

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	NORMA BRANŻOWA	BN-74/0602-37
	Spektralna analiza stali węglowych i niskostopowych.	
	SPEKTROGRAFICZNA METODA OZNACZANIA CYRKONU	Gr.kat.III 09

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Norma obejmuje oznaczanie zawartości cyrkonu w stalach węglowych I Niskostopowych w zakresie zawartości od 0,005 do 0,1 %.

1.2. Postać próbki badanej. Zawartość cyrkonu oznacza się w litej próbce stali o masie większej niż 50 g i średnicy nie mniejszej niż 6 mm.

2. ZASADA OZNACZANIA

Litą próbkę stali wzbudza się w iskrze wysokonapięciowej prądu zmiennego. Emitowana wiązka światła, rozszerepiona w układzie optycznym spektrografu na linie spektralne, rejestrowana jest na płycie fotograficznej. Po obróbce fotochemicznej płyty fotograficznej, fotometruje się wybrane linie analityczne i tło widma. Zawartość cyrkonu w próbce odczytuje się z krzywej analitycznej sporządzonej na podstawie próbek wzorcowych o znanej zawartości cyrkonu.

3. URZĄDZENIA I APARATURA

3.1. Wlewniczka do pobierania próbek ciekłej stali wg PN-71/H-04004.

3.2. Urządzenia do przygotowania powierzchni próbek

a/ przecinarka

b/ szlifierka talerzowa

c/ drobnoziarniste tarcze szlifierskie lub drobnoziarnisty papier ścierny.

3.3. Urządzenie do profilowania elektrod. Tokarka stołowa.

3.4. Układ wzbudzenia

a/ skondensowana iskra wysokonapięciowa np. generator iskry HFO firmy C.Zeiss, Jena, NRD.

b/ wyłącznik czasowy do automatycznego odmierzania przedpalenia i naświetlania.

3.5. Aparatura spektralna

a/ Spektrograf kwarcowy o dyspersji nie mniejszej niż 0,8 mm/min. np. PGS-2 firmy C.Zeiss, Jena, NRD z siatką dyfrakcyjną 651 nacięć na mm oraz kątem blasku w zakresie 300 mm.

b/ Trójstopniowy osłabiacz platynowy o przepuszczalności światła 10 %, 50 % i 100 %.

3.6. Przyrząd projekcyjny. Spektroprojektor typu dowolnego.

3.7. Przyrząd pomiarowy. Mikrofotometr nierejestrujący np. mikrofotometr GII firmy C.Zeiss, Jena, NRD lub MF-2 prod.ZSRR.

3.8. Urządzenie do obliczenia funkcji spektralnych. Suwak nomograficzny "Respektra" lub inny, przystosowany do obliczenia poprawki na tło.

INSTYTUT METALURGII ŻELAZA

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali zarządzeniem nr 35/74 z dnia 29.X.1974 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1.01.1975 r.

4. MATERIAŁY ANALITYCZNE I ODCZYNNIKI

4.1. Elektroda pomocnicza. Pręt ze spektralnie czystego srebra o średnicy 7 mm zatoczony na stożek o kącie wierzchołkowym 80° .

4.2. Płyty fotograficzne. ORWO Spektral Blau-Wu-2, Hart.

4.3. Odczynniki fotograficzne

a/ Wywoływacz:

Roztwór I - 40 g hydrochinonu, 40 g pirosiarczynu potasowego i 8 g bromku potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić do objętości 1 dm^3 .

Roztwór II - 100 g wodorotlenku potasowego rozpuścić w wodzie destylowanej i dopełnić do objętości 1 dm^3

Stosunek zmieszania roztworu I i II z wodą destylowaną 1 : 1 : 10.

b/ Kąpiel przerywająca: 3-procentowy roztwór kwasu octowego

c/ Utrwalacz: uniwersalny, kwaśny.

