

Hutnictwo Żelaza i Stali	NORMA BRANŻOWA	BN-77/0602-42
	Analiza spektralna stali. Pobieranie i przygotowanie próbek spektrometrycznych	
		Gr.kat.III 09

1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest pobieranie oraz przygotowanie próbek stali i staliwa do spektrometrycznej analizy optycznej i rentgenowskiej.

2. POBIERANIE PRÓBEK Z PŁYNNIEJ STALI

2.1. Liczba próbek. Do sprawdzania składu chemicznego stali i staliwa należy pobrać próbki z każdego wytopu, zarówno w okresie wytwarzania tzw. próbki "przedwytopowe" jak i po jego zakończeniu, tzw. "próbki wytopowe".

Liczbę pobranych próbek przedwytopowych określa instrukcja technologiczna wytapiania.

Próbkę wytopową staliwa pobiera się przy odlewaniu całego wytopu do jednej formy po wypełnieniu nadlewów do 1/2 wysokości, przy większej liczbie form oraz przy odlewaniu wlewków stalowych, należy pobrać próbki z każdej kadzi po odlaniu połowy metalu. Do każdej analizy pobiera się, co najmniej 2 próbki. Jedna służy do wykonywania analizy spektralnej, drugą przechowuje się do ewentualnego powtórnego badania, w przypadku gdy próbka została niewłaściwie pobrana lub wynik analizy pierwszej próbki jest wątpliwy.

2.2. Sposób pobierania próbki do analizy

2.2.1. Sposób pobierania próbek przedwytopowych do analizy. Próbkę stali pobiera się łyżką z pieca i wlewa równym strumieniem do wlewniczki napełniając ją do wysokości około 10 mm poniżej górnej krawędzi. Uspokojenie stali należy przeprowadzić w łyżce za pomocą glinu przed wlaniem do wlewniczek. W tym celu należy po zlanu warstwy żużla zanurzyć w stali odmierzony odcinek drutu Al nawiniętego na końcówkę pręta stalowego o średnicy około 10 mm, mieszając nim aż do roztopienia glinu. Rozpuszczona ilość glinu winna wynosić około 0,10-0,20 % w gotowej próbce stali. Wprowadzenie glinu wyłącznie do wlewniczek nie jest dopuszczalne. Należy każdorazowo stosować uspokojenie stali przez dodatek glinu.

Ze względu na różnorodność procesów technologicznych wytapiania stali zezwala się na stosowanie innych metod pobierania próbek stali z kąpielii do analizy spektralnej

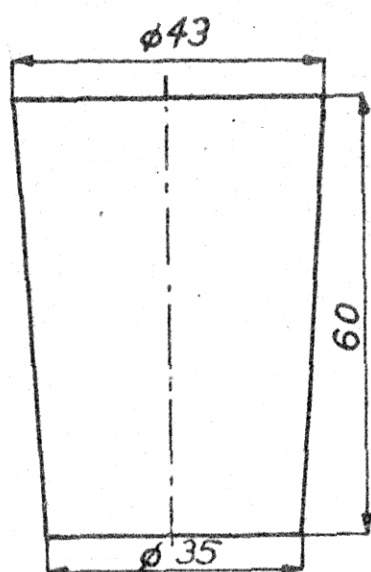
Instytut Metalurgii Żelaza

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali zarządzeniem Nr 8/77 z dnia 16.02.1977 r. jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą od dnia 1.07.1977 r.

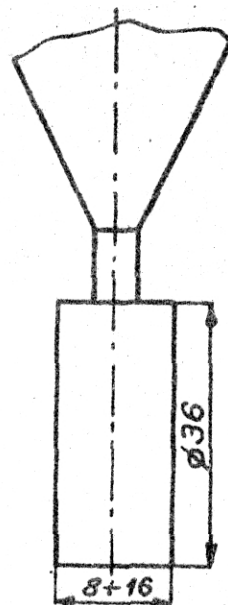
pod warunkiem zapewnienia jednorodności i reprezentatywności pobranych próbek. Do tego celu mogą być wykorzystywane np. różnego rodzaju sondy i wlewniczki zanurzeniowe.

