

# INTERLABORATORIO: PESO DE CAPA DE FOSFATIZADO POR XRF

J. Cogno<sup>(1)</sup>, F. Amelotti<sup>(1)</sup>, G. Abuin<sup>(1)</sup>, S. Amore<sup>(2)</sup>, Á. Castro<sup>(3)</sup>

<sup>(1)</sup> INTI Procesos Superficiales

<sup>(2)</sup> INTI-Química

<sup>(3)</sup> INTI - Servicio Argentino de Interlaboratorios (SAI)

jac@inti.gov.ar

## Introducción

Los ensayos interlaboratorios de aptitud brindan a los participantes la posibilidad de demostrar su competencia técnica, además de revelar posibles fuentes no identificadas de incertidumbre de medición, y en última instancia, demostrar la comparabilidad de resultados de calibraciones y ensayos.

Dos centros de INTI (Procesos Superficiales y Química) son proveedores de servicios de determinación de espesor de capa de fosfatizado aplicado sobre chapas de acero laminadas en caliente (SPH) y en frío (SPC) por el método de fluorescencia de Rayos X (XRF). INTI-Procesos Superficiales además realiza la determinación de espesor de capa por el método gravimétrico (destrutivo) contra el cual puede calibrarse el método XRF.

Una empresa automotriz con filial en Argentina (Toyota) y su principal autopartista (METALSA S.A.) son clientes de INTI para este tipo de servicios. Toyota dispone en su filial argentina de laboratorios de ensayo equipados con XRF, pero realiza la calibración del mismo contra resultados del método gravimétrico provistos por su casa matriz, mientras que METALSA no cuenta con equipos de XRF. Dados los requerimientos de calidad establecidos por Toyota a nivel global para sus filiales y proveedores se identificó la necesidad de realizar este ensayo de aptitud.

## Objetivo

Validar las determinaciones realizadas en dos centros de INTI de espesores de capa de fosfatizado, incluyendo la generación de materiales de referencia por métodos gravimétricos.

## Descripción

Se llevó a cabo la determinación de peso de capa de fosfato de zinc depositado sobre acero SPH y SPC. Las muestras están constituidas por paneles o placas planas de acero provistas por METALSA S.A., con espesores de capa entre 1,5 g/m<sup>2</sup> y 4.0 g/m<sup>2</sup>, y tienen definida una cara A y una cara B. La elección de placas planas en lugar de muestras reales (las que se podrían obtener por recorte de autopartes estructurales) es debida a la necesidad de

mayor homogeneidad para la validación de los resultados del interlaboratorio. El proceso de fosfatizado realizado en estas placas planas es igual al proceso de producción.

INTI no dispone de materiales de referencia para la determinación del peso de capa por XRF, por lo que tiene que autogenerarlos por el método gravimétrico o decapado químico. Las mediciones con XRF se informan por cara, no así las mediciones gravimétricas.

Los 4 paneles de cada "familia de peso de capa" se midieron por XRF antes de realizar el decapado químico, para que INTI-SAI analice los resultados y determine cuáles muestras eran homogéneas y por lo tanto aptas para distribuir entre los participantes.

Se seleccionó el panel más representativo para reservarlo como "Panel de Referencia". Se estandarizaron las posiciones de medición dentro de un panel, ya que suele suceder que los bordes presenten resultados diferentes de la zona central. Para ello se marcaron suavemente con una lapicera los puntos de medición dentro de cada panel.

Se aplicó la siguiente secuencia de medición: INTI recibe de METALSA 10 muestras por cuadruplicado (cada muestra con un espesor de capa diferente debida a distintos tiempos de procesamiento) de dimensión 20 cm x 20 cm. Estas chapas son cortadas en 4 piezas del mismo tamaño (10 cm x 10 cm). INTI utiliza 3 de cada una de esas muestras para el ensayo gravimétrico (destrutivo) y la cuarta muestra para el ensayo por XRF. Estas últimas son enviadas por INTI a Toyota, quien realiza el ensayo por XRF e informa a INTI-SAI. Toyota utiliza sus propios patrones de calibración (no recibe el dato gravimétrico obtenido por INTI). Las muestras vuelven a INTI, donde se repite el ensayo de XRF, para obtener los valores de cierre de la comparación.

Las mediciones XRF de INTI-Procesos Superficiales se realizan en un equipo Thermo Scientific - ARL Quant'x (20 kV, 60 s, colimador 8 mm); y las de INTI-Química en un equipo Phillips - PW 2400 (24 kV, 90 s, colimador 0.55 mm, sistema de giro de muestra).

