



VI° SEMINARIO NACIONAL Y II° LATINOAMERICANO
DE ANÁLISIS POR TÉCNICAS DE RAYOS X

Comité Nacional de Espectroscopia de Rayos X
Noviembre - 1987

Bahía Blanca - Buenos Aires - Argentina

RAPIDO Y EFECTIVO ANALISIS DE ALEACIONES FERROSAS Y NO FERROSAS
POR FLUORESCENCIA DE RAYOS X

ABELARDO GOMEZ SERRA

YACIMIENTOS PETROLIFEROS FISCALES S.E.
GERENCIA DE INVESTIGACION Y DESARROLLO
AVDA. CALCHAQUI KM 23,500
C.P. 1888 - FLORENCIO VARELA
PCIA. DE BUENOS AIRES

RESUMEN:

Se describe un método empírico para análisis integral de todo tipo de aleaciones, ferrosas y no ferrosas, basado en la relación de intensidades de los elementos intervinientes.

El método es independiente del tamaño, forma y presentación de la muestra. Mediante el mismo se puede tipificar, en forma rápida y precisa aleaciones base hierro, cobre, aluminio o magnesio.

INTRODUCCION:

La rapidez y simplicidad de las técnicas por fluorescencia de Rayos X (FRX), tanto para la detección y análisis de los elementos mayoritarios como para los minoritarios, hacen de ellas un instrumento casi imprescindible para empresas que, como Y.P.F. necesitan adquirir anualmente gran cantidad de materiales metálicos de distintos tipos y calidades y de diversas características. A la necesidad de un conocimiento rápido y efectivo de la composición de un material dado para su aprobación de compra, se une la urgencia con que los distintos sectores de mantenimiento deben conocer la composición elemental de los materiales que presentan fallas o deterioros en funcionamiento y/o procesos corrosivos y que pudieran no ser los adecuados.

No siempre las muestras que se envían al laboratorio se ajustan a las normas de ensayo aconsejadas. Su diversidad y complejidad es tal que, podemos tener virutas, trozos de tubos o chapas, roscas, mallas o alambres, cuyas formas pueden ser esféricas, cilíndricas o planas y su tamaño puede oscilar entre 1 a 30mm. Tal variedad obligaría a llevarlas a solución, siguiendo las recomendaciones del análisis clásico y proceder luego en consecuencia.

El presente trabajo es una simplificación empírica para el análisis integral de cualquier aleación, mediante el cual se puede tipificar y establecer si está dentro del rango establecido por la norma.

El método se basa en relacionar las intensidades de radiación fluorescentes de cada elemento presente en una muestra, con la del elemento mayoritario, base de la aleación y comparar dichas relaciones con las de un patrón de referencia de composición algo semejante, no necesariamente igual. Se supone de esta manera que la influencia mutua entre los elementos aleantes será la misma, independiente de la forma, tamaño y presentación de la muestra.

PROCEDIMIENTO:

Todas las muestras se analizaron en un espectrómetro de Rayos X Philips PW 1400, secuencial en longitudes de onda, sin tratamiento previo, salvo en el caso de recubrimientos superficiales.

Los pasos a seguir son los siguientes:

- 1^a) Se miden las intensidades netas de todos los elementos que componen la muestra, excepto el carbón para las aleaciones ferrosas que se analiza por combustión y es el que definitivamente certifica el tipo de aleación.
- 2^a) Se relacionan las intensidades de cada elemento con las del elemento mayoritario (con el Fe para los aceros o con el Cu para los bronce o latones).
- 3^a) Se establece si la muestra es de alta o baja aleación según el valor de estas relaciones.
- 4^a) Se elige el patrón de referencia teniendo en cuenta el ítem 3 y relacionando las intensidades de dos componentes importantes que pueden ser, el Cr y el Ni o el Mn y el Si para un acero y el Cu y el Zn para un latón.
- 5^a) Se calculan las concentraciones según la ecuación:

$$C_i = \frac{R_{i/n} \times}{R_{i/n}^*} \cdot C_i^*$$

donde:

C_i = concentración del elemento i en la muestra problema.

C_i^* = concentración del elemento i en la muestra patrón.

$R_{i/n} \times$ = relación de la intensidad del elemento i con respecto al elemento mayoritario en la muestra problema

$R_{i/n}^*$ = ídem para la muestra patrón.

Para visualizar lo anteriormente expresado observamos en la Tabla I las intensidades absolutas y relativas de muestras desconocidas de patrones certificados por el N.B.S.

A primera vista se observa que la muestra PLP 1 es un acero inoxidable por sus altas intensidades relativas en Cr y Ni, el cociente de sus intensidades es 0,62; para el patrón 160 A es 0,56 y para el patrón D 846 es 0,91; por lo tanto, el que más se le aproxima es el 160 A. Calculadas las concentraciones de los elementos aleantes según este patrón da como resultado una composición que prácticamente corresponde a un acero AISI 316.

En la Tabla II se presentan algunos datos comparativos de muestras analizadas - por vía húmeda. Las desviaciones oscilan, en promedio, entre el 4 al 6% y en el peor de los casos alcanzan al 10%, pero en el rango admitido en las especificaciones, todas encajan en un determinado tipo de aleación, la cual es confirmada mediante el dosaje de carbono.

