

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

СТАЛЬ

МЕТОД РЕНТГЕНОФЛЮОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛИЗА

ГОСТ 28033—89

Издание официальное

БЗ 1—89/94

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.14.001.4:006.354 Группа В39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

СТАЛЬ

Метод рентгенофлюоресцентного 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 рентгенофлюоресцентный 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 флюоресценции 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 3Б634.

Плоскошлифовальный станок модели 3Е711В.

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, затачивают 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 Δ, %	Допускаемое расхождение двух параллельных измерений $d_{сх}$, %	Допускаемое расхождение результатов первичного и повторного анализа $d_{в}$, %	Допускаемое расхождение результатов спектрального и химического анализа $d_{п}$, %
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

Продолжение табл. 2

Определяемый элемент	Массовая доля, %	Предел возможных значений погрешности результата анализа Δ, %	Допускаемое расхождение двух параллельных измерений $d_{сх}$, %	Допускаемое расхождение результатов первичного и повторного анализа $d_в$, %	Допускаемое расхождение результатов спектрального и химического анализа $d_п$, %
Кремний	От 0,05 до 0,10	0,016	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
	» 5,0 » 10,0	0,16	0,10	0,20	0,16
	» 10,0 » 20,0	0,24	0,17	0,30	0,25
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
	» 5,0 » 10,0	0,20	0,11	0,25	0,19
	» 10,0 » 20,0	0,35	0,17	0,45	0,34
	» 20,0 » 35,0	0,45	0,25	0,55	0,45
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	0,06	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
	» 5,0 » 10,0	0,20	0,11	0,25	0,20
	» 10,0 » 20,0	0 35	0,17	0,45	0,33
	» 20,0 » 45,0	0,45	0,25	0,55	0,43
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	0,014	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
	» 5,0 » 10,0	0,16	0,13	0,20	0,18
	» 10,0 » 20,0	0,24	0,17	0,30	0,3
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 возможных значений погрешности результата анализа Δ, %	Допускаемое расхождение двух параллельных измерений $d_{сх}$, %	Допускаемое расхождение результатов первичного и повторного анализа $d_в$, %	Допускаемое расхождение результатов спектрального и химического анализа $d_п$, %
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
Ниобий	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 выражать значение аналитического сигнала и расхождений параллельных измерений в единицах шкалы отсчетно-регистрирующего прибора рентгеновского спектрометра. При этом $d_{сх}$ 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 $\overline{N}$ и разность $\Delta N = N_0 - \overline{N}$, 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 $d_в$ (табл. 2), повторно проводят измерения в соответствии с п. 4.1.1.

Значения $d_{сх}$ и $d_в$ 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 рентгенофлюоресцентного 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 допускаемое значение $d_в$ (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 рентгенофлюоресцентного 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 рентгенофлюоресцентного и химического (или физико-химического) анализов, превышающих допускаемое значение $d_п$ (табл. 2) не более чем на 5 %.

4.3.4. Допускается выполнять контроль правильности методом рентгенофлюоресцентного 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.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

Таблица 3

УСЛОВИЯ АНАЛИЗА ДЛЯ РАЗЛИЧНЫХ ТИПОВ РЕНТГЕНОВСКИХ СПЕКТРОМЕТРОВ

Тип рентгеновского спектрометра	Тип трубки, материал анода	Параметры работы рентгеновской трубки		Контролируемый элемент													Экспозиция, с
		напряжение кВ	сила тока мА	S	P	Si	Mn	Cr	Ni	W	Mo	Ti	V	Cu	Co	Nb	
				Кристалл анализатор													
ARL-72000	OEG-75; Rh	50	40	EDDT	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	LiF	SiO_2	SiO_2	SiO_2	SiO_2	SiO_2	20—40
VPA 2, 20	FS 60/50 ÖCZW	20—50	20—50	EDDT	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	LiF	10—80

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 дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.315—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. п. л. 0,75 усл. кр.-отт. 0,67 уч.-изд. л. Тир. 8 000 Цена 3 к.

Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 307

gost.e-ecolog.ru