болып табылады. Детектор оңтайлылығы біріншілей сәулелену көзі ретінде ИСК немесе РТ пайдаланған кезде де қамтамасыз етіледі. Қазіргі уақытта бірқатар фирмалар SDD детекторларын шығарады. Баға-сапа қатынасы бойынша, біздің ойымызша AMPTEK фирмасының SDD детекторы оңтайлы болып табылады.



53-сурет. Тіркеу тиімділігінің энергияға тәуелділігі

Аталған фирманың XR-100SDD детекторы келесі негізгі сипаттамаларға ие:

- 100 $\kappa\Gamma\text{ц}$ жүктемеде энергетикалық рұқсаты 130 эВ ;
- 500 $\kappa\Gamma\text{ц}$ жүктемеде энергетикалық рұқсаты 155 эВ ;
- сезімтал аймағы $25\text{мм}^2 \times 500\text{ мкм}$;
- шың/фон - 8000/1.

XR-100 SDD детекторының жалпы көрінісі 54-суретте көрсетілген.



54-сурет. AMPTEK фирмасының XR-100SDD
детекторының жалпы көрінісі

5.2.3. Қоздыру және детектрлеу блогы

Қоздыру және детектрлеу блогы, негізінен жүргізілетін өлшеу сапасын анықтайтын рентгендіфлуоресценттік аспаптардың маңызды түйіні болып табылады.

Қоздыру блогын жасау кезінде жетекшілік ететін негізгі өлшемдер келесідей:

- талдау нысанының жарықтану ауданы;
- талданатын үлгінің барлық бетінде сәулелену тығыздығының біркелкілігі;
- «шығу көзі-сынама» және «сынама-детектор» арақашықтықтарын оңтайландыру;
- шашырау бұрышын таңдау;
- сынамадан шашыраумен байланыспаған минималды орталық сәулелену;
- блок конструкциясының элементтерінен кедергі жасайтын сәулеленудің болмауы;
- құрылғының механикалық беріктігі;
- қоздырушы сәулелену көзі мен детектордың механикалық қорғалуы мен герметикалығы;
- радиациялық қауіпсіздігі;
- эксплуатациялау ыңғайлылығы.

Біріншілей сәулелену көзі ретінде СИК және РТ негізінде сәулелендіргіш қолданылуы тәрізді, қоздыру мен детектрлеу блогын жасау барысында аталған өлшемдер әділетті болып келеді.

Жоғарыда айтылғандай, сақиналы шығу көзінің қолданылуы тиімдірек. Сақиналы шығу көзі детектордың көз көрерлік таңбасын біркелкі жарықтандырады және цилиндрлік шығу көзіне қарағанда тиімді жұмыс істейді, бұл шығу көзінің белсенділігін күрт төмендетуге және радиациялық қауіпсіздікті арттыруға мүмкіндік береді.

Маңыздысы тиімді шашырау бұрышын (θ) таңдау болып табылады. Шашырау бұрышын таңдау кезінде келесі факторларды ескеру қажет. Біріншісі – «шығу көзі-сынама» (0,5 мм) және «сынама-детектор» (1,0 мм) арақашықтықтарын барынша азайту. Екіншісі – талдау нәтижелеріне талданатын үлгі пішінінің әсерін азайту және үшіншісі – біріншілей сәулелену үлгісінде шашырау қарқындылығын арттыру. Когерентсіз шашыраудың дифференциалды кимасы ($d\sigma^{hk}/d\Omega$) Клейн-Нишин-Тамм формуласымен анықталады [17]:

$$\frac{d\sigma^{hk}}{d\Omega} = \frac{r_0^2}{2} \cdot \left(\frac{E^1}{E} \right)^2 \cdot \left(\frac{E}{E^1} + \frac{E^1}{E} - \sin_2 \theta \right), \quad (82)$$

мұндағы: r_0 – электронның классикалық радиусы; E^1 және E – сәйкесінше біріншілей және шашыранды сәулелену энергиясы.

5.2.4. Үлгілердің элементтік құрамын өлшеу әдістемесін жасау

Өлшеуді орындау әдістемесі:

- өлшеу режимінің таңдалуын;
- екіншілей спектрдің қалпына келуін – аналитикалық желілердің шынайы қарқындылығының табылуын;
- табылған аналитикалық желілер қарқындылығы бойынша анықталатын элементтер мөлшерінің есебін қамтиды.