En la Tabla III se presentan algunas determinaciones de aleaciones no ferrosas. Se podrá observar que en aquellas aleaciones con alto contenido en Pb surgen desviaciones muy notables entre este elemento y el Cu, ello se debe, según algunos investigadores, al efecto -- "Smelt", esto es, al fenómeno de difusión o segregación de Pb por acción del corte o pulido - y/o moldeo de una muestra

CONCLUSIONES

Este trabajo muestra la posibilidad de tipificar rápidamente cualquier aleación sin importar forma y tamaño, empleando sólo un patrón de referencia. Lo único que se necesita es tener un número adecuado de patrones de composiciones algo semejantes a las muestras problema.

Por este mismo método también se puede determinar la presencia de recubrimientos cuando surgen relaciones exageradas, fuera de toda norma, de Cu, Ni o Cr en un acero, o de Sn y Pb en un conductor eléctrico. La composición cualitativa del recubrimiento y la composición real de la muestra puede hacerse en forma muy simple por una doble exposición a los Rayos X antes y después de un pulido.

ELEMENTO	139 A			160 A			D 846			MUESTRA P. L. F. 1		
	CONC.	INT. ABSOL. C/S	INT. RELATIVO $\times 10^4$	CONC.	I. ABS. C/S	INT. RELAT. $\times 10^4$	CONC.	INT. ABS. C/S	INT. REL. $\times 10^4$	INT. ABS. C/S	INT. RELAT. $\times 10^4$	INT. ABS. C/S
Mo	0,183	108	5,25	2,83	2656	233	0,43	302	28,56	1,44	768	132,0
Cu	0,096	69	3,3	0,174	184	17,6	0,19	223	12,8	0,21	117	20,0
Ni	0,31	370	18,0	14,13	12782	1223	9,11	11730	667	10,64	5390	923
Fe	--	205781	--	--	104293	--	--	175761	--	--	58250	--
Mn	0,78	117	5,68	1,62	343	23,30	0,33	124	7,05	1,48	129	22,14
Cc	0,486	413	20,1	18,74	7201	690	18,35	10728	610	13,71	3353	376
Si	0,241	88	4,3	0,605	168	16,1	1,19	617	35,1	0,79	121	20,8
S	0,019	149	7,2	0,016	229	21,9	--	--	--	0,040	340	38,3
P	0,013	389	18,9	0,022	413	39,8	--	--	--	0,045	409	70,2

TABLA I

ELEM.	1		2		3		4		5					
	A.Q.	RX	A.Q.	RX	A.Q.	RX	A.Q.	RX	A.Q.	RX				
Mn	0,26	0,23	0,03	0,01	-0,02	0,14	0,13	0,01	0,21	0,29	+0,08	0,06	0,05	-0,01
Cu	--	--	0,02	0,03	+0,01	0,05	0,06	+0,01	--	0,13	--	--	0,13	
Al	0,14	0,21	+0,07	0,02	0,00	0,09	0,07	+0,02	10,40	10,19	-0,21	10,05	9,46	-0,59
Ni	3,04	1,02	-0,02	0,81	0,79	0,87	0,89	+0,02	--	1,19	--	--	1,60	
Cr	0,30	1,01	+0,11	0,06	0,17	0,86	0,98	+0,12	18,38	18,88	+0,50	17,58	18,32	+0,74
Si	0,26	0,43	+0,19	0,19	0,42	0,20	0,47	+0,27	--	0,51	--	--	0,30	
S				0,04	0,007	0,008	0,016	+0,008						
P				0,021	0,013	0,024	0,015	-0,009						

TABLA II

ELEM.	BRONCE 1		BRONCE 2		BRONCE 3		MEZCLA POLIMETALICA		LATON 1		ALEACION PARA COJINETE METAL BABBIT		LATON SAE 88 ASTM B-174 REFACCION 2						
	A.Q.	RX	A.Q.	RX	A.Q.	RX	A.Q.	RX	A.Q.	RX	A.Q.	RX	MORNA	RX	HORNIA	RX			
Sn	9,56	9,76	+0,20	11,13	10,54	-0,59	10,29	10,46	+0,17	4,56	4,85	+0,29	1,00	0,92	-0,08	88-90	87-87	0,13	
Pb	0,41	0,34	-0,07	0,04	0,03	-0,01	9,91	8,27	-1,64	3,20	9,93	+6,73	1,00	0,86	-0,14	0,35 mfr.	0,15	1,5-2,5	1,68
Zn	0,11	0,18	+0,07	0,01	0,005	+0,04	--	0,007	--	5,06	4,98	-0,08	27,85	27,25	-0,10	--	--	Reman.	38,92
Cu	88,92	88,89	-0,03	88,70	89,31	+0,61	79,76	81,23	+1,47	83,60	79,07	-4,53	69,61	69,76	+0,15	3-4	4,41	58-61	59,13
Ni	0,81	0,19	-0,62	0,01	0,014	+0,004	0,01	0,013	+0,003	0,99	1,06	+0,07	0,53	0,33	-0,20	--	0,003		0,04
Fe	0,02	0,13	+0,11	0,04	0,02	-0,02	0,01	0,02	+0,01	0,18	0,11	0,004	0,006	+0,002	0,06 mfr.	0,06	0,06	0,30mfr.	0,09
Sb																7-8	7,71		

TABLA III