

HUTNICTWO ŻELAZA I STALI	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-78/0602-45
	Analiza spektralna stali. Rentgenospektrometryczna metoda oznaczania składników w stalach nisko- i średniostopowych	
		Grupa kat. III 09

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest rentgenospektrometryczna fluorescencyjna metoda oznaczania zawartości: Mn, Si, P, S, Cr, Ni, Cu, Mo, W, V, Al, Ti, Nb, Zr, As, Sn w stali.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę stosuje się wraz z instrukcją obsługi i wytycznymi analitycznymi posiadanego kwantometru /spektrometru/ rentgenowskiego do analizy próbek wytopowych i atestowych stali o składzie chemicznym w zakresie:

Pierwiastek	Zakres zawartości w %		
Mangan	0,01	do	4,0
Krzem	0,01	do	5,0
Fosfor	0,005	do	0,5
Siarka	0,005	do	0,2
Chrom	0,01	do	3,0
Nikiel	0,01	do	1,0
Miedź	0,01	do	1,0
Molibden	0,01	do	0,5
Wolfram	0,01	do	0,5
Wanad	0,01	do	0,5
Aluminium	0,005	do	0,3
Tytan	0,01	do	0,5
Niob	0,005	do	0,5
Cyrkon	0,005	do	0,5
Arsen	0,005	do	0,1
Cyna	0,006	do	0,05

Institutek Metalurgii Żelaza

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Hutnictwa Żelaza i Stali zarządzeniem nr 11/78

z dnia 12.4.1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1.1.1979 r.

1.3. Zasada oznaczania. Analizę stali wykonuje się na wielokanałowym próżniowym spektrometrze rentgenowskim. Fluorescencyjne promieniowanie rentgenowskie oznaczanych składników próbki stali wzbudza się za pomocą promieniowania rentgenowskiego emitowanego przez lampę rentgenowską o odpowiedniej anodzie /np. Rh, Cr, W, Pt, Au/.

Elektroniczny układ pomiarowy integruje i mierzy natężenie wybranych linii analitycznych.

Zawartość procentową oznaczanych pierwiastków odczytuje się z wykresów, tablic lub oblicza z równań regresji /komputer/.

2. APARATURA

2.1. Spektrometr. Analizę wykonuje się na wielokanałowym próżniowym spektrometrze rentgenowskim wyposażonym w monochromatory z kryształami /tabl. Z1-1/ powodującymi dyfrakcje charakterystycznego promieniowania próbki. Generator wysokiego napięcia o mocy powyżej 2,0 kW i napięciu powyżej 50 kV, do zasilania lampy rentgenowskiej, powinien mieć wyprostowaną charakterystykę napięciową. Stosować stabilizatory napięcia zasilania.

2.2. Elektroniczny układ kontrolno-pomiarowy. Do pomiaru natężenia linii analitycznych używa się liczniki proporcjonalne oraz scyntylacyjne z układami do analizy wysokości impulsów. Stosuje się dwa systemy pomiaru impulsów elektrycznych powstałych w układzie liczników: pomiar napięcia naładowanego kondensatora lub zliczanie impulsów.

Pierwszy system polega na ładowaniu kondensatorów /integratory/ prądem liczników, a następnie pomiarze napięcia od chwili uzyskania założonego napięcia na kondensatorze wzorca zewnętrznego. Pomiar napięcia następuje automatycznie na poszczególnych kondensatorach przyporządkowanych poszczególnym pierwiastkom. Napięcia są miarą intensywności linii spektralnych.

Drugi system polega na zliczaniu impulsów w wielodekadowych /zwykle 7/ przelicznikach w zadany czas odmierzanym przez "zegar kwarcowy" lub dla nastawionej liczby zliczeń odmierzanym jest czas. W obydwóch systemach wyniki pomiarów odczytywane są kolejno dla poszczególnych pierwiastków, wyświetlane i zapisywane automatycznie na drukarce.

Wartości pomiarowe mV lub N liczby impulsów zostają przekazane bezpośrednio /on-line/ lub na zlecenie operatora /off-line/ do komputera, w celu przeliczenia ich na zawartość % poszczególnych pierwiastków, albo służą do obliczenia zawartości % poszczególnych pierwiastków z wykresu analitycznego.