Сынақ жүргізу кезінде өлшеуді орындау ерекшелігі мен талдау нысанының ерекшелігін ескере отырып өлшеу жүргізу әдістемесінің барлық құрамдастарының кешенді жасалуы ғана сынақ жүргізу нақтылығын қамтамасыз етуге және рентгендіфлуоресценттік әдістің әлеуетті мүмкіндіктерін толыққанды жүзеге асыруға мүмкіндік береді

Өлшеу режимдерін таңдау

Сынап көру анықтығы, ең бастысы, аналитикалық ақпаратты жинау ауданымен және оны өңдеу тәсілімен анықталады. Кен табиғи күйінде гетерогенді құрылымға ие және көршілес нүктелерде элемент концентрациясы он, жүз есе ерекшеленуі мүмкін. Әдетте, қызығушылықты жер асты өндіруде немесе карьер, керн ойықтарының жақтарында сынап көру кезінде метрлік аралықта элементтердің орташа мөлшері, вагон-арбада элементтердің орташа мөлшері және т.б. тудырады.

Нақты кенорнының ерекшеліктерін (кенденудің әркелкілік дәрежесі, минералогиялық құрамы, анықталатын элементтер жинағы мен мөлшерінің аралығы, бет күйі, сынап көру шарттары) ескере отырып екі өлшеу режимінің біреуі таңдалады.

Нүктелі сынап көру. Әрбір метрде өлшеуді бірнеше нүктеде жүргізеді. Бір метрде нүктелер саны мен бірлік өлшеу экспозициясы сынап көрудің әрбір нақты нысаны үшін тәжірибе жүзінде таңдап алынады. Жедел бақылау үшін ақпаратты өңдеудің екі тәсілі қолданылуы мүмкін. Біріншісінде, әрбір өлшеу үшін екіншілей сәулелену спектрін өңдеу мен мөлшерін есептеу жүргізіледі. Екіншісінде, тіркелген спектрлердің жалпы қосындысын есептеу (анық түрінде, немесе шашыранды сәулеленудің қалыпты түрінде), салдарлы спектрді өңдеу мен бір метрде орташа мөлшер есебі жүргізіледі. Айта кету керек, ұсынылып отырған құралдың құрылымдық сұлбасы барлық тіркелген екіншілей спектрлерді сақтауға мүмкіндік береді. Бұл ары қарай олардың егжей-тегжейлі талдану мүмкіндігін қамтамасыз етеді.

Үздіксіз сынап көру. Бұл жағдайда барлық метрлік аралықтың үздіксіз сканерленуі жүреді. Сканерлеу жылдамдығы тәжірибе жүзінде таңдалады. Әрбір t_1 с. (t_1 беріледі, және әдеттегідей ол 1 с. тең) сайын жаңадан тіркелген екіншілей спектр микрокомпьютер жадына жазылады. Жедел бақылау үшін оператор уақыт аралығын орнатады, сол уақыт аралығында спектрлер саны қосылады, кейіннен салдарлы спектр өңделеді.

Құрал конструкциясы мен бағдарламалық қамтуы барлық өлшеу режимінің жүзеге асуына, сонымен қатар біріншісінен екіншісіне жеңіл өтуіне мүмкіндік беруі тиіс.

Екіншілей сәулелену спектрін қалпына келтіру

Құралдың барлық түйіндерінің (қозу режимі мен өлшеу геометриясын таңдау, құрылғының жоғары жарық күшін қамтамасыз ету және т.б.) оңтайлы конструкциясын жасау мен жүзеге асыру міндетті, алайда анықталатын элементтер шеңберінің негізделген кеңеюі мен көріну шегінің төмендеуі үшін жеткіліксіз шарт болып табылады. Сезімталдылығы жоғары көп элементтік талдау кезінде екіншілей спектр, талданатын нысанның құрамына кіретін элементтердің сипаттамалық сәулеленуінің жүздеген желісінің суперпозициясы болып табылады.

Айта кету керек, екіншілей сәулелену спектрін қалпына келтіру өте күрделі мәселе болып табылады.

