



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТАЛЬ

МЕТОД РЕНТГЕНОФЛЮОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 28033—89

Издание официальное



51-95
34

БЗ 1—89/94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

СТАЛЬ

Метод рентгенофлуоресцентного анализа

Steel. Method of X-ray-fluorescent analysis

ГОСТ

28033—89

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.01.1990
до 01.01.2000

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает рентгенофлуоресцентный метод определения элементов в стали, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый элемент	Массовая доля, %
Сера	От 0,002 до 0,20
Фосфор	» 0,002 » 0,20
Кремний	» 0,05 » 5,0
Марганец	» 0,05 » 20,0
Хром	» 0,05 » 35,0
Никель	» 0,05 » 45,0
Кобальт	» 0,05 » 20,0
Медь	» 0,01 » 5,0
Молибден	» 0,05 » 10,0
Вольфрам	» 0,05 » 20,0
Ванадий	» 0,01 » 5,0
Титан	» 0,01 » 5,0
Ниобий	» 0,01 » 2,0

Метод основан на зависимости интенсивности характеристических линий флуоресценции элемента от его массовой доли в пробе. Возбуждаемое первичным рентгеновским излучением характеристическое излучение элементов в пробе разлагается в спектр с последующим измерением аналитических сигналов и определением массовой доли элементов с помощью градуировочных характеристик.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена



© Издательство стандартов, 1989

1. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Сканирующие и многоканальные спектрометры.

Абразивно-отрезной станок типа 8В240.

Точильно-шлифовальный станок (обдирочно-наждачный) типа ЗБ634.

Плоскошлифовальный станок модели ЗЕ711В.

Токарно-винторезный станок модели 16П16.

Отрезные диски по ГОСТ 21963.

Электрокорундовые абразивные круги с керамической связкой зернистостью 50, твердостью Ст2 по ГОСТ 2424.

Шкурка шлифовальная на бумажной основе, тип 2, марок БШ-140(П6), БШ200(П7), БШ-240(П8) из нормального электрокорунда зернистостью от 50 до 12 по ГОСТ 6456.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Аргон-метановая смесь для спектрометров, использующих проточно-пропорциональные счетчики.

Допускается применение других типов аппаратуры и материалов, обеспечивающих точность анализа, предусмотренную настоящим стандартом.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 7565.

2.2. Поверхность пробы, предназначенную для облучения, зачищают на плоскость и, при необходимости, протирают спиртом.

2.3. Проба должна полностью перекрывать отверстие приемника пробы (кассеты, камеры). Если анализируемая проба не перекрывает отверстие, применяют приспособления в виде металлических диафрагм, ограничивающих поверхность облучения.

2.4. Подготовку спектрометра к выполнению измерений проводят согласно описанию по обслуживанию и эксплуатации. Условия анализа и спектральные линии приведены в приложении.

2.5. Градуировку рентгеновского спектрометра осуществляют с помощью стандартных образцов (СО), аттестованных в соответствии с ГОСТ 8.315 или однородных проб, проанализированных стандартизованными или аттестованными методиками анализа.

2.6. При первичной градуировке выполняют не менее пяти серий измерений в разные дни работы рентгеновского спектрометра. В серии для каждого СО проводят по две пары параллельных (выполняемых одно за другим на одной поверхности без выведения образца из-под облучения) измерений. Порядок пар параллельных измерений для всех СО в серии рандомизируют.

Вычисляют среднее арифметическое значение аналитических сигналов для пяти серий измерений для каждого СО.

Градуировочные характеристики выражают в виде уравнений связи, графика или таблицы.

Градуировочные характеристики устанавливают с учетом влияния химического состава и физико-химических свойств СО и анализируемых проб.

Для установок, сопряженных с ЭВМ, процедура градуировки определяется программным обеспечением спектрометра. При этом точность результатов анализа должна удовлетворять требованиям настоящего стандарта.

2.7. При повторной градуировке допускается сокращение числа серий до двух

2.8. В случае оперативной градуировки (получение градуировочных характеристик с каждой партией анализируемых проб) проводят не менее двух параллельных измерений для каждого СО

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Выполняют два параллельных измерения значений аналитического сигнала для каждого контролируемого элемента анализируемой пробы в условиях, принятых при градуировке.

3.2. Если расхождения значений аналитического сигнала, выраженные в единицах массовой доли, не более $d_{сх}$ (табл. 2), вычисляют среднее арифметическое.

