

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 913029 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **913029**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification (IPC⁶)
G01N 23/223
G01N 33/20
G01T 1/29

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **20.06.1991**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **20.06.1991**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **07.01.1992**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

06.07.1990 DE 4021617

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Eberline Instruments GmbH, Frauenauracher Strasse 96 91056 Erlangen, Germany, SAKSA, (DE)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Vogler, Friedrich, Germany, SAKSA, (DE)

2 •Ortner, Hanns-Werner, Germany, SAKSA, (DE)

3 •Mayerhofer, Matthias, Germany, SAKSA, (DE)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Leitzinger Oy, High Tech Center, Tammasaarenkatu 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Menetelmä rautapitoisuuden mittaamiseksi sinkkikerroksissa

Förfarande för mätning av järnhalten i zinkskikt

Laite sinkkipinnoitteiden rautapitoisuuden mittaamiseen. - Anordning för mätning av järnhalten i zinkskikt.

Keksintö koskee laitetta, jolla mitataan sinkityn teräksen sinkkipinnoitteen rautapitoisuutta ja/tai paksuutta röntgensäteilijän ja säteilyn ilmaisimen avulla. Teräksen tuotannossa päällystetään nauhamainen teräs korroosiovastuksen parantamiseksi sinkillä. Päällystäminen tapahtuu esimerkiksi niin sanotussa galvannealing-prosessissa eli sinkitty teräs jälkikäteen noin 500-600 °C:een kuumentamalla. Tämän galvannealingin johdosta terästä sekoittuu sinkkikerrokseen, niin että teräs ja sinkki muodostavat keskenään sidoksia. Nämä metallien väliset sidokset ovat erittäin tärkeitä päällystetyn teräksen edelleen työstettävyyden ja sinkkipinnoitteen tarttuvuuden kannalta. Valmistuksen aikana on erityisesti säädettävä ahtaissa rajoissa sinkkipinnoitteen rautaosuutta, jota varten on tunnettava tarkasti sinkkipinnoitteen rautapitoisuuden kulloisetkin prosenttiarvot. Prosenttiosuuden määrittämiseksi tai mittaamiseksi kuvaa Kawasaki Seitetsu Giho 28.1. -88 artikkelissa "Continuous Measurement of Fe Content in Galvannealed Coating" menetelmää Fe/Zn-kristallisaatioiden kideopillisten hilavakioiden mittaamiseen Braggin menetelmällä. Tämä menetelmä sopii kuitenkin ainoastaan laboratorio-olosuhteisiin, koska se vaatii erittäin paljon laitteita, mittausajat ovat suhteelliset pitkät eli yli 20 sekuntia ja koska mitattavan aineen siirtyminen johtaa vääriin mittauksiloksiin.

Lisäksi tunnetaan menetelmä, jossa tapahtuu materiaalin säteilemään aktivoiminen röntgensäteilijällä siten, että suhteellisuuslaskin voi laskea sinkki- ja rautaosuudet energiavalinnalla. Tätä menetelmää kuvaa Schikawa Works Nisshin Steel Co. Ltd, Japani, artikkelissa "Measuring the Degree of Alloying of Galvannealed Steel Sheets by X-Ray Diffraction Technique and Its Fractical Use". Tämän menetelmän mukaan suhteellisuuslaskin (ilmaisin) laitetaan mittauksen aikana eri asentoihin mitattavan aineen pintaan nähden, niin että mittauksilokista saadaan kiderakenne. Tällöin esiintyy huomattavia stabiilettiongelmia, niin että pelkästään mitattavan aineen liike tukipinnalla voi johtaa mittausvirheisiin. Myös tämä menetelmä

sopii sen vuoksi ainoastaan laboratorioon.

Mitään tähän asti tunnetuista sinkittyjen terästen sinkkipinnoitteen rautapitoisuuden mittaamenetelmistä ei voida käyttää tuotannon aikana todellisten arvojen selville saamiseen, jolloin prosessia voitaisiin ohjata vastaavasti.