[18,20] жұмыстарында элементтердің аналитикалық желілерінің шынайы қарқындылығын орташа квадраттық ауытқу функционалын азайту жолымен табу ұсынылған:

$$\chi^2(p) = \frac{1}{n-m} \sum_i \frac{1}{Y(i)} [Y(i) - F(i, p)]^2 \quad (83)$$

мұндағы: p – ізделінді көрсеткіштер векторы; n – өңделетін каналдар саны; m – ізделінді көрсеткіштер саны; i – каналдың ағымды номері; $Y(i)$ – i каналының қарқындылығы; $F(i, p)$ – ізделінді функционал.

Кез келген элементтің әрбір энергетикалық желісі үшін ізделінді функционал келесі түрде көрсетіледі:

$$F(x) = B(x) + G(x) + S(x) + D_1(x) + D_2(x) + D_3(x) + ESC(x) + G_1(x) \quad (84)$$

Мұнда келесі функциялар мен белгілеулер енгізілген:

$B(x)$ – фон функциясы, ол Чебышев полиномы түрінде көрсетілген;

$$G(x) = \exp\left(-\left(\frac{x-x_0}{\sqrt{2}\sigma}\right)^2\right), \quad G1(x) = \exp\left(-\left(\frac{x-x_0+x'}{\sqrt{2}\sigma}\right)^2\right) -$$

сәйкесінше, негізгі және қосымша Гаусс функциялары;

$$S(x) = \frac{1}{2} \operatorname{Erfc}\left(\frac{x-x_0}{\sqrt{2}\sigma}\right) - \text{сатылы функция};$$

$$\operatorname{ESC}(x) = \exp\left(-\frac{x-x_0+c_1}{\sqrt{2}\sqrt{\sigma^2-c_1}}\right) - \text{ұшу шыңының функциясы};$$

$$D1(x) = \frac{1}{2} \operatorname{Erfc}\left(\frac{x-x_0}{\sqrt{2}\sigma} + \frac{\sigma}{\sqrt{2}\beta_1}\right) \exp\left(\frac{x-x_0}{\beta_1}\right) - \text{бірінші сол жақ}$$

қалдық функциясы;

$$D2(x) = \frac{1}{2} \operatorname{Erfc}\left(\frac{x-x_0}{\sqrt{2}\sigma} + \frac{\sigma}{\sqrt{2}\beta_2}\right) \exp\left(\frac{x-x_0}{\beta_2}\right)$$

- екінші сол жақ қалдық функциясы;

$$D3(x) = \frac{1}{2} \operatorname{Erfc}\left(-\frac{x-x_0}{\sqrt{2}\sigma} + \frac{\sigma}{\sqrt{2}\beta_3}\right) \exp\left(-\frac{x-x_0}{\beta_3}\right) - \text{оң жақ}$$

қалдық функциясы, мұндағы: x – энергия немесе каналдармен өрнектелген айнымалы; x_0 – негізгі Гаусс орталығы; x' – қосымша Гаусс ығысуы; $\beta_1, \beta_2, \beta_3$ – қалдықтардың сәйкес функцияларының рұксаты; c_1 – ұшу шыңының ығысуы.

Шынайы қарқындылықты ойдағыдай табу үшін детектордың дыбыс беру функциясын, яғни аталған функциялардың энергияға тәуелділігін нақты білу керек. Өкінішке орай, детекторлар өндірісінің заманауи технологиясы дыбыс беру функциясының тұрақтылығын қамтамасыз ете алмайды. Аспаптардың сериялы өндірісінде, әрбір детектор үшін дыбыс беру функциясын табуға мүмкіндік беретін сәйкес алгоритм мен бағдарламалық қамтуы жасалу қажет болады.

Ұсынылып отырған алгоритм аналитикалық желілердің шынайы қарқындылығын табудың жоғары нақтылығын қамтамасыз етеді.

Нәтижелердің талдануы жеткілікті қуатты есептеу ресурстарының қатысуы мен жасалуын, ал өңдеу процесі – нәтижелерді өңдеу уақытының қысқарылуын талап етеді. Сынап көру кезінде бірлік өлшеу уақыты 10 с. артық болмайтындықтан, бағдарламалық қамтуды оңтайландыру бойынша күрделі зерттеулер жүргізу қажет.