3. MATERIAŁY I ODCZYNNIKI

3.1. Tarcze ściernie - z elektrokorundu dostosowane do przecinarki.

3.2. Kamienie ściernie^{1/} - szlifierskie donicowe lub segmentowe nr SKB 9418 z elektrokorundu do wstępnego szlifowania przeciętych próbek.

3.3. Płótno lub papier ścierny^{1/} - elektrokorundowy nr 46 lub 36 nadający się do pracy szlifierskiej powyżej 1000 obr/min.

3.4. Rozpuszczalniki - benzyna, benzen, alkohol etylowy do oczyszczania powierzchni próbek.

^{1/} Uwaga: p. 3.2 i 3.4 nie stosować w przypadku oznaczania Al.

4. WZORCE SPEKTRALNE I SPEKTRALNE PRÓBKİ KALIBRACYJNE

4.1. Spektralne wzorce podstawowe - serie wzorców spektralnych o stopniowanym, atestowanym składzie chemicznym, służące do cechowania aparatury i ustalania przebiegu podstawowych wykresów analitycznych. Składem chemicznym wzorce te powinny obejmować programowy zakres analizowanej stali. Do tego celu można stosować wzorce stali produkowane przez Instytut Metalurgii Żelaza lub inne wytwarzane przez wyspecjalizowane firmy, np. BAS Anglia, NBS-USA.

4.2. Spektralne kalibracyjne próbki metalurgiczne - służą do przygotowania wykresów analitycznych uwzględniających charakterystykę próbek analizowanych w danym laboratorium, pod względem składu chemicznego oraz sposobu pobierania i przygotowania ich do analizy spektralnej. Próbki te zaleca się wybrać spośród szczególnie dobrych próbek ruchowych, przy czym powinna je cechować dobra jednorodność, w przeciwnym razie wyniki analizy spektralnej obciążone będą błędami. Jeden ze sposobów określania jednorodności podano w 4.3.1.

Skład chemiczny spektralnych kalibracyjnych próbek metalurgicznych należy określić w oparciu o wielokrotną analizę chemiczną.

4.3. Spektralne kontrolne próbki korekcyjne - /mini-maksi/ - są to próbki stali przygotowane we własnym zakresie, lub pochodzące z zakupu. Ich skład chemiczny winien być tak dobrany, by reprezentowane były górne i dolne granice zawartości oznaczanych pierwiastków. Próbki te służą do kontroli i ewentualnej korekcji położenia wykresów analitycznych, w układzie współrzędnych: zawartość pierwiastka - wielkość pomiarowa, które w czasie wykonywania kolejnych analiz mogą ulec przesunięciu kątowemu względnie liniowemu /albo jedno i drugie/. Próbki korekcyjne muszą być maksymalnie jednorodne zarówno pod względem chemicznym jak i strukturalnym. Przeprowadzenie korekcji przy użyciu próbek niejednorodnych prowadzi do błędów systematycznych, których wielkość zależy od stopnia niejednorodności próbek korekcyjnych.

4.3.1. Sprawdzanie jednorodności kontrolnych próbek korekcyjnych. Ocena jednorodności próbek polega na stwierdzeniu /dla poszczególnych pierwiastków/, czy wyniki analiz uzyskane z dwóch przeciwległych płaszczyzn badanej próbki reprezentują tę samą zbiorowość.

W związku z tym należy stwierdzić, czy:

a/ przycięcia oznaczania pierwiastków na obu analizowanych powierzchniach badanej próbki jest identyczna. Do tego celu stosuje się test "F" Fischera^{1/} równość wariancji dwóch zbiorów/.

b/ średnie z wyników uzyskanych dla poszczególnych pierwiastków z obu przeciwległych płaszczyzn są zgodne. Do tego celu stosuje się jedną z postaci testu Studenta /test różnicy między dwiema średnimi/. Ponadto obliczone dla poszczególnych pierwiastków wariancje i odchylenia standardowe należy ocenić porównując je z wariancją otrzymaną dla danego pierwiastka we wzorcach podstawowych lub z odpowiednimi wartościami dla chemicznych metod rozjemczych. Wszystkie powyższe obliczenia statystyczne należy prowadzić na poziomie istotności $p = 0,05$.

4.3.2. Sposób przeprowadzenia obliczeń i ocena. Podlegające ocenie próbki kontrolne analizuje się na spektrometrze co najmniej pięciokrotnie na obu przeciwległych powierzchniach odległych od siebie nie więcej jak 50 mm. Po każdej analizie powierzchnie należy ponownie przeszlifować.