Keksinnön tehtävänä on sen vuoksi luoda sinkittyjen terästen sinkkipinnoitteen rautapitoisuuden ja/tai paksuuden mittaamenetelmä, jonka avulla saadaan selville pinnoituksen todelliset mittausravot tuotannon aikana.

Tehtävä ratkaistaan keksinnössä siten, että laitteessa on mittauspää, johon on sijoitettu - mitattavan aineen pintaan nähden - 60-120 °:n kulmaan suurjänniteröntgensäteilijä ja vähintään kaksi selektiivisellä herkkyydellä varustettua ilmaisinta, joista toinen on korkeintaan 30 °:n kulmassa ja toinen 60-120 °:n kulmassa.

Tämä mittaustilaite mahdollistaa, niin sanotussa online-käytössä, mittausten suorittamisen heti sinkkipinnoitteen levittämisen jälkeen siten, että sinkkipinnoitteen rautapitoisuus saadaan selville. Samalla voidaan mitata ja näyttää myös sinkkipinnoitteen paksuus.

Piirustuksissa on esitetty kaavamaisesti keksinnön mukaisen laitteen yksi suoritusmuoto, ja

kuvio 1 esittää laitteen poikkileikkauksen,

kuvio 2 esittää ionointikammion käsittävän ilmaisimen ja sen absorbtiosuodattimen poikkileikkauksen,

kuvio 3 esittää puolijohdediodin käsittävän ilmaisimen ja sen absorbtiosuodattimen poikkileikkauksen,

kuvio 4 esittää puolijohdediodin käsittävän ilmaisimen ja sen pulssierottimen.

Numerolla 1 merkitty mittauspää käsittää suurjänniteröntgensäteilijän 2 sekä ainakin kaksi ilmaisinta 3 ja 4. Kolmas ilmaisim 5 asennetaan, jos tietyt tuotannolliset edellytykset tai työnnkulut, kuten jäljempänä kuvataan, sitä vaativat.

Röntgensäteilijä 2 on kiinnitetty kulmaan Γ mitattavan aineen 6 (sinkitty teräs) pintaan nähden, kun taas ilmaisimet 3 ja 5 ovat kulmassa α ja ilmaisim 4 kulmassa β samaan pintaan

nähdessä. Kulma Γ on 60° :n ja 120° :n välillä, α on korkeintaan 30° ja kulma β samoin 60° - 120° .

Ilmaisimet 3, 4 ja 5 ovat herkkyydeltään selektiivisiä, mikä merkitsee sitä, että niiden avulla voidaan (valikoiden) muuntaa sähköiseksi signaaliksi ja tehdä näin mitattavaksi tietynlaisen ionisoivan säteilyn voimakkuus.

Ilmaisimet 3, 4 ja 5 ilmaisevat sinkin ja raudan ominaisuuksia K-kirjoviivat, jolloin herkkyyden selektiivisyyden saavuttamiseen käytetään joko vastaavia absorptiosuodattimia tai pulssien erottamista. Ilmaisimien vaihtoehtoisia rakenteita valaistaan kuvioissa 2, 3 ja 4.

Kuviossa 2 kaavamaisesti esitetty ilmaisin koostuu jalo-kaasulla täytetystä metallikotelosta 7, jota nimitetään ionointikammiksi 18. Kotelossa 7 on sisääntuloikkuna 8, joka on esimerkiksi muovikalvoa. Kotelon 7 sisällä on - siitä eristettynä - yksi tai useampia metallielektrodeja 9. Niiden ja kotelon 7 välillä on käytön aikana suurjännite.

Kun ikkunasta 8 tulee ionisoivaa säteilyä koteloon 7, se aiheuttaa, varauksen kuljettajien suurjännitteisessä sähkökentässä kulkeutumisen johdosta, elektrodeille 9 mitattavissa olevan sähkövirran, joka voidaan mitata herkällä ampeerimittarilla 11. Tämä sähkövirta heijastaa säteilyn voimakkuutta. Ilmaisimen selektiivinen herkkyys saadaan aikaan laittamalla sisääntuloikkunan 8 eteen absorptiosuodattimena toimiva vastaava metallikalvo 10.

Tällaiset suodattimet ovat esimerkiksi kuparia, rautaa tai muita sopivia metalleja.