Зерттелінді үлгілер құрамында элементтер мөлшерін есептеу

Аналитикалық желілердің табылған қарқындылығы бойынша элементтердің мөлшерін есептеу үшін, анықталатын элементтердің селективті жұту және қоздырту тиімділіктерін ескеретін математикалық модельді пайдаланады. Шашыранды сәулеленуімен қоздырту, заттық құрамы өзгерген жағдайда геометриялық өлшеу шарттарының өзгерісі, сонымен қатар толтырғыштың (толықтырғыш) массалық әлсіздену коэффициентін бағалау үшін шашыранды сәулеленуді келесі түрде көрсетуге болады:

$$C_i = \frac{G_s}{G_i} F_i \frac{I_1}{I_s^{nk}} \frac{d\sigma^{nk}}{\left(\frac{1}{1 + t \frac{\mu_i}{\mu_1}} + \frac{p}{\beta + t \frac{\mu_i}{\mu_1}} \right) \left(1 + t \frac{\mu_s}{\mu_1} \right) \left(1 + \sum_k h_{ik} C_k + h_{is} \right)}, \quad (85)$$

мұндағы: C_i – зерттелінді үлгіде i - элементінің мөлшері; G_i және G_s – сипаттамалық және шашыранды сәулеленуде геометриялық өлшеу шарттарының өзгерісін ескеретін функциялар;

F_i – геометриялық өлшеу шарттарын анықтайтын коэффициент;

I_i және I_s^{HK} – i -элементінің сипаттамалық сәулеленуі мен сынамамен шашыраған сәулелену қарқындылықтары;

μ_i, μ_1, μ_s – сипаттамалық, біріншілей және шашыранды сәулеленудің келтірілген массалық жұту коэффициенттері;

h_{is} және h_{ik} – i -элементінің бір реттік шашыранды сәулеленуімен және сынамада кездесетін, оған қоса i -элементінің сипаттамалық сәулеленуін қоздыруға қабілетті өзге элементтердің сипаттамалық сәулеленуімен қоздырудың алдын анықтайтын коэффициенттер;

t – қоздырушы сәулеленудің құлауы мен екіншілей сәулеленуін алу бұрыштары синустарының қатынасы;

$d\sigma^{HK}$ – когерентсіз шашыранды сәулеленудің массалық келтірілген коэффициенті;

p және β – анықталатын элементтің аналитикалық желісі K_λ мен аралық нысандағы элементтік сипаттамалық сәулелену желісінің K_β козуын ескеретін коэффициенттер.

Элементтер мөлшерін есептеу үшін келесі түрдегі теңдеулер жүйесі шешіледі:

$$C_i = \frac{G_s}{G_i} F_i \frac{I_i}{I_s^{HK}} \frac{d\sigma^{HK}}{\left(\frac{1}{1 + t \frac{\mu_i}{\mu_1}} + \frac{p}{\beta + t \frac{\mu_i}{\mu_1}} \right) \left(1 + t \frac{\mu_s}{\mu_1} \right) \left(1 + \sum_k h_{ik} C_k + h_{is} \right)}$$

$$C_H = 1 - \sum_i C_i, \quad (86)$$

мұндағы: C_i – анықталатын элементтер; C_H – толтырғыш, яғни сынамада кездесуі мүмкін, анықталмайтын элементтер мөлшері.

Қоздырушы сәулеленудің тежеу спектрінде, өңдеу уақытын қысқарту мақсатымен, қоздырушы сәулеленудің тиімді энергиясының мәні пайдаланылады.

Гомогенді стандартты үлгілерде сынап көруге арналған аспаптар күйге келтіру тиімсіз. Гетерогенді құрылымды сынап көру кезінде талдау нысаны мен көршілес нүктелердегі элементтер концентрациясының біршама айырмсы болуы мүмкін. Құралдың градуирленуін әрбір нақты кенорнында, штуф түріндегі бақылау аспаптарын пайдалана отырып, нақтылау қажет. Бағдарламалық қамтуы өңдеу мен күйге келтірудің мұндай әдістемесіне максималды бейімделуі қажет.