^{1/} Test ten spotyka się często w literaturze pod nazwą testu Snedecora

a/ średnia arytmetyczna

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

gdzie: x_i = wyniki pojedynczych oznaczeń n = ilość oznaczeńb/ odchylenie standardowe

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

gdzie: $n-1$ = liczba stopni swobody /ilość oznaczeń pomniejszona o jeden/, $x_i - \bar{x}$ = różnice między wynikami pojedynczych oznaczeń a ich wartością średniąc/ Test Fischera "F" /zgodność wariancji/

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

gdzie: S_1^2 i S_2^2 - wariancje wyliczone z wyników oznaczeń wykonanych na obu przeciwnych powierzchniach próbki wzorcowej /kontrolnej/, przy obliczeniu testu mniejszą wartość wariancji podstawia się do mianownika.

Po wyliczeniu wartości F należy wyszukać z tabl. Z 2-1 podanej w załączniku 2 odpowiednią wartość krytyczną $F_{\text{tabl.}}$ odpowiadającą określonym stopniom swobody /dla S_1^2 i S_2^2 /. Jeżeli zachodzi zależność $F_{\text{obl}} \leq F_{\text{tabl.}}$, to z prawdopodobieństwem równym 95 % można przyjąć, że nie ma różnic między wariancjami.

Wzorzec wykazuje więc identyczną jednorodność na obu mierzonych płaszczyznach. Im bardziej precyzyjna będzie metoda badawcza /wielkość odchylenia standardowego/ tym bardziej ostre będą kryteria oceny.

Wskazany jest porównanie wariancji wzorców podstawowych z wariancją SKPM, a w przypadku znacznych odchylen standardowych także z odpowiednimi odchyleniami standardowymi wyznaczonymi dla chemicznych metod rozjemczych.

d/ Test Studenta "t" /zgodność średnich arytmetycznych/

$$t = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{\sqrt{\frac{S_1^2 + S_2^2}{2}}} \cdot \sqrt{n}$$

gdzie: $\bar{x}_1$ = średnia arytmetyczna wyników oznaczeń z jednej powierzchni $\bar{x}_2$ = średnia arytmetyczna wyników oznaczeń z drugiej powierzchni S_1^2 = wariancja z jednej powierzchni S_2^2 = wariancja z drugiej powierzchni n = ilość oznaczeń wykonanych w serii dla jednej powierzchni

Wzór powyższy stosuje się w przypadku równej ilości oznaczeń na obu powierzchniach próbki.

Wyliczoną wartość " $t_{obl.}$ " porównuje się z wartością " $t_{tabl.}$ " z tabl. Z2-2 podanej w załączniku 2.

Jeżeli zachodzi zależność $t_{obl.} \leq t_{tabl.}$, to z prawdopodobieństwem równym 95 % można przyjąć, że nie ma istotnych różnic między średnimi arytmetycznymi, a próbka na odcinku przebadanej długości jest jednorodna.

5. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

Próbkę stali pobiera się za pomocą łyżki metalowej wg BN-77/0602-42 i wlewa do wlewniczki miedzianej.

Zaleca się następujący kształt i wymiary próbki:

- średnica dolnej podstawy 30 - 35 mm
- średnica górnej podstawy 40 - 45 mm
- wysokość 50 - 70 mm

Próbkę przesłaną do laboratorium przecina się na wysokości 20-25 mm od stopy wlewka i dolną część od strony przecięcia po ochłodzeniu szlifuje wstępnie na kamieniu ściernym, a następnie na płótnie ściernym lub kamieniu ściernym o odpowiednim składzie chemicznym, twardości i ziarnistości. Powierzchnia analityczna próbki powinna być równomiernie błyszcząca, a rysy powstałe podczas szlifowania równoległe. Powierzchnie musi być wolna od pęknięć, dziur, rzadzin i wtrąceń niemetalicznych. Szlifowanej powierzchni nie wolno dotykać palcami i nie powinna się ona stykać z innymi przedmiotami mogącymi ją zabrudzić oraz należy chronić ją przed zapyleniem. Próbkę powinno się szlifować bezpośrednio przed analizą. Powierzchnie próbek, wzorców i próbek kontrolnych należy przygotować zawsze w ten sam sposób.