Kuviossa 3 on esitetty kaavamaisesti puolijohdediodi-ilmaisin p- ja n-johtavine alueineen 13 ja 14, joiden selektiivinen herkkyys saadaan aikaan laittamalla metallikalvo 10 diodin eteen. Kuvion 2 esittämien ionointikammio-ilmaisinten tapaan myös puolijohdediodi-ilmaisimilla muodostetaan suurjännitteen avulla diodien estosuuntaan suuri alue 12, jossa on vähän varauksen kantajia ja jonne tuotetaan ionisoivalla säteilyllä mitattavissa oleva sähkövirta, joka voidaan mitata herkällä ampeerimittarilla 11, jolloin muodostuu varauksen

kantajapareja. Tämä virta heijastaa taas säteilyn voimakkuutta.

Kuviossa 4 on esitetty puolijohdeilmaisimien, jonka sisäinen rakenne vastaa kuvion 3 ilmaisinta. Liittämällä ilmaisimeen erittäin herkkä vahvistin 15 tuotetaan elektronisesti hyvin käsiteltävissä olevia impulsseja, joiden amplitudi heijastaa yksittäisten valokvanttien (ionisoivan säteilyn) energiaa. Ilmaisimen selektiivinen herkkyys saadaan aikaan pulssiamplytudin elektronisella erottelulla yksikanavaisessa erottimessa 16.

Vaikutustapa on seuraava:

Mitattava aine 6 eli sinkitty teräs säteilytetään röntgenputkista 2 tulevilla röntgensäteillä ja näin pannaan alkuun röntgen-fluoresenssikirjoviivojen säteily. Tällöin on kyseessä sinkin ja raudan niin sanottu ominais-K-säteily. Nämä fluoresenssisäteilyt ilmaistaan ilmaisimilla 3 ja 4 sekä mahdollisesti 5, jotka on sijoitettu mainittuihin kulmiin α , β ja Γ . Ilmaisimien 3, 5, jonka eteen on sijoitettu absorptiosuodattimiksi esimerkiksi kuparinen metallikalvo 10, on asennettu pienen, korkeintaan 30 ' kulmaan α mitattavaan aineeseen 6 nähden. Mitattavassa aineessa 6 alulle pannun sinkkisäteilyn on sen vuoksi kuljettava pitkä matka, ja se heikkenee jo itse mitattavassa aineessa 6 lähes sinkkipinnoitteen paksuudesta riippumattomasti. Tämä johtaa siihen, että tämä ilmaisimien 3, 5 rekisteröi suunnilleen vain pinnoitteen rautapitoisuuden. Toinen ilmaisimien 4 on sijoitettu 60-120 ' kulmaan β mitattavaan aineeseen 6 nähden, jotta havainnoitavaksi saadaan mahdollisimman suuri tunkeutumissyvyys. Tämän ilmaisimen 4 edessä on absorptiosuodattimena esimerkiksi rautainen metallikalvo 10, niin että se on varustettu rautasäteilyn ilmaisemiseen. Ionisoivan säteilyn voimakkuuden heikentyminen pinnoitteen läpimitalla mitataan tällä ilmaisimella 4, ja tulokseksi saadaan likimain pinnoitteen sinkin pintamitat.

Sinkin pintamittojen ja pinnoitteen prosentuaalisen rautapitoisuuden mittaussarvojen tarkkaan määrittämiseksi yllä mainittujen ilmaisinten 3 ja 4 signaaleja käsitellään mate-

maattisella algoritmilla, jossa raudan prosentuaalinen osuus sinkkipinnoitteessa on riippuvainen pintamittojen suhteesta rautapitoisuuteen. Signaalit käsitellään, näytetään ja/tai rekisteröidään yleisesti tunnetuissa tietokoneissa 17 ja niitä käytetään valmistusprosessin ohjaamiseen.

