

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	NORMA BRANŻOWA	BN-80/0602-46
	Analiza spektralna żelazostopów. Rentgeno- fluorescencyjna metoda oznaczania Fe, Si, Mn i P w żelazokrzemomanganie.	
	Gr.kat. III 12	

1. W S T Ę P

1.1. Przedmiotem normy jest rentgenospektrometryczna fluorescencyjna metoda oznaczania żelaza, krzemu, manganu i fosforu w żelazokrzemomanganie.

1.2. Zakres zastosowania normy. Normę stosuje się do analiz ruchowych próbek pobranych z wytopów, jak również do atestowania partii materiału i obejmuje oznaczanie zawartości żelaza, krzemu, manganu i fosforu w zakresach podanych poniżej

Pierwiastek	Zakres zawartości, %
Żelazo	8 - 15
krzem	8 - 35
mangan	55 - 75
fosfor	0,05 - 0,40

Normy nie stosuje się do analiz rozjemczych.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Ogólne wytyczne. Analizie poddaje się próbkę proszkową pobraną i wstępnie przygotowaną wg PN-73/H-04002, następnie zaś przygotowaną wg 2.5.1 i sprasowaną w pastylkę.

2.2. Zasada oznaczania. Próbkę żelazokrzemomanganu naświetla się promieniowaniem z lampy rentgenowskiej. Wzbudzone promieniowanie fluorescencyjne pochodzące od poszczególnych pierwiastków wchodzących w skład danej próbki zostaje rozszczepione poprzez kryształy analizujące i przekształcone na impulsy elektryczne w licznikach promieniowania rentgenowskiego. System elektroniczny zlicza poszczególne impulsy lub integruje je w układzie całkującym. Ilość impulsów lub wielkość napięcia z kondensatora integratora odpowiadająca natężeniu linii widmowej danego pierwiastka, porównana z tymi samymi wielkościami dla próbek wzorcowych określa procentową zawartość pierwiastka w badanej próbce.

2.3. Aparatura i urządzenia

2.3.1. Aparatura spektralna. Spektrometr rentgenowski wielokanałowy lub sekwencyjny z lampą rentgenowską o mocy co najmniej 2 kW pracującej przy $I_A \geq 30$ mA i $U_A > 40$ kV. Aparatura powinna zapewnić pomiar natężenia linii K_{α} P oraz K_{α} Si poprzez układ analizatora wysokości impulsów.

Pomiar K_{α} Fe, K_{α} Mn można przeprowadzać poprzez bezpośrednią integrację. Przy pomiarach natężeń tych linii aparatura powinna zapewnić możliwość stosowania filtrów osłabiających promieniowanie.

INSTYTUT METALURGII ŻELAZA

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali zarządzeniem
Nr 6/80 z dnia 17.03.1980 r. jako norma obowiązująca od dnia 1.07.1980 r.

2.3.2. Urządzenie do pobierania i przygotowania średniej próbki żelazokrzemomanganu wg PN-73/H-04002.

2.3.3. Urządzenia do przygotowania próbki do badań rentgenospektralnych:

- a/ młynki pierścieniowo-wibracyjne /objętość naczynia mielącego $\varnothing 150 \times 40$ /
- b/ prasa hydrauliczna o nacisku powyżej 300 kN wraz z matrycą do formowania pastylek,
- c/ miernik czasu,
- d/ waga o dokładności 0,1 g.

2.4. Materiały pomocnicze. Kwas borowy wg PN-75/C-84067 lub inne lepiszcze o granulacji poniżej 1 mm nie zawierające Fe, Si, Mn, P pozwalające wprasować badaną próbkę, która utworzy powierzchnię pastylki.

2.5. Przygotowanie próbek

2.5.1. Próbki do badań. Z żelazokrzemomanganu pobranego i przygotowanego wg PN-73/H-04002 przygotować dwie próbki do badań rentgenospektralnych.

Próbkę przygotowuje się w następujący sposób:

- sporządzić naważkę 10 g z dokładnością do 0,1 g
- odważony materiał rozdrabniać w młynku wibracyjno-pierścieniowym przez 5 min,
- rozdrobniony materiał rozproszyc równą warstwą o grubości około 1 mm na trzpień matrycy do formowania pastylek,
- na tę warstwę wprowadzić około 8 g lepiszcza,
- wprasować w lepiszcza materiał stosując ciśnienie powyżej 200 MPa przez 30 s.

Wymiary otrzymanej pastylki powinny być zgodne z wymiarami podanymi w instalacji obsługi spektrometru.

Analizowane próbki po rozdrobnieniu powinny w całości /100 %/ dać się przesiać przez sito o wielkości oczka 0,063 mm /tj. 10 000 oczek na cm^2 / wg PN-71/M-94008.

2.5.2. Próbki kontrolne. Próbkę oraz serię próbek kontrolnych należy przygotować w identyczny sposób, jak próbki do badań wg 2.5.1.

W próbkach kontrolnych procentową zawartość krzemu, manganu, fosforu i węgla należy oznaczyć wg PN-72/H-04202, a żelaza metodą magnetometryczną.

2.6. Wykonanie oznaczania

2.6.1. Przygotowanie aparatury. Sprawdzić prawidłowe działanie aparatury zgodnie z instrukcją obsługi. W przypadku pomiaru linii widmowych w układzie z analizatorem wysokości impulsów sprawdzić i skorygować tak napięcie na licznikach, aby mierzona linia prawidłowo mieściła się w "oknie" analizatora.