ГЛОССАРИЙ

Абсолюттік температура	абсолюттік нөлден бастап есептелетін температура. Абсолюттік температураның бірлігі – кельвин, К.
Абсорбция	абсорбенттің газ фазасындағы компоненттерді сіңіріп алу процесі.
Адсорбция	фазалардың бөліну бетінде бүкіл көлемінен шығып заттардың концентрлену құбылысы.
Активтілік	процестің немесе құбылыстың қарқындылығын немесе қабілетін сипаттаушы ұғым.
Атомды-адсорбциялық талдау	көрінетін, не ультракүлгін сәулелерді зерттелетін үлгінің атомдық буы арқылы жіберіп, оның қарқындылығын спектрдің анықталатын элементтің жұту сызықтары жатқан бөлігінде жататын спектрлі талдау.
Барометр	атмосфера қысымын өлшеу үшін қолданылатын аспап.
Вакуум	газдардың атмосферадағы қысымнан төмен қысымдағы қалпы.
Вискозиметрия	газдар мен сұйықтардың тұтқырлығын өлшейтін әдістердің жиынтығы.
Газ	заттың агрегаттық күйінің бірі, мұнда оның бөлшектері өзара молекулааралық тартыс күштерімен байланыспаған және мүмкін болатын көлемнің барлығын толтыра хаосты қозғалады.
Газдық талдау	анықталатын компонент газ фазасында болатын немесе сол күйге талдау процесінде өтетін талдау.

Дегидраттану	термиялық немесе химиялық әрекеттену кезінде органикалық немесе аорганикалық қосылыстардың молекулаларынан судың бөлінуі.
Диссоциация	кристалдың, молекуланың, радикалдың немесе ионның молекулалық массасы өзінен кіші бөліктерге ыдырауы.
Калориметр	физикалық не химиялық процесте бөлініп шығатын немесе сіңірілетін жылудың мөлшерін өлшейтін аспап.
Колориметр	ерітінділердің оптикалық тығыздығын анықтайтын құрал.
Компримирлеу	қысым мен температураның жоғарылауымен өтетін газды немесе бұды сығу процесі.
Криоскопия	ұшпайтын заттардың сұйық ерітінділерін физика-химиялық зерттеу әдісі, таза еріткіштің кристалдану температурасымен салыстырғанда ерітіндіде еріткіштің кристалдану температурасының төмендеуін өлшеуге негізделген.
Кулонометрия	зерттеу мен талдаудың электрхимиялық әдісі; ол электрхимиялық реакция барысында ерітінді арқылы өтетін электр мөлшерін өлшеуге негізделеді.
Масс-спектрлік талдау	заттың үлгісі ионданып, түзілген иондар массасының спектрі тіркелетін талдау.
Микрокристаллоскопия	аналитикалық реактивтер әсерінен ерекше кристалдық тұнбалардың түзілуі бойынша аорганикалық және органикалық заттарды сапалық анықтау әдісі, мұнда түзілген кристалдарды микроскоппен зерттейді.

Микроскоп	жай көзге көрінбейтін өте ұсақ объектілерді үлкейтіп көруге, байқауға арналған оптикалық аспап.
Монохроматикалық сәуле шығару	белгілі бір жиілігі бар электромагниттік сәуленің шығуы.
Өлшеу	қабылданған өлшем бірлікте өлшенетін шаманың сандық мәнін табу үшін жасалатын әрекеттер жиынтығы - тікелей және жанама өлшеу.
Параметр	теңдеуге негізгі айнымалылармен қатар кіретін және берілген есеп шартына сай тұрақты мәнін сақтаушы шама.
Пикнометр	сұйықтардың салыстырмалы тығыздықтарын анықтайтын құрал.
Пиролиз	жоғары температура әсерінен жүретін заттарды ыдырату әдісі мен процесі.
Пирометр	қыздырылған денелердің температурасын олардың жылу шығаруының қарқындылығы бойынша өлшеуге арналған аспап.
Поляриметрия	оптикалық активті заттар арқылы өткенде жарықтық полярлану жазықтығының бұрылу шамасын өлшеу әдісі.
Потенциометриялық талдау	электрохимиялық реакцияға қатысатын компоненттердің активтігі мен тәуелділігін анықтауға негізделген сандық талдау.
Рефрактометр	зерттелетін материалдың сыну көрсеткішін өлшеуге арналған құрал.
Седиментация	дисперсті фаза бөлшектерінің жердің тарту күші немесе орталыққа тепкіш күштердің әсер ету өрісінде бағытталған қозғалысы.