6. WARUNKI ANALIZY

6.1. Charakterystyka wzbudzenia

- źródło promieniowania - lampa rentgenowska o mocy 2 kW, anoda Rh, Cr, Pt, W, Au,
- wysokie napięcie - 50-60 kV
- natężenie prądu anodowego - 30-50 mA

- 6.2. Rodzaj pomiaru:
- | | |
|---|--|
| stały czas | - 20-100 s /wyznaczany doświadczalnie/ |
| stała liczba impulsów | - 10^4 - 10^5 /czas zmienny/ |
| pomiar względny /stosunkowy/ - stała liczba impulsów dla wzorca odniesienia | |

6.3. Linie analityczne: W tabl. Z₁ - 1 podanej w załączniku 1, podano linie analityczne i zalecany rodzaj kryształu do oznaczania objętych normą pierwiastków w podanym zakresie zawartości.

6.4. Dobór warunków analizy. Bardzo ważnym jest optymalne nastawienie spektrometru wielokanałowego, tj. takie, aby każdy monochromator umożliwiał pomiar zawartości pierwiastka w wymaganym zakresie z maksymalnie możliwą precyzją w odpowiednim czasie. Jako optymalny można uważać taki dobór warunków pomiaru, gdy analizowany pierwiastek można oznaczać dla zakresu stężeń 10^{-3} % w czasie krótszym niż 100 s, z precyzją lepszą niż 5 % względnych, natomiast przy zawartościach $> 10^{-1}$ % z precyzją $< 0,5$ % względnych.

Przy dużych zawartościach niektórych pierwiastków oraz w przypadku techniki pomiaru impulsów licznika opartej na "ładowaniu kondensatorów i pomiarze napięcia mV", najczęściej stosuje się odpowiedni dobór pojemności kondensatorów oraz osłabianie natężenia promieniowania /np. filtry, szczeliny itp./, gdy wymagana jest równocześnie wysoka wykrywalność innych pierwiastków o małych stężeniach.

Technika pomiaru impulsów polegająca na ich zliczaniu umożliwia dla tego samego układu pomiarowego rozszerzenie zakresu zawartości niektórych pierwiastków prawie do pięciu rzędów tj. od 0,001 % do 100 %. Ograniczeniem jest tu czas martwy licznika oraz stosowanie samoczynnych układów do wprowadzania korekty lub uwzględniania jej rachunkowo. Liczniki proporcjonalne oraz scyntylicyjne umożliwiają dodatkową selekcję promieniowania pierwiastków tj. rozróżnianie energii fotonów ich promieniowania charakterystycznego. Jest to szczególnie ważne przy nakładaniu się linii wyższych rzędów cięższych pierwiastków na linię analizowanego pierwiastka np. CuK /4-go rzędu/ na linię PK /1-go rzędu/ itp.

Dobór optymalnego czasu analizy zależy od wydajności /czułości/ tj. mV/1 %/s lub imp/1%/s, uzyskiwanej dla monochromatorów pierwiastków o niskich liczbach atomowych /Al, Si, P, S itp./, dlatego przystępując do ustalania warunków analizy należy najpierw określić granice wykrywalności tych pierwiastków i na tej podstawie ustalić czas analizy.

Granica wykrywalności tj. minimalna zawartość % pierwiastka wykrywana w badanym materiale, $G_{\min}^{\%}$ zależy od wydajności - m danego kanału oraz od poziomu tła:

$$G_{\min}^{\%} = \frac{3}{m} \cdot \sqrt{\frac{I_t}{T_t}}$$

gdzie: m - liczba mV lub impulsów przypadająca na 1 % pierwiastka i sekundę,
 I_t - intensywność tła linii analizowanej,
 T_t - czas pomiaru tła.

7. WYKONANIE WYKRESÓW ANALITYCZNYCH

7.1. Podstawowy wykres analityczny. Dla właściwego ustawienia aparatu należy przeanalizować odpowiedni zestaw spektralnych wzorców analitycznych.

W tym celu mierzy się co najmniej trzykrotnie wzorce podstawowe i sporządza wykres analityczny w układzie współrzędnych:

procentowa zawartość pierwiastka

średnie wskazania aparatu /mV/ lub liczba impulsów /N/

Wykres ten należy wykonać przy ustalonych parametrach, które następnie będą obowiązywać w analizie ruchowej. Program aparatu należy tak ustalić, aby wskazania dla maksymalnych wartości pierwiastków odpowiadały ok. 2/3 lub 4/5 wartości skali /mV/ wskazań przyrządu, wyjątek stanowią mogą pierwiastki występujące w bardzo małych stężeniach /P, S i inne/.