2.3. Sposób pobierania próbek wytopowych. Próbkę wytopową pobiera się do analizy w zasadzie w sposób identyczny jak próbki przedwytopowe tj. zgodnie z 2.2.1. W przypadku konieczności oznaczenia zawartości glinu w stali uspokozonej nie należy wprowadzać glinu do próbek.

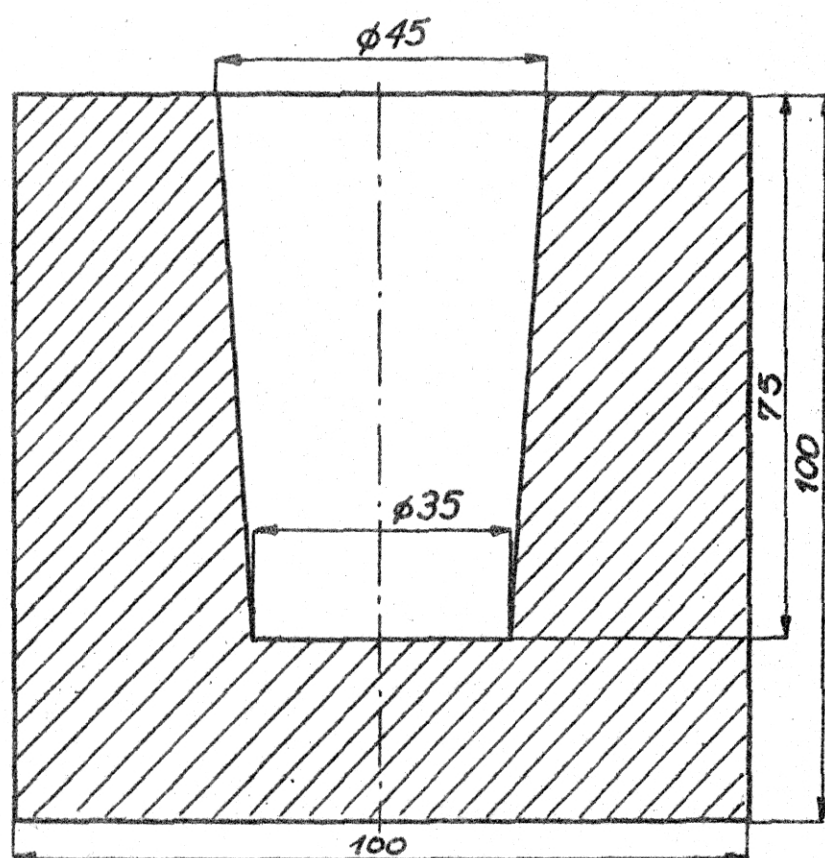
2.4. Kształt próbki. Do oznaczania składu chemicznego stali metodą spektralną zaleca się stosowanie próbek w kształcie stożka lub "dukatu" /Discopia/. Wymiary próbek stożkowych podano na rysunku 1a. Zaleca się stosowanie wlewniczki wykonanej z walcowanego pręta z elektrolitycznej miedzi rys.2. Dla lepszej gospodarki miedzią dopuszcza się wlewniczkę oszczędnościową, w której miedziane części zostały wtopione w blok aluminiowy rys.3.