Jos työn kulun aikana esiintyy tiettyjen tuotannollisten olosuhteiden aiheuttamia mitattavan aineen 6 kallistumia tai värinöitä, niin että on pelättävissä, että ne saavat aikaan epätarkkuuksia mittauksiin, nämä epätarkkuudet voidaan eliminoida käyttämällä kolmatta ilmaisinta 5. Se on sijoitettava symmetrisesti ilmaisimen 3 kanssa eli samaan kulmaan α mitattavaan aineeseen 6 nähden, niin että kun mitattava aine 6 esi-merkiksi kallistuu vastapäivään ja ilmaisim 3 ilmoittaa vähäisen mittausarvon, ilmaisimen 5 ilmoittama suurempi arvo poistaa sen.

Patenttivaatimukset:

1. Sinkityn teräksen sinkkipinnoitteen rautapitoisuuden ja/tai paksuuden mittaamiseen tarkoitettu laite, joka koostuu röntgensäteilijästä ja säteilyn ilmaisimesta, t u n n e t t u siitä, että laitteessa on mittauspää (1), johon on sijoitettu mitattavan aineen pintaan nähden $60-120^\circ$:n kulmaan (Γ) suurjänniteröntgensäteilijä (2) ja vähintään kaksi selektiivisellä herkkyydellä varustettua ilmaisinta (3, 4), joista toinen (3) on korkeintaan 30° :n kulmassa (α) ja toinen (4) $60-120^\circ$:n kulmassa (β) mitattavaan aineeseen (6) nähden.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että mittauspää (1) käsittää suurjänniteröntgensäteilijän (2) sekä kolme ilmaisinta (3, 4 ja 5), joista ilmaisimet (3 ja 5) on sijoitettu samaan kulmaan (α) mitattavan aineen (6) pintaan nähden.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että ilmaisinten (3, 4, 5) herkkyys on absorptiosuodattimeksi laitetun metallikalvon (10) ansiosta selektiivistä.

4. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että ilmaisimet (3, 4, 5) muodostuvat puolijohdediodi-ilmaisimista ja on kytketty herkkään vahvistimeen (15), jolloin vahvistimen impulssit voidaan ilmaisinten (3, 4, 5) selektiivisen herkkyyden aikaansaamiseksi valita elektronisesti yksikanavaisessa erottimessa (16).

5. Yhden tai useamman patenttivaatimuksista 1-4 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että ilmaisinten (3, 4, 5) signaalit johdetaan mittaustulosten esittämiseksi ja/tai näkyville saattamiseksi sinänsä tunnetulle elektroniselle tietokoneelle.

6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että valmistusprosessia ohjataan sinänsä tunnetulla tavalla mittaustuloksien avulla.

Patentkrav

1. Anordning för mätning av järnhalten i zinkskikt och/eller av zinkskiktets tjocklek i förzinkat stål, bestående av röntgenstrålningskälla och strålningsdetektor, k ä n n e t e c k n a d därav, att anordningen har ett mät huvud (1), i vilket anordnats en högspänningsröntgenstrålningskälla (2) i en vinkel (γ) av $60-120^\circ$ till ytan av materialet som skall mätas och minst två detektorer (3, 4) med selektiv känslighet, av vilka den ena (3) ligger i en vinkel (α) av högst 30° och den andra (4) i en vinkel (β) av $60-120^\circ$ till materialet (6) som skall mätas.

2. Anordning enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a d därav, att mät huvudet (1) omfattar en högspänningsröntgenstrålningskälla (2) samt tre detektorer (3, 4 och 5), av vilka detektorerna (3 och 5) anordnats i samma vinkel (α) till ytan av materialet som skall mätas.