4.4. Papier do sporządzenia wykresów analitycznych. Papier o skali liniowo-logarytmicznej.

5. WZORCE

Spektralne wzorce stali węglowej i niskostopowej ze stopniowaną zawartością cyrkonu o składzie chemicznym zbliżonym do badanej próbki np. "Spectrographic Standards" produkcji BSC-Anglia, seria SS11 do SS17 oraz NBS- USA Nr 1162, 1164, 1167 lub własne kontrolne metalurgiczne próbki ze stopniowaną zawartością cyrkonu, analizowane co najmniej trzykrotnie dwoma metodami.

6. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

W przypadku analiz próbek stali pobranych w czasie procesu wytapiania i odlewania, należy je pobrać i przygotować do analizy wg PN-71/H-04004.

Dla analiz kontrolnych półwyrobów i wyrobów gotowych należy stosować próbki lite o masie nie mniejszej niż 50 g i minimalnej średnicy 6 mm.

Powierzchnię analityczną próbki szlifuje się na szlifierce bezpośrednio przed wykonaniem analizy.

W przypadku analizy półwyrobów i wyrobów gotowych należy usunąć warstwę grubości nie mniejszej niż 1 mm od strony powierzchni przeznaczonej do analizy spektralnej oraz oczyścić z warstwy tlenkowej miejsce kontaktu próbki ze stolikiem lub uchwytem.

Powierzchnia analityczna nie powinna wykazywać żadnych skaz, nieciągłości, rys i innych wad, a bezpośrednio przed analizą należy ją przetrzeć tamponem zwilżonym alkoholem etylowym.

7. PRZYGOTOWANIE APARATURY

Aparaturę przygotować według parametrów w poniższej tabelicy 1.

Tablica 1
Warunki analityczne

Aparatura i czynności	Spektrograf o dyspersji rzędu 0,8 nm/mm typu PGS-2
1	2
Oświetlenie szczeliny	trójsozewkowe
Przesłona przed drugą soczewką	$\varnothing 15 \text{ mm}$
Szerokość szczeliny	0,012 mm
Wysokość szczeliny	1 mm
Ustawienie pionu szczeliny	= 5,20
Ustawienie siatki dyfrakcyjnej	= 6,35

c.d. tablicy 1

1	2
Blenda przed siatką dyfrakcyjną	70 x 50 mm
Płyta fotograficzna	ORWO Spectral Blau, Hart.WU-2 9 x 24 cm
Elektroda górna pomocnicza	pręt ze spektralnie czystego srebra zatoczony na stożek o średnicy 7 mm o kącie wierzchołkowym 80°
Elektroda dolna	próbka lita o gładkiej szlifowanej powierzchni
Odległość elektrod	2,5 mm
Wzbudzenie widma	generator iskry wysokonapięciowy HFO-2 układ niesterowany, U-12KV, C-0, 006 uF, L-0,08 mH
Czas przediskrzenia	100 s
Czas naświetlania	100 s - dobrany według czułości stosowanego materiału fotograficznego i siły światła spektrografu
Proces fotograficzny	wywoływacz dwuskładnikowy przygotowany wg punktu 4.3 czas wywoływania około 2,5 min co odpowiada stosunkowi zaczerńień linii Zr 339,1 nm/Fe 340,1 nm przy zawartości 0,063% Zr $S_{Zr} - S_{Fe} = 0,97 - 0,58 = 0,39 = S$. temperatura kropli fotograficznej $19 \pm 0,5^\circ C$. Po przemyciu wodą lub 3% roztworem kwasu octowego płytę utrwalić, następnie starannie wypłukać w bieżącej wodzie i wysuszyć
Mikrofotometr	GII lub MF-2
Powiększenie obrazu	20 x
Szerokość szczeliny mikrofotometru	0,30 mm
Wysokość szczeliny mikrofotometru	10 mm
Skala odczytów wychyleń galwanometru	S.P lub W w zależności od stosowanego sposobu obliczenia poprawki na tło
Pary linii do fotometrowania	1/ Zr 339,1 - Fe 340,1 nm lub 2/ Zr 343,8 - Fe 344,7 nm stosować poprawkę na tło dla linii Zr. Mierzyć zaczerńienie tła obok linii Zr w kierunku fal krótszych dla pary pierwszej a w kierunku fal dłuższych dla pary drugiej