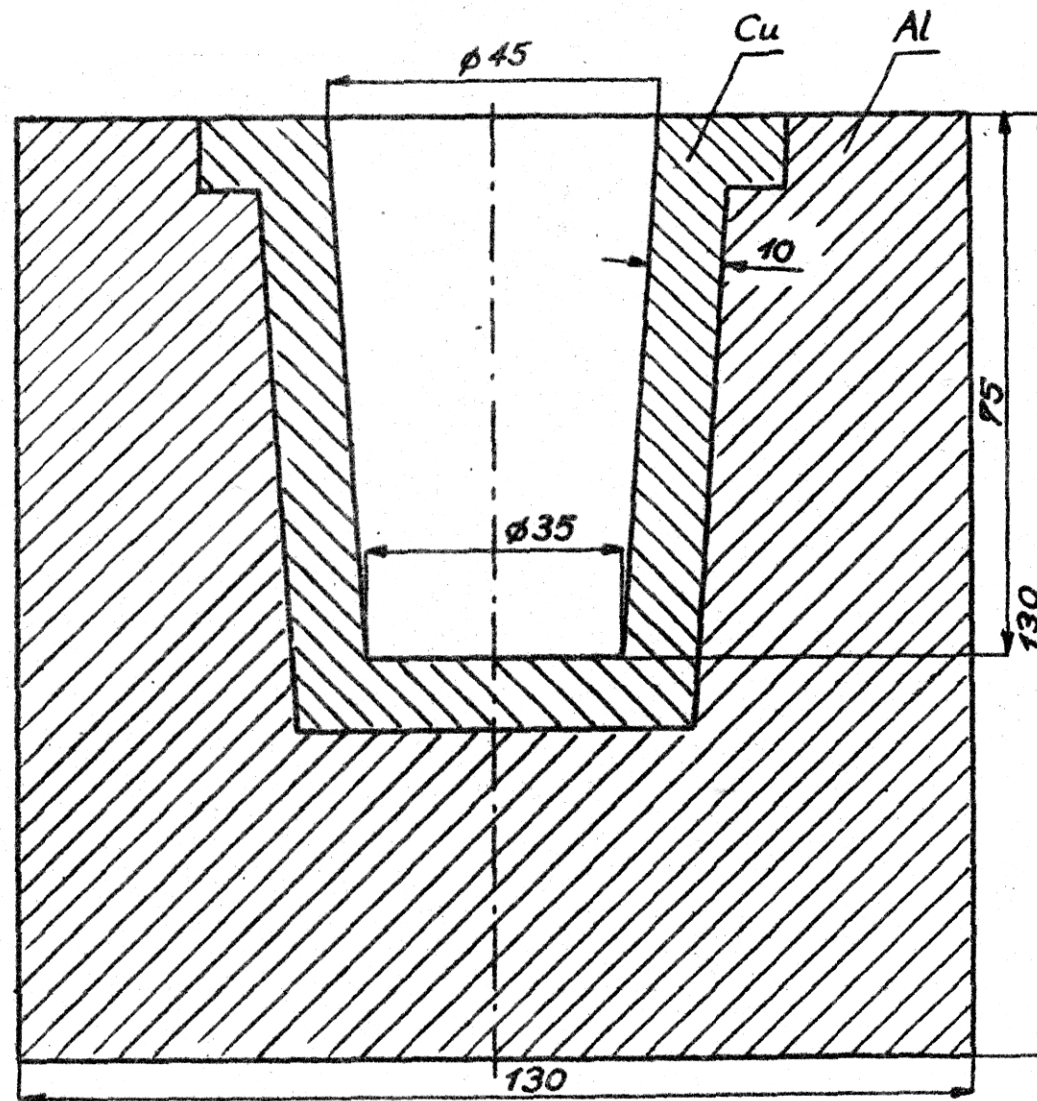
Rys.1a



Rys.1b



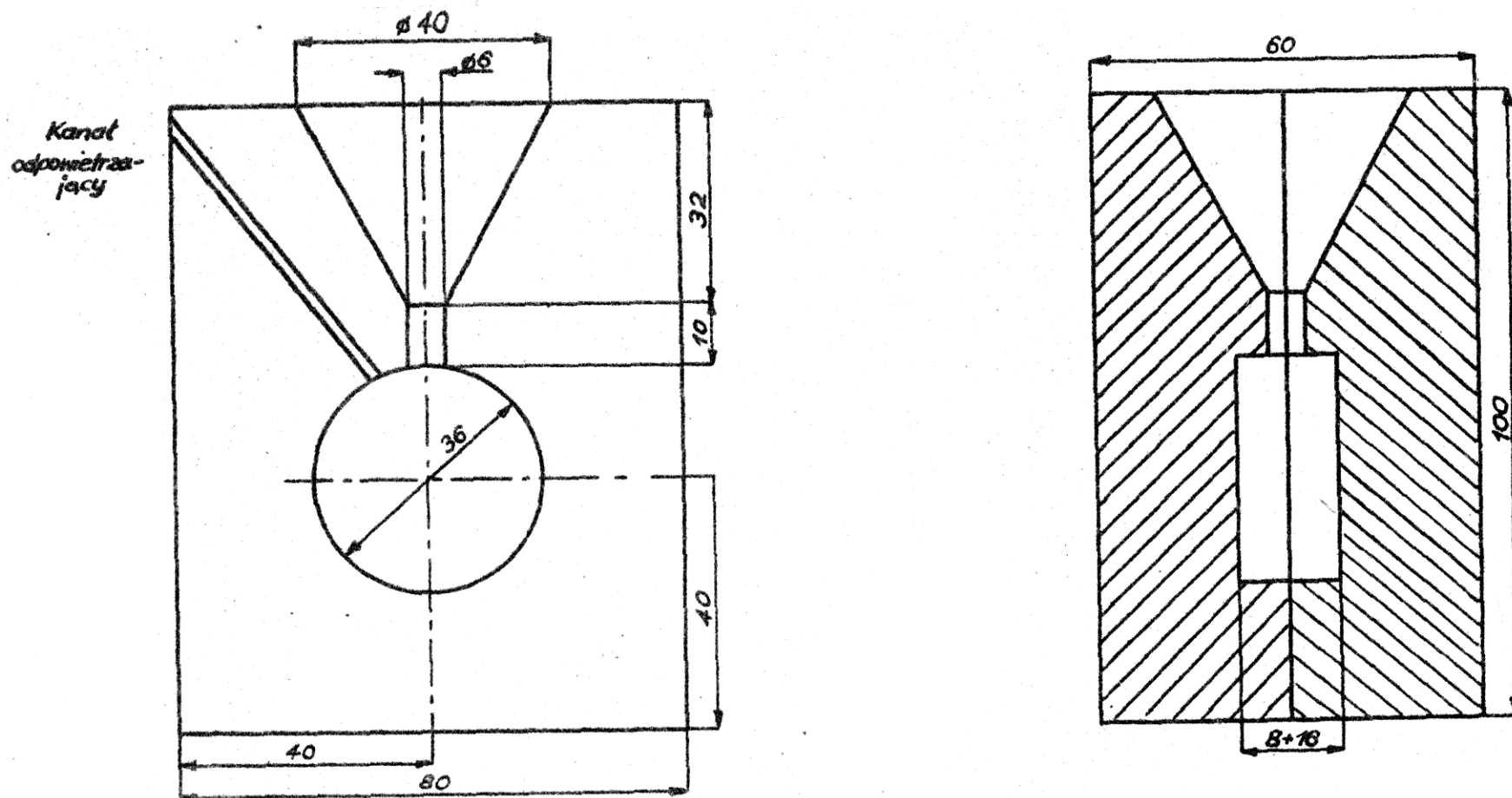
Rys.2



Rys.3

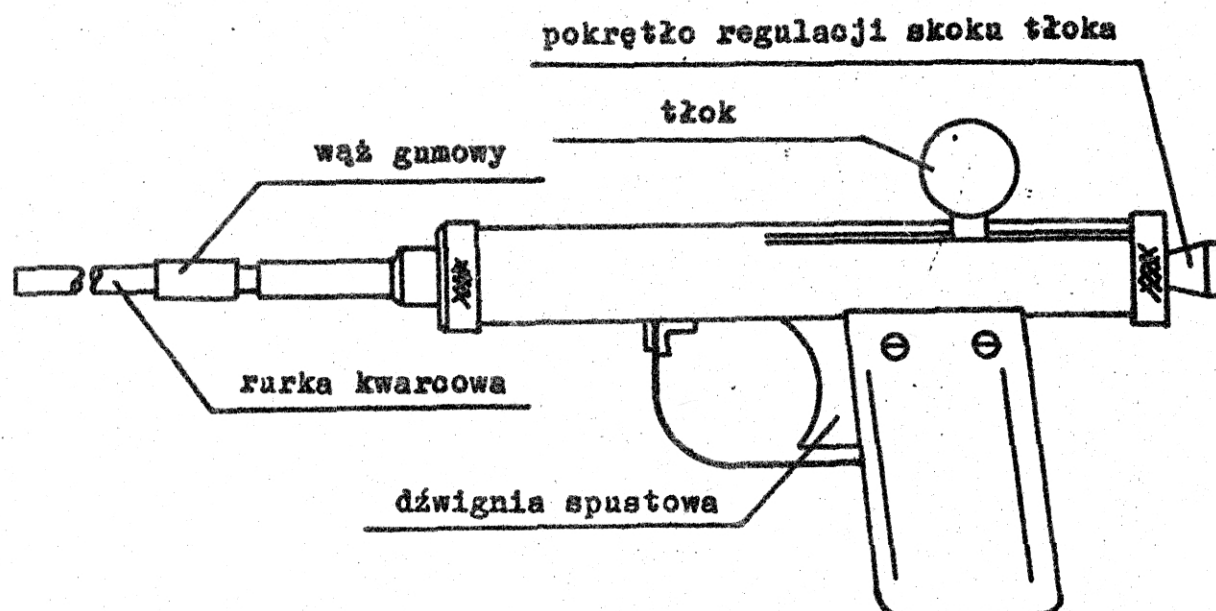
Wymiary próbek dukatowych podano na rysunku 1b. Zaleca się stosowanie dwudzielnej wlewniczki wykonanej z walcowanego pręta z elektrolitycznej miedzi rys.4.