Спектрлік талдау	сәуле шығару, сіңіру және электромагниттік сәуле шығарудың комбинациялық шашырау спектрлерін зерттейтін талдау әдістерінің жиынтығы.
Спектрополяриметрия	оптикалық активті заттардың жарық полярлану жазықтығын айналдыру шамасы мен толқындар ұзындығы арасындағы тәуелділігін анықтауға негізделген физика-химиялық зерттеу әдісі.
Спектроскопия	спектрлерді зерттейтін ғылым; аналитикалық химияның көптеген әдістерінің негізі болып табылады.
Спектроскоп	спектр талдауында қолданылатын құрал.
Спектрлер	жүйелердің немесе процестердің параметрлер мағыналарының жиынтығы.
Талдау	тұтастай бір заттың немесе оның қандайда бір ингредиентінің кез келген сипаттамасын – құрамын, құрылысын, күйін анықтауды мақсат еткен зерттеу әдістері мен процестері.
Тамшылы талдау	талданатын реакцияны ерітіндінің бір тамшысында жүргізетін микрохимиялық талдау.
Тығыздық өлшегіш	тығыздықты кезеңді немесе үздіксіз өлшеуге арналған құрал.
Электродтық потенциал	ерітіндіге батырылған электрод пен ерітіндінің арасындағы пайда болған потенциалдық айырма; электродтық потенциал шамасы металдың химиялық активтілігін сипаттайды.

Терминдердің шартты белгіленуі мен қысқартылулары

Трибология (трибоника)	үйкеліс, тозу, майлау және өзара ауысу кезіндегі бір-бірімен жанасатын беттердің қатынасы туралы ғылым.
Re	Рейнольдс саны.
F_m	ішкі үйкеліс күші.
η	сұйықтықтың (майдың) динамикалық тұтқырлығы.
f_c	сұйықтықта үйкелу коэффициенті.
So	режим сипаты немесе Зоммерфельд саны.
ББЗ (ПАВ)	беттік белсенді заттар.
ФААӨ	финишті үйкеліске қарсы қажаксыз өңдеу. Таңдаулы тасымалдау негізінде бөлшектердің үйкелу беттерінде жез, қола немесе мыстың жұқа қабаты үйкеліс кезіндегі тасымалдау.
МСС (СОЖ)	майлаумен салқындататын сұйықтықтар.
Химмотология	техникада жанар-жағар материалдарын тиімді қолданудың теориясы мен тәжірибесі. Негізгі мақсаты – жанар-жағар майларды қолдану нәтижелілігін арттыру.
Динамикалық тұтқырлық	эсер етуші жанама кернеудің жылдамдық градиентіне қатынасы – сұйықтың ағуға қарсыласу мөлшері.
Сантинуаз (сП)	динамикалық тұтқырлықтың өлшем бірлігі.
Кинематикалық тұтқырлық	сұйықтықтың динамикалық тұтқырлығының сол температурадағы тығыздығына қатынасы – гравитациялық күштерінің әсерінен сұйықтықтың ағуына қарсыласу өлшемі.
Сантистокс (сСт)	кинематикалық тұтқырлықтың өлшем бірлігі.
ШТ (ВУ)	шартты тұтқырлық. ВУ вискозиметрден сыналатын 200 г майдың ағып шығу уақытының, тура сондай мөлшерде 20°C температурада дистилляцияланған судың ағып шығу уақытына қатынасы.
ТИ	тұтқырлық индексі. Температураға байланысты тұтқырлықтың өзгеруін сипаттайды.
ТТК	тұтқырлықтың температуралық коэффициенті. Тұтқырлықты-температуралық қасиеттерді сипаттайды.

БӨА (КИП)	бақылау-өлшеуіш аспаптар.
СҮМ	сұйықтықта үйкелу мойынтіректері.
АМЖ	аэрозольдық майлау жүйелері.
МАГ	майлы аэрозоль генераторы.
q_i	бір үйкеліс торабы үшін орташа сағатта майлау материалының шығыны.
$Q_{\text{ц}}$	бір майлау цикліндегі майлау материалының жалпы шығыны.
ЖЕЖ	жобалық ескерту жөндеулер.
ШМК (ПДК)	шекті мүмкіндік концентрациясы.
ПМӨ	пайдаланылған мұнай өнімдері.
ПММ	пайдаланылған мотор майлары.
ПИМ	пайдаланылған индустриалды майлар.
ПМҚ	пайдаланылған мұнай өнімдерінің қоспалары.
РФТ (РФА)	рентгендіфлуоресценттік талдау.