8. OBLICZANIE POPRAWKI NA TŁO

Przy obliczaniu poprawki na tło należy posługiwać się natężeniami, a nie zaczerńieniami, które ze względu na charakterystykę płyt fotograficznych nie są wielkościami addytywnymi. Przejście z wartości zaczerńień S na natężenie Y odbywa się poprzez krzywą cechowania emulsji fotograficznej. Ponieważ zwykle zaczerńienie tła leży poniżej zakresu normalnych wartości, poza prostoliniowym odcinkiem krzywej, dogodnie jest prowadzić obliczenia posługując się matematycznie przekształconymi zaczerńieniami, tak zwaną funkcją Kaisera K przy zastosowaniu suwaka nomograficznego lub ich szczególnymi przypadkami, funkcjami Seidla $\frac{S+W}{2} = P$. W obu przypadkach wykreśla się krzywą cechowania emulsji fotograficznej lub oblicza się jej kąt nachylenia, stosując kilkustopniowy osłabiacz przepuszczalności promieniowania spektralnego.

Wykreślone w układzie tych wartości krzywe cechowania emulsji fotograficznej są prostymi prawie w całym zakresie małych zaczerńień.

8.1. Obliczenie poprawki na tło za pomocą suwaka nomograficznego. Na każdej płycie naświetlić widmo przez filtr trójstopniowy o przepuszczalności światła 10 %, 50 %, i 100 %. Zmierzyć we wszystkich stopniach widma, zaczernienie linii Fe 339,9 nm.

Ustawić skalę bębna T na wartość $K = 0,5$. Wykreślić na desce krześlarskiej suwaka krzywą cechowania emulsji fotograficznej, odcinając na skali bębna /T/ wartości zaczernień S, a na osi logarytmów natężeń /skala "K" lub "H"/ odpowiednie logarytmy przepuszczalności filtra. Przeliczyć wartości zaczernień S dla linii Fe 340,1 nm, tła Zr około 339,0 nm i Zr 339,2 nm lub Fe 344,7 nm, tła Zr 344 nm i Zr 343,8 nm na stosunki natężeń Y, stosując skalę "K" i "U" suwaka nomograficznego.

8.2. Obliczenie poprawki na tło za pomocą tablic wartości poprawki D. Posługując się wartościami z tablicy 2 obliczyć funkcję W względnie P lub odczytać je wprost ze skali W lub P mikrofotometru /- ∞ do + ∞ /. Ustalić współczynnik kontrastowości, który jest określony przez stosunek przyrostu wartości ΔW lub ΔP do przyrostu argumentu ΔY dwu Δ stopni filtra i może być obliczony ze wzoru:

$$\delta = \operatorname{tg} \alpha = \frac{W_1 - W_2}{Y_1 - Y_2} = \frac{\Delta W_m}{\Delta Y_m} \quad \text{względnie} \quad \frac{\Delta P_m}{\Delta Y_m} \quad /1/$$

gdzie:

$W_1, W_2; P_1, P_2$ - przekształcone zaczernienia linii w dwóch stopniach filtra

Y_1, Y_2 - logarytmy przepuszczalności dwóch stopni filtra

W_m, P_m - różnica zaczernień linii w dwóch stopniach filtra

Y_m - różnica logarytmów przepuszczalności dwóch stopni filtra

δ - współczynnik kontrastowości

$\operatorname{tg} \alpha$ - tangens kąta nachylenia prostoliniowego odcinka krzywej zaczernienia do osi odciętych.

Po przeliczeniu W lub P na logarytmy natężenia

$$Y = \frac{W}{\delta W} \quad \text{lub} \quad \frac{P}{\delta P} \quad /2/$$

Obliczyć poprawkę na tło za pomocą tablic wartości D na podstawie zależności:

$$Y_{LT} - Y_T = \Delta T \quad /3/$$

gdzie: Y_{LT} - natężenie linii + tła

Y_T - natężenie tła

Wartości tej odpowiada w tablicach poprawka D. Odczytać z tablic D /tablica 2/ i odejmować od Y_{LT} według wzoru:

$$Y_L = Y_{LT} - D \quad /4/$$

Obliczona wartość jest logarytmem natężenia linii cyrkonu po uwzględnieniu poprawki na tło. Obliczyć Y_L dla linii żelaza według zależności /2/ i ustalić różnicę logarytmów natężeń pomiędzy Y_{Zr} i Y_{Fe} . Otrzymaną wartość przenieść na wykres analityczny i odczytać zawartość procentową cyrkonu w próbce.