Таблица 2

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Предел возможных значений погрешности результата анализа $d_{\text{п}}$, %	Допускаемое расхождение двух параллельных измерений $d_{\text{сх}}$, %	Допускаемое расхождение результатов первичного и повторного анализа $d_{\text{в}}$, %	Допускаемое расхождение результатов спектрального и химического анализа $d_{\text{л}}$, %
Сера	От 0,002 до 0,005	0,002	0,002	0,003	0,003
	Св. 0,005 > 0,01	0,003	0,003	0,004	0,004
	> 0,01 > 0,02	0,004	0,004	0,005	0,005
	> 0,02 > 0,05	0,006	0,005	0,008	0,007
	> 0,05 > 0,10	0,010	0,008	0,013	0,010
	> 0,10 > 0,20	0,016	0,013	0,020	0,016
Фосфор	От 0,002 до 0,005	0,002	0,002	0,003	0,003
	Св. 0,005 > 0,01	0,003	0,003	0,004	0,004
	> 0,01 > 0,02	0,004	0,004	0,005	0,005
	> 0,02 > 0,05	0,006	0,005	0,008	0,007
	> 0,05 > 0,10	0,008	0,007	0,010	0,009
	> 0,10 > 0,20	0,013	0,011	0,016	0,013

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Предел возможных значений погрешности результата анализа Δ , %	Допускаемое расхождение двух параллельных измерений $\sigma_{ср}$, %	Допускаемое расхождение результатов первичного и повторного анализа $\sigma_{в}$, %	Допускаемое расхождение результатов спектрального и химического анализа $\sigma_{п}$, %
Кремний	От 0,05 до 0,10	0,015	0,013	0,020	0,016
	Св. 0,10 » 0,20	0,020	0,017	0,025	0,022
	» 0,20 » 0,5	0,03	0,03	0,04	0,03
	» 0,5 » 1,0	0,05	0,04	0,06	0,05
	» 1,0 » 2,0	0,08	0,07	0,10	0,08
	» 2,0 » 5,0	0,13	0,10	0,16	0,13
Марганец	От 0,05 до 0,10	0,008	0,007	0,010	0,010
	Св. 0,10 » 0,20	0,013	0,011	0,016	0,016
	» 0,20 » 0,5	0,020	0,017	0,025	0,024
	» 0,5 » 1,0	0,04	0,03	0,05	0,04
	» 1,0 » 2,0	0,06	0,05	0,07	0,06
	» 2,0 » 5,0	0,08	0,07	0,10	0,09
Хром	От 0,05 до 0,10	0,010	0,008	0,013	0,011
	Св. 0,10 » 0,20	0,020	0,017	0,025	0,020
	» 0,20 » 0,5	0,03	0,025	0,04	0,03
	» 0,5 » 1,0	0,04	0,03	0,05	0,04
	» 1,0 » 2,0	0,05	0,04	0,06	0,05
	» 2,0 » 5,0	0,08	0,07	0,10	0,09
Никель	От 0,05 до 0,10	0,016	0,013	0,020	0,016
	Св. 0,10 » 0,20	0,024	0,017	0,03	0,024
	» 0,20 » 0,5	0,04	0,03	0,05	0,04
	» 0,5 » 1,0	0,03	0,04	0,08	0,06
	» 1,0 » 2,0	0,08	0,05	0,10	0,08
	» 2,0 » 5,0	0,10	0,07	0,13	0,11
Кобальт	От 0,05 до 0,10	0,013	0,11	0,016	0,014
	Св. 0,10 » 0,20	0,020	0,017	0,025	0,023
	» 0,20 » 0,5	0,03	0,025	0,04	0,04
	» 0,5 » 1,0	0,04	0,03	0,05	0,05
	» 1,0 » 2,0	0,06	0,05	0,08	0,07
	» 2,0 » 5,0	0,10	0,08	0,13	0,12
Медь	От 0,01 до 0,02	0,007	0,006	0,009	0,007
	Св. 0,02 » 0,05	0,010	0,008	0,013	0,010
	» 0,05 » 0,10	0,016	0,013	0,020	0,016
	» 0,10 » 0,20	0,024	0,017	0,03	0,03
	» 0,20 » 0,5	0,04	0,03	0,05	0,04
	» 0,5 » 1,0	0,06	0,04	0,08	0,07
» 1,0 » 2,0	0,08	0,07	0,10	0,09	
» 2,0 » 5,0	0,10	0,08	0,13	0,12	