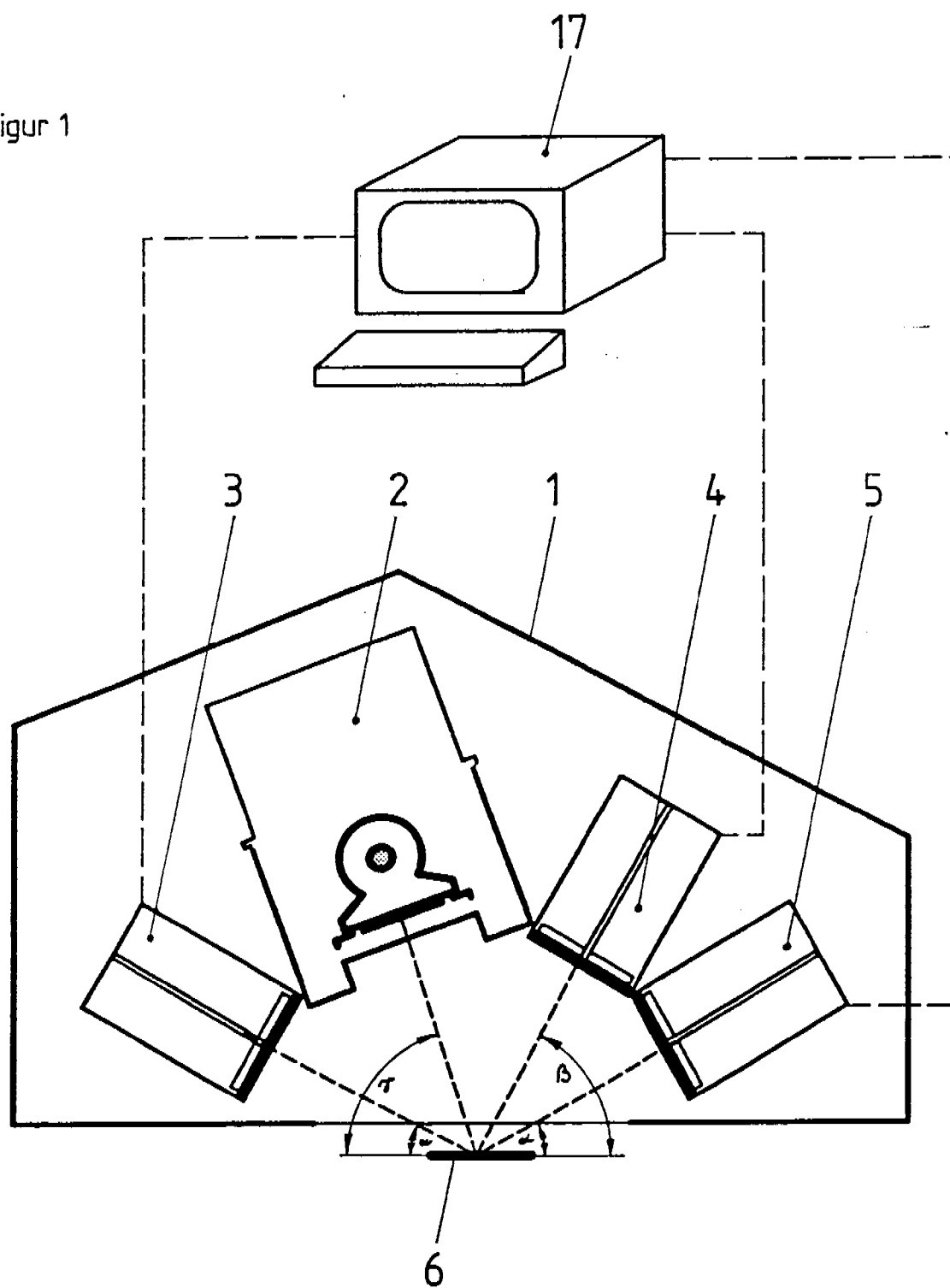
3. Anordning enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a d därav, att detektorernas (3, 4, 5) känslighet genom en som absorptionsfilter anbringad metallfolie (10) är selektiv.

4. Anordning enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a d därav, att detektorerna (3, 4, 5) utgörs av halvledardioddetektorer och kopplats till en känslig förstärkare (15), varvid förstärkarimpulserna i en enkanalsdiskriminator (16) kan väljas elektroniskt för att erhålla den selektiva känsligheten hos detektorerna (3, 4, 5).