Przykład obliczeń

Obliczyć najpierw współczynnik kontrastowości. W tym celu zmierzyć zaczernienia linii Fe fotografowane przez dwa stopnie filtra trójstopniowego np. o przepuszczalności 100 % i 50 % stosując ze skal mikrofotometru.

$$\begin{aligned} P_{Fe} \text{ 100 \%} &= 1,17 & P_m &= 1,17 - 0,86 = 0,310 \\ P_{Fe} \text{ 50 \%} &= 0,86 \end{aligned}$$

Logarytmy przepuszczalności osłabiacza wynoszą odpowiednio:

$$\begin{aligned} \log 100 &= 2,000 \\ \log 50 &= 1,699 \\ Y_m &= 2,000 - 1,699 = 0,301 \end{aligned}$$

Wstawić te wartości do wzoru 1, obliczony współczynnik kontrastowości wynosi:

$$\delta = \frac{0,310}{0,301} = 1,03$$

Zmierzone na skali P mikrofotometru zaczernienie linii Fe = 1,02; Zr = 0,39 i tła obok linii Zr = 0,32 wprowadzić do wzoru 2.

$$Y_{Fe} = \frac{1,02}{1,03} = 0,990$$

$$Y_{Zr} = \frac{0,39}{1,03} = 0,382$$

$$Y_T = \frac{0,32}{1,03} = 0,311$$

Poprawkę na tło obliczyć tylko dla linii Zr

$$Y_{LT} - Y_T = 0,382 - 0,311 = 0,071$$

Wartości tej odpowiada w tablicy 2 liczba 0,839. Odczytaną z tablic wartość wstawia się do wzoru 4.

$$Y_L = 0,382 - 822 = 0,440$$

Różnica natężeń po uwzględnieniu poprawki na tło dla linii Zr wynosi:

$$Y_{Zr} = Y_{Fe} - Y_{Zr-T} = 0,990 - 0,440 = -1,430$$

Tablica 2

Współczynnik poprawki na tło "D"

$Y_{LT} - Y_T$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	$Y_{LT} - Y_T$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,99	047	047	047	047	046	046	046	046	046	046	0,49	170	169	169	168	168	167	167	166	166	166
0,98	048	048	048	048	048	047	047	047	047	047	0,48	175	174	174	173	173	172	172	171	171	170
0,97	049	049	049	049	049	049	049	048	048	048	0,47	180	179	179	178	178	177	177	176	176	175
0,96	050	050	050	050	050	050	050	050	049	049	0,46	185	184	184	183	183	182	181	181	181	180
0,95	052	052	052	051	051	051	051	051	051	050	0,45	190	190	189	189	188	188	187	187	186	185
0,94	053	053	053	053	052	052	052	052	052	052	0,44	196	195	195	194	194	193	193	192	192	191
0,93	054	054	054	054	054	054	053	053	053	053	0,43	202	201	201	200	199	199	198	198	197	196
0,92	056	055	055	055	055	055	055	055	055	054	0,42	208	207	207	206	205	205	204	203	203	202
0,91	057	057	057	057	056	056	056	056	056	056	0,41	214	213	213	212	211	211	210	210	209	208
0,90	058	058	058	058	058	058	058	057	057	057	0,40	220	219	219	219	218	217	217	216	215	215
0,89	060	060	060	059	059	059	059	059	059	059	0,39	227	226	226	225	224	224	223	222	222	221
0,88	061	061	061	061	061	061	060	060	060	060	0,38	234	233	233	232	231	230	230	229	229	228
0,87	063	063	063	062	062	062	062	062	062	061	0,37	242	240	240	239	239	238	237	236	236	235
0,86	065	064	064	064	064	064	063	063	063	063	0,36	249	248	248	247	246	245	245	244	243	242
0,85	066	066	066	066	065	065	065	065	065	065	0,35	257	255	255	255	254	253	252	251	251	250
0,84	068	068	067	067	067	067	067	067	066	066	0,34	265	264	264	263	262	261	260	259	259	258
0,83	070	069	069	069	069	069	068	068	068	068	0,33	274	273	272	271	270	270	269	268	267	266
0,82	071	071	071	071	071	070	070	070	070	070	0,32	283	282	281	280	279	278	277	277	276	275
0,81	073	073	073	072	072	072	072	072	072	071	0,31	292	291	290	289	288	288	287	286	285	284
0,80	075	075	075	074	074	074	074	074	073	073	0,30	302	301	300	299	298	297	296	295	29	293