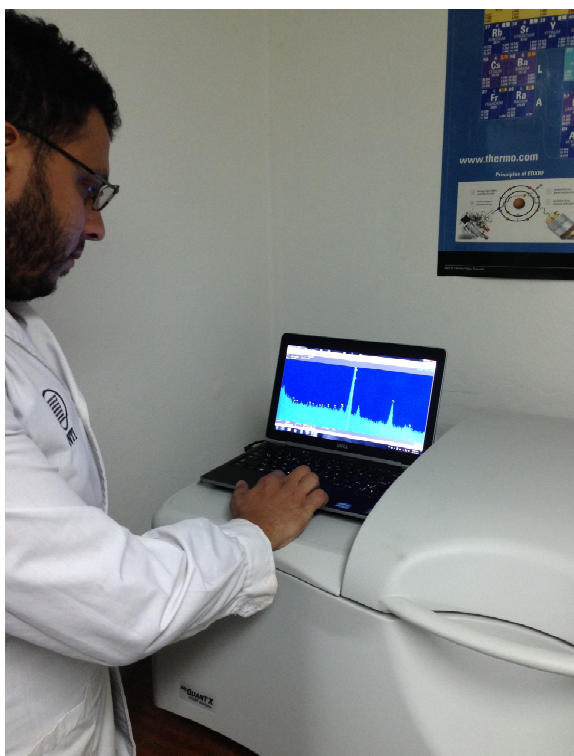


Figura 1: Equipo de medición XRF de INTI-Procesos Superficiales.

## Resultados

El análisis ANOVA de las mediciones XRF realizadas sobre el conjunto de muestras preparadas en METALSA revela que su homogeneidad está limitada por la variabilidad entre promedios de caras anverso-reverso. Este efecto es imposible de aislar cuando INTI utiliza el método gravimétrico para obtener la curva de calibración, dado que el decapado actúa sobre ambas caras. En la figura 2 se muestra la desviación standard de los promedios del conjunto de muestras preparadas en METALSA en función del tiempo de exposición en fosfatizado.

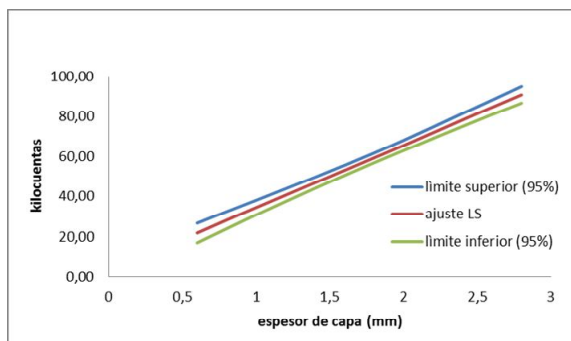


Figura 2: Desviación estándar de las mediciones RXF de las muestras, en función del tiempo de fosfatizado.

En la figura 3 se grafica la recta de ajuste LS obtenida en INTI a partir de sus propios patrones gravimétricos, junto con sus curvas (hipérbolas) de límites superiores e inferiores para un

intervalo de confianza de 95%. El coeficiente de correlación obtenido es 0,991.

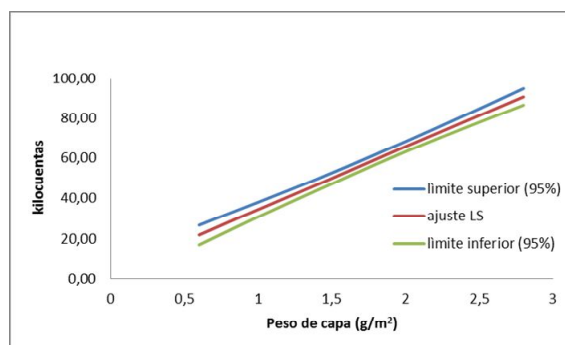


Figura 3: Curva de calibración realizada en base a los resultados obtenidos.

Utilizando esa curva de calibración los resultados (espesor de capa) obtenidos por ambos centros de INTI concuerdan con los de Toyota (obtenidos según su calibración proveniente de su casa matriz) dentro de los niveles de incertidumbre declarados (0,1 g/m<sup>2</sup> y 0,2 g/m<sup>2</sup> para intervalo de confianza de 95% para INTI y para Toyota, respectivamente), ya que resultó ser  $|E_n| < 1$  para todas las muestras ensayadas [2].

## Conclusiones

El grado de acuerdo de los resultados del interlaboratorio realizado permite validar el proceso de medición (espesor de capa de fosfatizado por XRF) llevado a cabo en INTI-Procesos Superficiales e INTI-Química. En el caso del centro INTI-Procesos Superficiales este proceso de medición incluye la generación de patrones de calibración por métodos gravimétricos. Este proceso de medición validado será incorporado en la oferta tecnológica del Instituto y en el sistema de gestión de la calidad del centro INTI-Procesos Superficiales.

## Bibliografía

- [1] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (JCGM 100:2008)
- [2] Informe INTI-SAI PRO-23/2016.