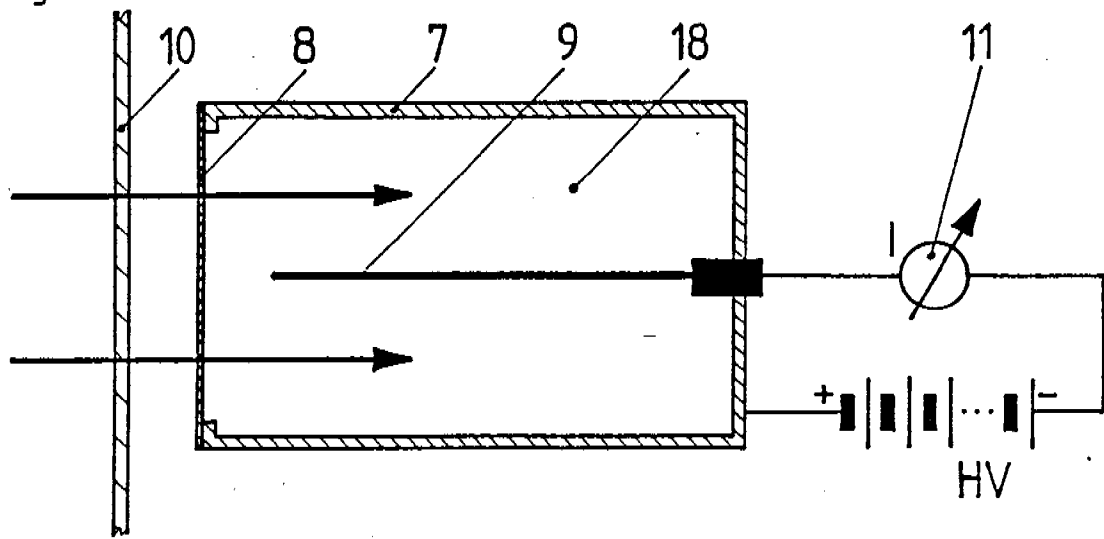
5. Anordning enligt ett eller flera av patentkraven 1-4, k ä n n e t e c k n a d därav, att detektorernas (3, 4, 5) signaler ledes till en i och för sig känd elektronisk dator för att presentera och/eller uppvisa mätresultaten.

6. Anordning enligt patentkravet 5, k ä n n e t e c k n a d därav, att framställningsprocessen på i och för sig känt sätt styres med hjälp av mätresultaten.

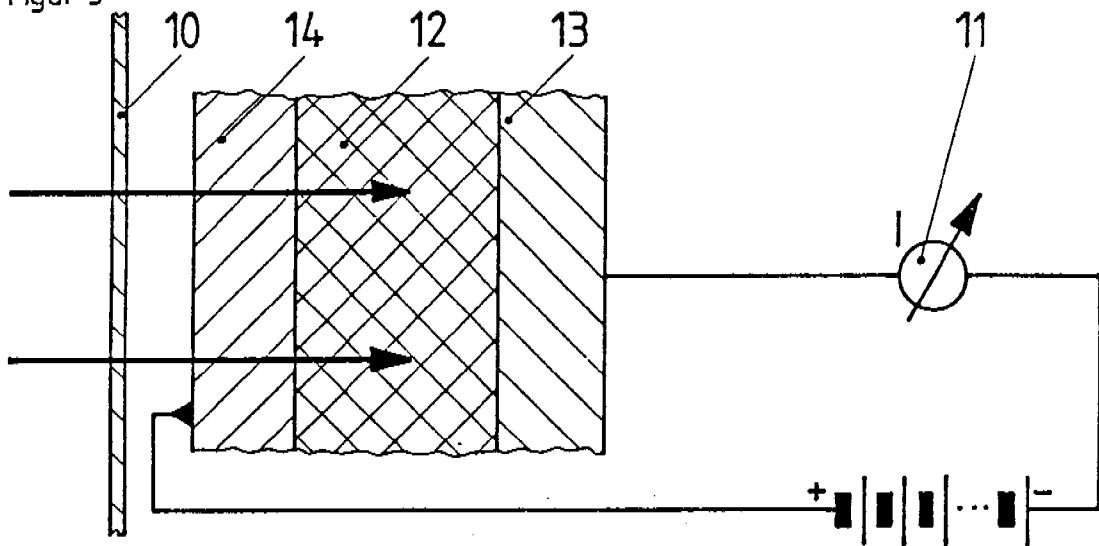
Figur 1



Figur 2



Figur 3



Figur 4