Продолжение табл. 2

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Предел возможной максимальной погрешности результата анализа $d_{\text{в}}$, %	Допускаемое расхождение двух параллельных измерений $d_{\text{сх}}$, %	Допускаемое расхождение результатов первичного и повторного анализа $d_{\text{п}}$, %	Допускаемое расхождение результатов спектрального химического анализа $d_{\text{п}}$, %
Молибден	От 0,05 до 0,10	0,020	0,017	0,025	0,019
	Св. 0,10 » 0,20	0,03	0,025	0,04	0,03
	» 0,20 » 0,5	0,04	0,03	0,05	0,04
	» 0,5 » 1,0	0,06	0,04	0,08	0,06
	» 1,0 » 2,0	0,08	0,06	0,10	0,08
	» 2,0 » 5,0	0,10	0,08	0,13	0,11
	» 5,0 » 10,0	0,16	0,16	0,20	0,17
Вольфрам	От 0,05 до 0,10	0,013	0,011	0,016	0,017
	Св. 0,10 » 0,20	0,020	0,017	0,025	0,025
	» 0,20 » 0,5	0,04	0,03	0,05	0,05
	» 0,5 » 1,0	0,06	0,05	0,08	0,07
	» 1,0 » 2,0	0,10	0,08	0,13	0,11
	» 2,0 » 5,0	0,16	0,13	0,20	0,17
	» 5,0 » 10,0	0,28	0,17	0,35	0,28
» 10,0 » 20,0	0,35	0,25	0,45	0,36	
Ванадий	От 0,01 до 0,02	0,008	0,007	0,010	0,008
	Св. 0,02 » 0,05	0,010	0,008	0,013	0,010
	» 0,05 » 0,10	0,020	0,017	0,025	0,020
	» 0,10 » 0,20	0,03	0,025	0,04	0,03
	» 0,20 » 0,5	0,04	0,03	0,05	0,04
	» 0,5 » 1,0	0,06	0,05	0,08	0,07
	» 1,0 » 2,0	0,10	0,08	0,13	0,10
» 2,0 » 5,0	0,16	0,13	0,20	0,16	
Титан	От 0,01 до 0,02	0,008	0,007	0,010	0,008
	Св. 0,02 » 0,05	0,010	0,008	0,013	0,010
	» 0,05 » 0,10	0,020	0,017	0,025	0,020
	» 0,10 » 0,20	0,03	0,025	0,04	0,03
	» 0,20 » 0,5	0,04	0,03	0,05	0,04
	» 0,5 » 1,0	0,06	0,04	0,08	0,07
	» 1,0 » 2,0	0,08	0,06	0,10	0,09
» 2,0 » 5,0	0,13	0,08	0,16	0,13	
Никобий	От 0,01 до 0,02	0,007	0,006	0,009	0,007
	Св. 0,02 » 0,05	0,012	0,010	0,015	0,012
	» 0,05 » 0,10	0,020	0,017	0,025	0,020
	» 0,10 » 0,20	0,03	0,025	0,04	0,03
	» 0,20 » 0,5	0,05	0,04	0,06	0,05
	» 0,5 » 1,0	0,08	0,06	0,10	0,08
	» 1,0 » 2,0	0,12	0,08	0,15	0,12

Допускается выразить значение аналитического сигнала и расхождений параллельных измерений в единицах шкалы отсчетно-регистрирующего прибора рентгеновского спектрометра. При этом $d_{\text{сх}}$ выражают в единицах шкалы отсчетно-регистрирующего прибора с помощью градуировочных характеристик.

В случае превышения допускаемых расхождений параллельных измерений анализ повторяют.

3.3. Допускается выполнять одно измерение. В этом случае для контроля сходимости проводят два параллельных измерения для одной из проб анализируемой партии. Расхождения параллельных измерений не должны превышать $d_{сх}$. Допускается проводить контроль сходимости с помощью СО.

3.4. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений или результат одного измерения, удовлетворяющих требованиям пп. 3.2, 3.3.

4. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики

4.1.1. Контроль стабильности градуировочных характеристик для верхнего и нижнего пределов диапазона измерений осуществляют не реже одного раза в смену с помощью СО или однородных проб.

Допускается выполнять контроль только для верхней границы или середины диапазона измерений.

Для СО (пробы) выполняют два параллельных измерения аналитического сигнала. Значения аналитического сигнала N выражают в единицах массовой доли или шкалы отсчетно-регистрирующего прибора рентгеновского спектрометра.

4.1.2. Если расхождение значений аналитического сигнала для параллельных измерений не превышает $d_{сх}$, вычисляют среднее арифметическое значение \bar{N} и разность $\Delta N = N_0 - \bar{N}$, где N_0 — значение аналитического сигнала для СО (пробы), полученное способом, указанным в п. 2.6, с использованием установленных градуировочных характеристик.

Если расхождение параллельных измерений превышает $d_{сх}$, измерения повторяют.

Если при повторном измерении расхождение превышает допускаемое, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших превышение $d_{сх}$.

Если ΔN превышает допускаемое значение $0,5 d_b$ (табл. 2), повторно проводят измерения в соответствии с п. 4.1.1.

Значения $d_{сх}$ и d_b выражают в единицах массовой доли или шкалы отсчетно-регистрирующего прибора рентгеновского спектрометра.