Należy zwracać szczególną uwagę na to, by przy odlewaniu spektralnych próbek stali wewnętrzne części wlewniczki były czyste, wolne od kurzu i resztek żużla.



Rys.4

2.5. Pobieranie próbek stali do oznaczania zawartości węgla. W przypadku gdy istnieje konieczność odrębnego pobierania próbki do oznaczania zawartości węgla /np. gdy stosuje się fluorescencyjną analizę rentgenowską/, zaleca się stosowanie tzw. próbki pręcikowej otrzymanej przez zassanie stali do rurki szklanej o podwyższonej wytrzymałości termicznej za pomocą specjalnego "pistoletu" /rys.5/. Płynną stal po uspokojeniu zasysa się do rurki szklanej. Z tej samej łyżki, napełnia się następnie wlewniczkę pokazaną na rys.2, 3 lub 4 jeżeli zachodzi konieczność pobrania prób do analizy spektralnej.



Rys.5 Rysunek schematyczny pistoletu do pobierania próbek ciekłej stali metodą zasysania do rurki kwarcowej

Jeżeli pobieranie próbki metodą pręcikową jest niemożliwe należy pobrać wióry przez wiercenia stopy próbki stożkowej po przeciwnej stronie szlifowanej powierzchni analitycznej lub powstałej części próbki /głowa/ przez nawiercenie stali na płaszczyźnie przecięcia. W przypadku próbek dukatowych wióra należy pobrać przez nawiercenie powierzchni nieprzeznaczonych do analizy spektralnej. W przypadku wykorzystania do pobierania próbek stali specjalnych sond np. typu Discin /LEW/, do oznaczania węgla wykorzystuje się przewidziany do tego celu pręt o średnicy \varnothing od 3-5 mm.

Wiercenie należy wykonywać zgodnie z zasadami przyjętymi podczas przygotowania prób do analizy chemicznej metodami mokrymi /PN-71/H-04004/.

2.6. Znakowanie próbek. W zależności od warunków technicznych należy zastosować wstępnie dowolny niezawodny sposób oznakowania próbki /próbki przekazuje się często w stanie rozszerzonym pocztą pneumatyczną do laboratorium spektralnego/ a następnie po jej przecięciu na przecinarce i oszlifowaniu nanieść odpowiednie oznakowanie w miejscu nie przeznaczonym do analizy.

3. POBIERANIE PRÓBEK ZASTĘPCZYCH

W przypadku gdy nie zostały pobrane próbki z ciekłego metalu lub jeżeli jest wymagane oznaczenie dodatkowych składników chemicznych, dopuszcza się pobranie próbek z półwyrobów stalowych lub odlewów stalowych.

Przy pobieraniu próbek z półwyrobów stalowych, jak np. kęsów, kęsisk lub innych, wiórki pobiera się ze środkowej części średniego w kolejności odlewania wlewka w taki sposób, aby

gwarantował on uzyskanie średniego reprezentatywnego składu chemicznego z całego przekroju poprzecznego.

W przypadku odlewów wiórki pobiera się z dwóch odlewów albo z dwóch wlewków próbnych służących do sprawdzenia własności mechanicznych lub z dolnej części nadlewów i wlewów doprowadzających.

Pobraną w ten sposób próbkę wiórową należy stopić w atmosferze argonu w specjalnie przeznaczonym do tego celu piecu indukcyjnym lub łukowym. Uzyskaną próbkę w postaci jednorodnego krążka można po odpowiednim przygotowaniu powierzchni analitycznej na drodze szlifowania poddać analizie metodami spektralnymi. Konieczna jest jednak znajomość korelacji między zawartością poszczególnych pierwiastków materiału wiórowego a materiałem uzyskanym z przetopu tych wiór.

4. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK DO ANALIZY

Próbkę do analizy spektralnej odlewanej do wlewniczki stożkowej należy przeciąć od strony podstawy /stopy wlewka/ poprzecznie do osi próbki tak, aby uzyskać krążek o grubości 20 - 30 mm, przeznaczony do analizy. Po ostudzeniu próbki w wodzie, lecz w ten sposób by powierzchnia przeznaczona do analizy nie stykała się z wodą, szlifuje się wstępnie powierzchnię analityczną próbki na szlifierce stosując ściernice o uziarnieniu poniżej 60 w celu usunięcia ewentualnego gradu, wyrównania krawędzi itp. Następnie za pomocą szlifierek magnetycznych lub tarczowych należy szlifować powierzchnię przeznaczoną do analizy równomiernie do tzw. "półpołysku" stosując do tego celu kamienie szlifierskie lub papier ścierny o ziarnistości 60. W przypadku próbek dukatowych należy z jednej powierzchni czołowej usunąć za pomocą frezarki lub szlifierki magnetycznej warstwę nie mniejszą niż 0,5 mm a następnie tak przygotowaną powierzchnię, podobnie jak w przypadku próbek "stożkowych" doprowadzić przez szlifowanie do półpołysku.

Zarówno w przypadku próbek stożkowych jak i dukatowych powierzchnia analityczna winna być równomiernie błyszcząca, a rysy powstałe podczas szlifowania równoległe. Winna ona być wolna od pęknięć, dziur, rzadzin i wtrąceń niemetalicznych. Szlifowanej powierzchni nie wolno zanieczyszczać rękami, nie powinna ona stykać się z innymi przedmiotami mogącymi ją zabrudzić. Szczególnie chronić należy powierzchnię szlifowaną przed osadzeniem się na niej pary wodnej, pyłów i innych substancji. Próbkę powinno się szlifować bezpośrednio przed analizą. Powierzchnię próbek wzorców i próbek kontrolnych należy przygotować zawsze w ten sam sposób.

4.1. Przygotowanie próbki pręcikowej do analizy węgla. Środkową część jednolitej próbki pręcikowej bez dziur i pęcherzy pobranej wg 2.5. należy po usunięciu rurki szklanej przeciąć na małej przecinacze na odcinki umożliwiające odważanie około 1 g próbki. W odważonej próbce odznaczyć zawartość węgla /ewentualnie siarki/ metodami dostępnymi w danym laboratorium /metody spalania/.

5. POBRANIE I PRZYGOTOWANIE PRÓBKI DO CHEMICZNEJ ANALIZY KONTROLNEJ

W przypadku konieczności wykonania analizy kontrolnej metodami chemicznymi, lub w przypadku konieczności oznaczania zawartości dodatkowych pierwiastków metodami chemicznymi, należy wykorzystać do tego celu spektralne próbki stożkowe lub dukatowe wiórując je zgodnie z wcześniej podanymi uwagami w 2.5. i wykonać następnie analizę chemiczną według obowiązujących w tym zakresie norm.

6. PRZECHOWYWANIE PRÓBEK

Okres przechowywania próbek przedwytopowych ustalają przepisy obowiązujące w danym zakładzie. Próbki wytopowe przechowuje się co najmniej przez okres 6-ciu miesięcy.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE DO BN-77/0602-42

1. Instytucja opracowująca normę - Instytut Metalurgii Żelaza Gliwice, ul.K.Miarki 12/14

2. Normy związane

PN-71/H-04004 - Pobieranie i przygotowanie próbek do analizy wytopowej.

BN-72/0602-31 - Analiza spektralna stali. Praktyczne wskazówki stosowania spektrografii.

BN-74/0602-35 - Spektralna analiza stali węglowej i niskostopowej. Spektrometryczna emisyjna metoda oznaczania węgla, manganu, krzemu, fosforu, siarki, chromu, miedzi, glinu, molibdenu, wanadu, niobu i niklu.

3. Autor projektu normy - Doc.dr Jerzy Jurozyk, mgr inż.Jan Goryska, inż.Zdzisław Lebe.