c.d. tablicy 2

$Y_{LT} - Y_T$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	$Y_{LT} - Y_T$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,79	077	077	076	076	076	076	076	076	075	075	0,29	312	311	310	309	308	307	306	305	304	303
0,78	079	079	078	078	078	078	078	077	077	077	0,28	323	322	321	320	319	318	317	316	314	313
0,77	0,81	081	080	080	080	080	080	079	079	079	0,27	334	333	332	331	330	329	328	326	325	324
0,76	083	083	082	082	082	082	082	081	081	081	0,26	346	345	344	343	342	340	339	338	337	335
0,75	085	085	084	084	084	084	084	083	083	083	0,25	359	358	356	355	354	353	351	350	349	348
0,74	087	087	087	087	086	086	086	086	085	085	0,24	372	271	369	368	367	365	364	363	361	360
0,73	089	089	089	089	089	088	088	088	088	087	0,23	386	385	383	382	380	379	378	376	375	373
0,72	092	092	091	091	091	091	090	090	090	090	0,22	401	399	398	396	395	393	392	390	389	387
0,71	094	094	094	094	093	093	093	092	092	092	0,21	416	415	413	412	410	408	407	405	404	402
0,70	097	096	096	096	096	095	095	095	095	094	0,20	433	431	430	428	426	425	423	421	420	418
0,69	099	099	099	098	098	098	098	097	097	097	0,19	451	449	447	445	443	442	440	438	436	435
0,68	102	101	101	101	101	100	100	100	100	099	0,18	469	467	466	464	462	460	358	356	454	452
0,67	104	104	104	104	103	103	103	103	102	102	0,17	490	487	485	483	481	479	477	475	473	471
0,66	107	107	107	106	106	106	105	105	105	105	0,16	511	509	507	505	502	500	498	496	494	492
0,65	110	110	109	109	109	109	108	108	108	107	0,15	535	532	530	527	525	523	520	518	516	513
0,64	113	113	112	112	112	111	111	111	111	110	0,14	560	557	555	552	549	547	544	542	539	537
0,63	116	116	115	115	115	114	114	114	114	113	0,13	587	584	582	579	576	573	570	568	565	562
0,62	119	119	118	118	118	117	117	117	117	116	0,12	617	614	611	608	605	602	599	596	593	590
0,61	122	122	122	121	121	121	120	120	120	119	0,11	650	647	643	640	637	633	630	627	624	620
0,60	126	125	125	125	124	124	124	123	123	123	0,10	687	683	679	675	672	668	664	661	657	654