БИБЛИОГРАФИЯЛЫҚ ТІЗІМ

1. «Қазақстан-2050» Стратегиясы: қалыптасқан мемлекеттің жаңа саяси бағыты. Қазақстан Республикасының Президенті - Елбасы Н.Ә. Назарбаевтың Қазақстан халқына Жолдауы, Астана - 2012 жылғы 14 желтоқсан.
2. Қазақстан Республикасын үдемелі индустриялық-инновациялық дамыту жөніндегі 2010 - 2014 жылдарға арналған мемлекеттік бағдарлама. Қазақстан Республикасы Президентінің 2010 жылғы 19 наурыздағы № 958 Жарлығы.
3. Мұқанов Д.М. Қазақстан Республикасы металлургия кешенінің инновациялық дамуы. Қазақстан өнеркәсібі, 2010, № 1(28).
4. Арсентьев П.П., Яковлев В.В. және т.б. Металлургиялық процестерді зерттеудің физика-химиялық әдістері. М.: Металлургия, 1988.
5. Филиппов С.И., Арсентьев П.П. и др. Физико-химические методы исследования металлургических процессов. М.: Металлургия, 1978.
6. Гурецкий И.Я., Кузнецов В.В. және т.б. Физика-химиялық әдістерді талдаудың тәжірибесі. М.: Химия, 1987.
7. Линчевский Б.В. Металлургиялық эксперименттің техникасы. М.: Металлургия, 1992.
8. Алесковский В.Б., Бардин В.В. және т.б. Физика-химиялық талдау әдістері. Л.: Химия, 1988.
9. Горшков В.С., Тимашев В.В., Савельев В.Г. Тұтқырлы заттардың физика-химиялық талдау әдістері. М.: Жоғары оқу орны, 1981.
10. Lechner P., et. al. Silicon Drift Detectors for High Resolution, High Count Rate X-Ray Spectroscopy at Room Temperature. Adv. in X-Ray Analysis, № 47, 2004, P. 47-52.
11. Pantazis T., Pantazis J., Huber A., Redus R. The historical development of the thermoelectrically cooled X-ray detector and its impact on the portable and hand-held XRF industries. X-Ray Spectrometry, Vol. 39, No 2, 2010, P.90-97.
12. Reduset R., et. al. «Design and performance of the X-123 compact X-ray and gamma-ray spectroscopy system». IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record, 2006, P. 15-22.

13. Баранов А.Н., Марков А.П., Алексеев С.В., Петухов В.П. «АЛДАН» тасымалы рентгенфлуоресценттік аспабы. Қолданбалы спекторметрия және радиометрия мәселелері. // V Халықаралық мәжіліс: Баяндама тезистері, Дубна, 2001, 7 б.

14. Silicon Drift Detector (SDD) <http://www.amptek.com/drift.html>

15. Thermo Fisher Scientific's NITON Handheld XRF Analyzers. <http://www.niton.com/>

16. [Handheld XRF Analyzers. http://www.innovx.com/products/alpha](http://www.innovx.com/products/alpha)

17. Elam W. T., Shen B., Scruggs B. and Nicolosi J. Full spectrum calculations of edxrf spektra, Advances in X-Ray Analysis, 49, 2006, P. 261-266.

18. Van Espen, Piet, «Spectrum Evaluation», Handbook of X-ray Spectrometry», 2nd Edition, Van Grieken, René E.; Markowicz, Andrzej A., Editors, Marcel Dekker: New York, 2002, P. 239-339.

19. Kawahara N., Hara Sh., Yamada Y., Matsuo T., Mantler M. Fundamental parameter method using scattering x-rays in X-Ray fluorescence analysis. Yoshiyuki Kataoka1, Advances in X-Ray Analysis, 49, 2006, P. 255-260.

20. Li F., Guo W., and Robin P. Implementation of the Monte Carlo-library least-squares approach to energy dispersive X-Ray fluorescence analysis. Advances in X-Ray Analysis, 50, 2008, P. 227-235.