Zmierzyć tło promieniowania K_{α} Fe, K_{α} Si, K_{α} Mn, K_{α} P dla próbki utworzonej z lepiszcza wymienionego w 2.4 poprzez sprasowanie z niego pastylki. W aparatach z możliwością korekty wskazań układu pomiarowego skorygować tło do zera.

2.6.2. Pomiar natężeń linii. Pomiaru natężeń linii K_{α} Fe, K_{α} Si, K_{α} Mn, K_{α} P dla próbki badanej i kontrolnej dokonać w sposób określony przez producenta spektrometru rentgenowskiego. Dla każdej próbki przeprowadzić podwójne pomiary. Różnica pomiędzy dwoma równoległymi pomiarami natężeń danej linii powinna być mniejsza od $2\sqrt{I}$, gdzie I jest natężeniem danej linii widmowej wyrażonej w impulsach lub mV. Przekroczenie tej wartości wymaga ponownej kontroli prawidłowości działania aparatury.

2.7. Obliczanie wyników

2.7.1. Obliczanie wyników przy stosowaniu serii próbek kontrolnych procentową zawartość /C/ oznaczanego składnika w próbce wyznaczać z zależności:

$$C = aI + b$$

gdzie: I - odpowiadające natężenie linii widmowej badanego składnika
a, b - stałe współczynniki wyznaczone metodą najmniejszych kwadratów

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I}) / (C_i - \bar{C})}{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}$$

$$b = \bar{C} - a \bar{I}$$

w których:

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n}$$

$$\bar{I} = \frac{\sum_{i=1}^n I_i}{n}$$

gdzie: n - liczba próbek kontrolnych

C_i - koncentracja danego składnika w "i" próbce kontrolnej

I_i - natężenie linii widmowej od danego składnika w "i" próbce

2.7.2. Obliczanie wyników przy stosowaniu jednej próbki kontrolnej procentową zawartość /C/ oznaczanego składnika w próbce wyznaczać z zależności:

$$C_1 = \frac{I_1 \cdot \alpha}{I_1 \cdot \alpha + I_2 \cdot \beta + I_3 \cdot \gamma} \cdot /99 - C_5/$$

$$C_2 = \frac{I_2 \cdot \beta}{I_1 \cdot \alpha + I_2 \cdot \beta + I_3 \cdot \gamma} \cdot /99 - C_5/$$

$$C_3 = \frac{I_3 \cdot \gamma}{I_1 \cdot \alpha + I_2 \cdot \beta + I_3 \cdot \gamma} \cdot /99 - C_5/$$

$$C_4 = \frac{I_4}{I_{4W}} \quad C_{4W}$$

gdzie: I_1, I_2, I_3, I_4 - natężenia linii widmowych $K\alpha$ Fe, $K\alpha$ Mn, $K\alpha$ Si, $K\alpha$ P w impulsach lub mV dla próbki badanej.

$$\alpha = \frac{I_{1W} + I_{2W} + I_{3W}}{99 - C_{5W}} \cdot \frac{C_{1W}}{I_{1W}}$$

$$\beta = \frac{I_{1W} + I_{2W} + I_{3W}}{99 - C_{5W}} \cdot \frac{C_{2W}}{I_{2W}}$$

$$\gamma = \frac{I_{1W} + I_{2W} + I_{3W}}{99 - C_{5W}} \cdot \frac{C_{3W}}{I_{3W}}$$

w których:

$I_{1W}, I_{2W}, I_{3W}, I_{4W}$ - natężenia linii widmowych $K\alpha$ Fe, $K\alpha$ Mn, $K\alpha$ Si, $K\alpha$ P dla próbki kontrolnej,

C_1, C_2, C_3, C_4, C_5 - procentowa zawartość Fe, Si, Mn, P, C w badanej próbce

$C_{1W}, C_{2W}, C_{3W}, C_{4W}, C_{5W}$ - procentowa zawartość Fe, Si, Mn, P, C w próbce kontrolnej.

W przypadku niemożności skorygowania, tła, mierzonego dla próbki wykonanej z samego lepiszcza należy przy dokonywaniu pomiaru natężeń linii widmowych pochodzących od próbki badanej i kontrolnej uwzględnić odpowiednie poprawki.

2.8. Ocena wyników pomiarów. Wyniki uznaje się za poprawne jeżeli różnice pomiędzy równoległymi oznaczeniami w całym zakresie zawartości podanym w 1.2 nie przekraczają dla:

$$\begin{array}{ll} \text{Fe} - 0,3 \% & \text{Mn} - 0,5 \% \\ \text{Si} - 0,3 \% & \text{P} - 0,02\% \end{array}$$

W przypadku przekroczenia tych wartości należy analizę powtórzyć.

KONIEC

1. Instytucja opracowująca projekt normy - Instytut Metalurgii Żelaza - Gliwice
2. Normy związane:
 - PN-74/H-04002 - Analiza chemiczna żelazostopów. Pobieranie próbek i przygotowanie średniej próby laboratoryjnej
 - PN-72/H-04202 - Analiza chemiczna żelazostopów. Żelazokrzemomangan
 - PN-75/C-84067 - Kwas borowy techniczny
 - PN -71/M-94008 - Sita i siatki z drutu. Wymiary oczek.
3. Autorzy projektu normy:
mgr Jan Kapis, inż. Bernard Wolczak, inż. Czesław Orzulik, mgr Jan Wala.