7.2. Roboczy wykres analityczny. Ponieważ struktury analizowanych próbek i wzorców podstawowych mogą być różne, jak również ich skład chemiczny nie zawsze jest podobny do składu chemicznego analizowanych w ruchu gatunków stali, dlatego należy przygotować wykres analityczny /roboczy/ z zastosowaniem spektralnych próbek metalurgicznych. W tym celu można zależność pomiędzy wynikami uzyskanymi na spektrometrze i metodami chemicznymi ująć w liniowe równania regresji:

$$y = ax + b$$

w którym: y - zawartość pierwiastka w procentach

a - współczynnik regresji

b - wartość określająca przecięcie osi współrzędnych y przez prostą równania regresji

x - wskazania aparatury w mV lub impulsach /N/

W przypadku wykresów analitycznych nie będących prostymi, można przy odpowiednim kształcie krzywych podzielić je na odcinki dające się sprowadzić do równania liniowego. Przy dostatecznie dużej ilości par wyników, wartości współczynników " a " i " b " w wyżej wymienionym równaniu oblicza się następująco:

$$a = \frac{n \sum_{i=1}^n x_i y_i - \sum_{i=1}^n x_i \sum_{i=1}^n y_i}{n \sum_{i=1}^n x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n x_i \right)^2}$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n y_i - a \sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

gdzie: n - ilość wykonanych oznaczeń

x_i - wyniki odczytane z przyrządu w mV lub impulsach /N/

y_i - wyniki oznaczeń metodą chemiczną

7.3. Korekcja wykresów analitycznych. W czasie pracy urządzenia z różnych przyczyn wykresy analityczne mogą ulec przesunięciu. Dlatego położenie ich należy okresowo sprawdzać i w razie potrzeby przeprowadzać korekcję, czyli sprowadzić je do pierwotnego położenia. Do tego celu służą spektralne kontrolne próbki korekcyjne /pkt. 4.3/. Korekcję należy przeprowadzać:

a/ w czasie normalnej pracy spektrometru co około 8 godz.

b/ jeżeli zachodzi podejrzenie, że wykresy analityczne uległy przesunięciu,

c/ przy wymianie elementów aparatu /również urządzeń zasadniczych/.

Ogólne wskazówki przeprowadzania korekcji.

a/ analizować trzykrotnie próbkę korekcyjną i obliczyć średnie wskazania spektrometru dla każdego kanału na programie przeznaczonym do analizy stali,

b/ wybrać kanał wymagający korekcji,

c/ potencjometrem czułości ustawić wartość wskazań przyrządu na wartości programowej stosując następującą zasadę:

- jeżeli wartość średnia /a/ różni się od programowej o więcej niż dwa odchylenia standardowe należy korygować o pełną różnicę,

- jeżeli wartość średnia /a/ różni się o jeden do dwóch odchylenia standardowych, należy korygować o pół różnicy,

- jeżeli wartość średnia /a/ różni się o mniej niż jedno odchylenie standardowe korekcji nie trzeba wykonywać.

8. WYKONANIE ANALIZY

8.1. Wykonanie oznaczania. Przygotowaną do analizy próbkę stali należy umieścić w kasecie, wprowadzić do spektrometru i wykonać dwukrotną analizę. W przypadku wystąpienia różnic pomiędzy wynikami /mV/ lub /N/ większych od 2 S/S - odchylenie standardowe/ należy pomiar powtórzyć po ponownym przeszlifowaniu próbki.

8.2. Obliczanie wyników. Obliczyć średnią arytmetyczną wskazań przyrządu dla poszczególnych pierwiastków, a następnie z wykresów, z tablic lub równań regresji odczytać względnie obliczyć ich zawartości procentowe w próbkach.

8.3. Różnice między wynikami kolejnych oznaczeń nie powinny przekraczać granic podanych w obowiązujących normach PN dla analizy chemicznej stali.