МАЗМҰНЫ

Кіріспе.....	3
1 Бөлім. Қазақстан тау-кен -металлургия кешенінің инновациялық дамуының өзекті бағыттары.....	5
1.1. Ғылым және технологиялардың инновациялық дамуына қойылатын негізгі талаптар.....	6
1.2. Тау-кен металлургия саласының негізгі даму бағыттары.....	8
2 Бөлім. Физика – химиялық талдау әдістері.....	15
2.1. Талдау әдістерінің бағалануы мен таңдалу критерийлері.....	16
2.2. Температураны өлшеу әдістері.....	16
2.3. Температураны бақылауға және өлшеуге арналған аспаптар.....	38
2.4. Металлургия балқымаларының тұтқырлығын өлшеу әдістері.....	44
2.5. Сұйықтың, балқыған металл мен шлақтың тұтқырлығын анықтау.....	54
2.6. Металлургия балқымаларының тығыздығын өлшеу әдістері.....	55
2.7. Металдардың қаттылығын анықтау.....	63
3 Бөлім. Заттар және газ қоспаларының құрамын анықтау әдістері мен аспаптары.....	66
3.1. Газ құрамын бақылауға арналған әдістер мен аспаптар.....	67
3.2. Атомды эмиссиялық спектрлік талдау.....	75
3.3. Заттардың мөлшерін бақылауға және өлшеуге арналған аспаптар.....	78
3.4. Түсті металлургия өнімдерінің фазалық құрамын рентгендік дифракциялық әдіспен талдау.....	82
3.5. Рентгендіфазалық талдау әдісі.....	88
3.6. Қысымды бақылауға және өлшеуге арналған әдістер мен аспаптар.....	95
4 Бөлім. Металдар мен олардың қоспаларының буларының қысымын өлшеу және гетеро	105

	ГЕНДІ ПРОЦЕСТЕРДІҢ ТЕПЕ-ТЕНДІГІН ЗЕРТТЕУ ӘДІСТЕРІ.....	
4.1.	Металдар және олардың қоспаларының буларының қысымын өлшеу әдістері.....	106
4.2.	Металлургиялық жүйелерде химиялық реакциялардың тепе-тендігін зерттеу әдістері...	114
4.2.1.	Әдістердің жалпы сипаттамасы.....	115
4.2.2.	Газ фазасы қатысуымен тепе-теңдікті зерттеу әдістері.....	116
4.2.3.	Термогравиметрия әдісі.....	122
	5 Бөлім. Элементтік құрамды бақылаудың заманауи рентгендіфлуоресценттік аспаптары.....	135
	Аналитикалық аспаптардың жіктелуі,	
5.1.	құрылымдық сұлбасы мен жұмыс істеу принципі.....	136
	Рентгендіфлуоресценттік аспаптардың	
5.2.	құрылымдық сұлбасының негізгі түйіндерін таңдауда қолданылатын негізгі тәсілдемелер....	145
5.2.1.	Қоздырушы сәулелену көзін таңдау.....	145
5.2.2.	Екіншілей сәулелену детекторларын таңдау.....	152
5.2.3.	Қоздыру және детектрлеу блогы.....	155
5.2.4.	Үлгілердің элементтік құрамын өлшеу әдістемесін жасау.....	156
	ГЛОССАРИЙ.....	163
	Терминдердің шартты белгіленуі мен қысқартулары.....	167
	Библиографиялық тізім.....	169

Оқулық басылым

Килибаев Еркебулан Омирлиевич

МЕТАЛЛУРГИЯДАҒЫ ҒЫЛЫМИ
ЗЕРТТЕУЛЕР НЕГІЗДЕРІ

Оқу құралы

ОБО РБ бастығы

З. А. Ғұбайдулина

Редакторы

А.И. Бейсебаева

Компьютерде беттеген

Д. Ш. Тажиева

Басуға қол қойылды 31.03.2016 ж.

Таралымы 100 дана. Пішімі 60x84x 1/16.

№ 1 баспаханалық қағаз. Е.-б.т. 10,8. Ш.б.т. 10,0.

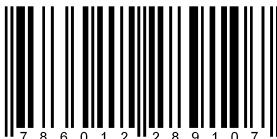
Тапсырыс № 703. Бағасы келісімді.

Қ. И. Сәтбаев атындағы Қазақ ұлттық техникалық
зерттеу университетінің басылымы,

Оқу-баспа орталығы,

Алматы қ., Сәтбаев көшесі, 22

ISBN 978-601-228-910-7



9

7 8 6 0 1 2 2 8 9 1 0 7