4.1.3. Если при повторных измерениях ΔN превышает допускаемое значение, осуществляют восстановление градуировочной характеристики. Порядок восстановления градуировочной характеристики определяется для каждого вида средств измерений с учетом его аналитических и конструктивных возможностей.

4.1.4. Внеочередной контроль стабильности осуществляют после ремонта, профилактики рентгеновской аппаратуры или изменения условий анализа.

4.1.5. При оперативной градуировке контроль стабильности не проводят.

4.2. Контроль воспроизводимости результатов анализа

4.2.1. Контроль воспроизводимости результатов рентгенофлуоресцентного анализа выполняют определением массовой доли элементов в проанализированных ранее пробах.

4.2.2. Число повторных определений должно быть не менее 0,3% общего числа определений за контролируемый период.

4.2.3. Воспроизводимость измерений считают удовлетворительной, если число расхождений результатов первичного и повторного анализа, превышающих допустимое значение d_p (табл. 2), составляет не более 5% от числа повторных определений.

4.3. Контроль правильности результатов анализа

4.3.1. Контроль правильности проводят выборочным сравнением результатов рентгенофлуоресцентного анализа проб с результатами химического или физико-химического анализа, выполняемого стандартизованными или аттестованными методиками.

4.3.2. Число результатов при контроле правильности должно быть не менее 0,3% от общего числа определений за контролируемый период.

4.3.3. Правильность измерений считают удовлетворительной, если число расхождений результатов рентгенофлуоресцентного и химического (или физико-химического) анализов, превышающих допустимое значение d_p (табл. 2) не более чем на 5%.

4.3.4. Допускается выполнять контроль правильности методом рентгенофлуоресцентного анализа на основе воспроизведения значений массовой доли элемента в СО предприятия.

4.4. При выполнении условий разд. 3 и 4 погрешность результата анализа (при доверительной вероятности 0,95) не должна превышать предела Δ , приведенного в табл. 2.

Таблица 3

УСЛОВИЯ АНАЛИЗА ДЛЯ РАЗЛИЧНЫХ ТИПОВ
РЕНТГЕНОВСКИХ СПЕКТРОМЕТРОВ

Тип рентгено-спектрометра	Тип трубки, марка	Параметры работы рентгеновской трубки		Контролируемый элемент *											Условия анализа			
		Напряжение, кВ	Сила тока, мА	S	P	Si	Mn	Cr	Ni	W	Mo	Ti	V	Cu		Co	Nb	
ARL-72000	OEG-75; Rh	50	40	EDDT	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	30
СРМ-18	БХВ-9; 12; 13; Pd	20—50	30—70	EDDT	SiO ₂	SiO ₂	SiO ₂	SiO ₂	SiO ₂	SiO ₂	SiO ₂	SiO ₂	SiO ₂	SiO ₂	SiO ₂	SiO ₂	SiO ₂	20—40
VPA 2; 20	FS 60/50 OCZW	20—50	20—50	EDDT	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	10—80

Кристалл-анализатор

Таблица 4

СПЕКТРАЛЬНЫЕ ЛИНИИ

Элемент	Длина волны, нм	Линия
Сера	0,536	K_{α}
Фосфор	0,614	K_{α}
Кремний	0,713	K_{α}
Марганец	0,210	K_{α}
Хром	0,229	K_{α}
Никель	0,166	K_{α}
Вольфрам	0,147	L_{α}
Молибден	0,071	K_{α}
Титан	0,275	K_{α}
Ванадий	0,250	K_{α}
Медь	0,154	K_{α}
Кобальт	0,179	K_{α}
Ниобий	0,075	K_{α}

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Маторин, В. Т. Абабков, В. П. Замараев, В. Д. Хромов, Г. Е. Шаронов, Н. В. Армаганянц, Л. М. Федорова, Е. Е. Макарова, З. И. Черкасова, В. И. Устинова, Л. Н. Плинер, Т. И. Игнатенко

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.02.89 № 268

3. Срок проверки — 1995 г. Периодичность проверки — 5 лет

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который даны ссылки	Номер пункта
ГОСТ 8315—78	2.1
ГОСТ 2424—83	1.1
ГОСТ 6456—82	1.1
ГОСТ 7565—81	2.1
ГОСТ 18300—87	1.1
ГОСТ 21963—82	1.1

Редактор *И. В. Виноградская*
 Технический редактор *М. И. Максимова*
 Корректор *Е. А. Богачкова*

Сдано в наб. 13.03.89 Подп. в печ. 11.04.89 0,75 усл. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,57 уч.-изд. л.
 Тираж 3 000 Цена 3 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новоросневский пер., 3
 Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 307