K O N I E C

załączniki 2

informacje dodatkowe

Linie analityczne, optymalne kryształy i wartości kątów 2θ
oraz zakresy oznaczania pierwiastków w stali

Tablica Z1-1

Pier- wiastek	Linia spektral- na, Å	Kryształ /hkl/	Odstęp międzyplasz- czyznowy	Kąt refleksu	Zakres %
			2d Å	$2\theta^\circ$	
Mn	K α 2,103	LiF /220/ ; /200/	2,848	95,19/62,99	0,01 - 4,0
Si	K α 7,126	PE /002/ ; /SnSb/	8,742	109,18	0,005 - 5,0
P	K α 6,155	Ge /111/ ; /PE/	6,5327	89,49	0,005 - 0,5
S	K α 5,373	NaCl/200/ ; /PE/Ge/	5,6410	144,53	0,005 - 0,2
Cr	K α 2,291	LiF /220/ ; /200/	2,848	107,11/69,37	0,01 - 3,0
Ni	K α 1,659	LiF /200/	4,0267	48,68	0,01 - 1,0
Cu	K α 1,542	LiF /200/	4,0267	45,04	0,01 - 1,0
Mo	K α 0,710	LiF /200/	4,0267	20,34	0,005 - 0,5
W	L α 1,476	LiF /200/	4,0267	43,03	0,01 - 0,5
V	K α 2,505	LiF /200/ ; /220/	4,0267	76,95/123,18/	0,005 - 0,5
Al	K α 8,339	PE /002/ ; /EDDT/	8,742	145,06	0,005 - 0,3
Ti	K α 2,750	LiF /200/	4,0267	86,16	0,005 - 0,5
Nb	K α 0,748	LiF /200/	4,0267	21,40	0,005 - 0,5
Zr	K α 0,788	LiF /200/	4,0267	22,56	0,005 - 0,5
As	^{m/} K β 1,057	LiF /200/	4,0267	30,45	0,005 - 0,1
Sn	L α 3,600	LiF /200/	4,0267	26,82	0,007 - 0,05

^{m/} Linia K β dla arsenu w obecności ołowiu

Wartości granic odchylenia wielkości F Fischera w zależności od liczby stopni swobody $n_1 - 1$ i $n_2 - 1$ oraz poziomu istotności $p = 0,05$

Tablica Z2-1

$n_2 - 1$	$n_1 - 1$												
	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	14	16	20
3	9,28	9,12	9,01	8,94	8,88	8,84	8,81	8,78	8,76	8,74	8,71	8,69	8,66
4	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6,00	5,96	5,93	5,91	5,87	5,84	5,80
5	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,78	4,74	4,70	4,68	4,64	4,60	4,56
6	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10	4,06	4,03	4,00	3,96	3,92	3,87
7	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,63	3,60	3,57	3,52	3,49	3,44
8	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39	3,35	3,31	3,28	3,23	3,20	3,15
9	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18	3,14	3,10	3,07	3,02	2,98	2,93
10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,98	2,94	2,91	2,86	2,82	2,77
11	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90	2,85	2,82	2,79	2,74	2,70	2,65
12	3,49	3,26	3,11	3,00	2,91	2,85	2,80	2,75	2,72	2,69	2,64	2,60	2,54

Wartości zmiennej losowej t Studenta w zależności od liczby stopni swobody $2 / n-1 /$ i poziomu istotności $p=0,05$

Tablica Z2-2

$2 / n-1 /$	8	9	10	11	12	13	14	15	16
$t_{0,05}$	2,306	2,262	2,228	2,201	2,179	2,160	2,145	2,131	2,120
$2 / n-1 /$	17	18	19	20	21	22	23	24	25
$t_{0,05}$	2,110	2,101	2,093	2,086	2,080	2,074	2,069	2,064	2,060

INFORMACJE DODATKOWE do BN-78/0602-45

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

2. Normy związane

PN-71/H-04004	Sprawdzanie składu chemicznego stali i staliwa. Pobieranie i przygotowanie próbek do analizy wytopowej
BN-77/0602-42	Analiza spektralna stali. Pobieranie i przygotowanie próbek spektralnych
BN-77/0602-01	Analiza spektralna surowki stali i surowców hutniczych. Praktyczne wskazówki stosowania analizy rentgenofluorescencyjnej
BN-77/0602-43	Analiza spektralna stali. RENTGENOSPEKTROMETRYCZNA METODA OZNACZANIA NIOBU W STALI NISKOSTOPOWEJ

3. Autorzy projektu normy - Doc. dr Jerzy Jurczyk, doc. dr inż. Zbigniew Ziółowski,
mgr inż. Bolesław Dojka