BN-74/0602-37

c.d. tablicy 2

$Y_{LT} - Y_T$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	$Y_{LT} - Y_T$	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0,59	129	129	128	128	128	127	127	127	126	126	0,09	728	723	719	715	711	707	703	699	695	691
0,58	133	132	132	131	131	131	130	130	130	129	0,08	774	769	764	760	755	750	746	741	737	732
0,57	136	136	135	135	135	134	134	134	133	133	0,07	827	822	816	810	805	800	794	789	784	779
0,56	140	140	139	139	138	138	138	137	137	137	0,06	889	883	876	870	863	857	851	845	839	833
0,55	144	143	143	143	142	141	141	141	141	140	0,05	964	955	948	940	932	925	917	910	903	896
0,54	148	147	147	147	146	146	145	145	145	144	0,04	1056	1045	1035	1026	1016	1007	998	989	980	972
0,53	152	151	151	151	150	150	149	149	149	148	0,03	1176	1162	1149	1136	1123	1111	1099	1088	1077	1066
0,52	156	156	155	155	154	154	154	153	153	152	0,02	1347	1326	1306	1287	1269	1252	1236	1220	1205	1190
0,51	161	160	160	159	159	158	158	157	157	157	0,01	1643	1602	1565	1530	1499	1469	1442	1416	1391	1369
0,50	165	165	164	164	163	163	162	162	161	161	0,00	0	2638	2338	2162	2037	1941	1863	1796	1739	1688

c.d. tablicy 2
/dla $Y_{LT} - Y_T$ 1.0 i powyżej/

$Y_{LT} - Y_T$	$D \cdot 10^3$	$Y_{LT} - Y_T$	$D \cdot 10^3$	$Y_{LT} - Y_T$	$D \cdot 10^3$	$Y_{LT} - Y_T$	$D \cdot 10^3$	$Y_{LT} - Y_T$	$D \cdot 10^3$
2,0	2,000								
	1,986	1,483	15	1,279	24	1,143	33	1,041	42
		1,456	16	1,262	25	1,130	34	1,030	43
1,9	1,900	1,428	17	1,244	26	1,117	35	1,021	44
	1,821	1,403	18	1,228	27	1,106	36	1,011	45
1,8	1,767	1,370	19	1,213	28	1,094	37	1,003	46
	1,712	1,4	20	1,2	29	1,1	38	1,0	
1,7	1,667	1,357	21	1,198	30	1,083	39		
	1,624	1,337	22	1,183	31	1,072	40		
1,6	1,585	1,317	23	1,169		1,061			
	1,549	1,3		1,15		1,051			
	1,516	1,299		1,156					
1,5									

BN-74/0602-37

9. WYKONANIE OZNACZANIA

Po przygotowaniu aparatury zgodnie z punktem 7 oraz przygotowaniu powierzchni analitycznej próbki według punktu 6, należy założyć płytę fotograficzną do kasety spektrograficznej. Analizowaną próbkę lub wzorzec oraz elektrodę pomocniczą zamocować w statywie spektrografu i nastawić za pomocą szablonu lub systemu projekcyjnego 2,5 mm między elektrodową przerwą analityczną. Po ustawieniu elektrod w osi optycznej spektrografu wbudzać próbkę załączając generator iskry poprzez wyłącznik czasowy na ustalony okres przedpalenia oraz naświetlania. Naświetlać płytę fotograficzną trzykrotnie kolejno widmem każdego wzorca oraz analizowanej próbki.

Po wykonaniu spektrogramów poddać płytę procesowi obróbki fotograficznej przy czym temperatura kąpieli fotograficznej wynosząca 19°C winna być stała w granicach $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$. Podczas procesu fotograficznego płyta powinna być natychmiast zanurzona całkowicie w roztworach. Dla równomiernego mieszania roztworu wywoływacza należy kufkę jednostajnie kołysać. Po 2,5 min. przerwać proces wywoływania przez natychmiastowe i intensywne płukanie wodą lub w kąpieli przerywającej. Obraz widma utrwalać w utrwalaczu przez okres ok. 5 min, po czym płukać w strumieniu wody bieżącej i wysuszyć. Podczas suszenia płyty zwracać baczność uwagę na to, by powietrze w pomieszczeniu było wolne od pyłu.

Fotometrowanie linii spektralnych przeprowadza się za pomocą mikrofotometru, który przygotowuje się jak podano w p.7. Pomiar zaczernienia linii rozpocząć po upływie około 15 min od chwili zapalenia żarówki mikrofotometru. W ciągu tego czasu reguluje się ostrość obrazu płyty na ekranie mikrofotometru oraz ustawienia linii spektralnych równoległe do szczeliny mikrofotometru. Na skali P, W lub S odczytać pary linii Zr 339,1 - Fe 340,1 nm lub Zr 343,8 - Fe 344,7 nm oraz tła widma obok linii cyrkonu i obliczyć poprawkę na tło w zależności od wybranego sposobu /p.8/. Następnie obliczyć dla pary linii analitycznej różnicę natężeń ΔY między natężeniem linii cyrkonu, a zaczernieniem linii wzorca wewnętrznego żelaza. Na podstawie składu chemicznego wzorców oraz oznaczonych dla nich średnich różnic natężeń wykreślić wykres analityczny w układzie $\Delta Y/\lg C$ w którym:

- C - procentowe stężenie pierwiastka we wzorcu
- ΔY - odpowiadająca jej średnia różnica natężeń par linii.

Ze względu na możliwość występowania różnic strukturalnych pomiędzy wzorcami stosowanymi a próbką analizowaną oraz ewentualne oddziaływanie wzajemnego wpływu pierwiastków, przebieg wykresów analitycznych należy sprawdzić za pomocą własnych próbek kontrolnych.

10. OBLICZANIE WYNIKÓW

Po wykonaniu pomiarów oblicza się różnice natężeń linii analitycznej i żelaza w spektrogramach odpowiadających wzorcom i analizowanym próbkom oraz wyznacza się wykres analityczny według sposobu podanego w pkt 9.

Zawartość procentową badanego pierwiastka odczytuje się z wykresu analitycznego. W przypadku gdy obliczone różnice logarytmów natężeń dla trzech oznaczeń, tej samej próbki ΔY_1 , ΔY_2 i ΔY_3 różnią się między wartością najwyższą i najniższą mniej niż o 3 jednostki należy obliczyć średnią różnicę natężeń.

Jeżeli jedna z wartości ΔY odbiega znacznie od dwóch pozostałych np. ΔY_1 od ΔY_2 i ΔY_3 , należy zbadać przy pomocy testu Dixona istotność wartości odbiegającej, to znaczy stwierdzić, czy należy do zbiorowości czy nie. Testową wartość Q wyznacza się obliczając stosunek różnicy między wynikiem odbiegającym i najbliższym wynikiem sąsiednim do rozstępu wyników /różnicy między wynikiem najwyższym i najniższym/. Uzyskaną wartość należy porównać z wartościami krytycznymi testu /Q/ podanymi w tabelicy 3 dla prawdopodobieństwa 0,90. Jeżeli obliczona wartość jest większa od wartości krytycznej testu /Q/ dla trzech pomiarów, to wynik odbiegający należy odrzucać, a wartość ΔY obliczyć jako średnią arytmetyczną dwóch pozostałych. Jeżeli natomiast obliczona wartość jest mniejsza od wartości krytycznej testu /Q/ dla trzech pomiarów, wynik odbiegający należy do badanej zbiorowości i średnią różnicę natężeń ΔY należy obliczyć jako średnią arytmetyczną wszystkich trzech wyników pomiaru.

Tablica 3
Wartość krytyczna testu Dixona

Liczba pomiarów n	3	4	5	6	7
Q 0,90	0,886	0,679	0,557	0,482	0,434

11. DOKŁADNOŚĆ OZNACZAŃ

Dopuszczalne różnice pomiędzy wynikami równoległych oznaczeń nie powinny przekraczać:

do 0,01 % Zr	-	0,0005
powyżej 0,01 do 0,05 % Zr	-	0,003
powyżej 0,05 do 0,1 % Zr	-	0,005
powyżej 0,1 do 0,2 % Zr	-	0,008

KONIEC

INFORMACJE DODATKOWE DO BN-74/0602-37

1. Instytucja opracowująca projekt normy - Instytut Metalurgii Żelaza
2. Normy związane
 - BN-72/0602-31 - Analiza spektralna stali. Praktyczne wskazówki stosowania spektrografii.
 - PN-71/H-04004 - Analiza chemiczna stali i staliwa. Pobieranie i przygotowanie próbek do analizy wytopowej.
3. Autorzy projektu normy
 - Mgr inż. J. Goryeska - IMŻ
 - doc dr inż. Jerzy Jurczyk - IMŻ