



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ДСТУ

СТАЛЬ

МЕТОД РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛІЗУ

Перша редакція проекту стандарту

Київ
ДП «УкрНДНЦ»
2018

ДСТУ

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Технічний комітет «Стандартизація методів визначення хімічного складу матеріалів металургійного виробництва» (ТК 3), Державне підприємство «Український науково-технічний центр металургійної промисловості «Енергосталь» (ДП «УкрНТЦ «ЕНЕРГОСТАЛЬ»)

РОЗРОБНИКИ: С. Спіріна, канд. хім. наук, В. Спірін, Н. Гриценко, канд. хім. наук

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Державного підприємства «Український науково-дослідний і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості»

від “ ____ ” 20__ р. № _____ з _____

3 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України

4 НА ЗАМІНУ ГОСТ 28033-89

Право власності на цей національний стандарт належить державі.

Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи.

ДП «УкрНДНЦ», 2018

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання.....	2
3 Терміни та визначення понять.....	3
4 Метод вимірювання.....	3
5 Вимоги до похиби вимірювання	3
6 Засоби вимірювальної техніки, випробувальне та допоміжне обладнання, реактиви і матеріали.....	6
7 Умови вимірювання.....	7
8 Відбір та готовання проб.....	8
9 Виконання вимірювання та опрацювання результатів.....	10
10 Контроль похиби результатів аналізу.....	13
11 Вимоги безпеки виконуваних робіт, включно забезпечення охорони навколишнього середовища	16
12 Вимоги до кваліфікації оператора	17

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ**СТАЛЬ
МЕТОД РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОГО АНАЛІЗУ****STEEL
METHOD of X-RAY FLUORESCENT ANALYSIS****Чинний від _____****1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ**

Цей стандарт встановлює рентгенофлуоресцентний метод визначення в сталі масових часток елементів у діапазонах, наведених у таблиці 1.

Таблиця 1

Назва елементу	Масова частка, %			
сірки	Від	0,002	до	0,2
фосфору	«	0,002	«	0,2
кремнію	«	0,05	«	5,0
марганцю	«	0,05	«	40,0
хрому	«	0,05	«	35,0
нікелю	«	0,05	«	45,0
кобальту	«	0,05	«	20,0
міді	«	0,01	«	5,0
молібдену	«	0,05	«	10,0
вольфраму	«	0,05	«	20,0
ванадію	«	0,01	«	5,0
титану	«	0,01	«	5,0
ніобію	«	0,01	«	2,0

Стандарт призначений для проведення вхідного контролю, контролю технологічного процесу та готової продукції.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведені посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 1.5:2015 Національна стандартизація. Правила розроблення, викладання та оформлення національних нормативних документів

ДСТУ 2681-94 Метрологія. Терміни та визначення

ДСТУ 3054-96 Чавун і сталь. Методи аналізу. Терміни та визначення.

ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ 7237:2011 Система стандартів безпеки праці. Електробезпека.

Загальні вимоги та номенклатура видів захисту

ДСТУ 7238:2011 Система стандартів безпеки праці. Засоби колективного захисту працюючих. Загальні вимоги та класифікація

ДСТУ 7239:2011 Система стандартів безпеки праці. Засоби індивідуального захисту. Загальні вимоги та класифікація

ДСТУ-Н ISO Guide 31:2008 Метрологія. Стандартні зразки. Зміст сертифікатів і етикеток (ISO Guide 31:2000, IDT)

ДСТУ-Н ISO Guide 35:2006 Атестація стандартних зразків. Загальні та статистичні принципи (ISO Guide 35:1989, IDT)

ДСТУ ГОСТ 21963:2003 Круги відрізні. Технічні умови

ДСТУ¹⁾ Сталь, чавун та сплави. Відбір та готовання проб для визначення хімічного складу

ГОСТ 8.315-97 ГСИ. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 2424-83 Круги шлифовальные. Технические условия

ГОСТ 6456-82 Шкурка шлифовальная бумажная. Технические условия

¹⁾ ДСТУ розроблюється

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті використані терміни, установлені в ДСТУ 1.5, ДСТУ 2681, ДСТУ 3054.

4 МЕТОД ВИМІРЮВАННЯ

Метод рентгенофлуоресцентного аналізу базується на залежності інтенсивності характеристичних ліній флуоресценції хімічного елемента від його масової частки у пробі сталі. Збуджене первинним рентгенівським випромінюванням – випромінюванням рентгенівської трубки – характеристичне випромінювання хімічних елементів проби розкладається у спектр з подальшим вимірюванням аналітичних сигналів, пропорційних інтенсивностям спектральних ліній.

Масова частка елементів визначається за означеними інтенсивностями за допомогою градуювальних характеристик (регресійних рівнянь), одержаних завдяки вимірюванню стандартних зразків складу або однорідних проб..

5 ВИМОГИ ДО ПОХИБКИ ВИМІРЮВАННЯ

Допустимі значення характеристик похибки вимірювань.

У таблиці 2 наведені допустимі значення характеристик похибки вимірювань масових часток елементів, %, де:

$\Delta_{\bar{x}_n}$ – границі, у яких абсолютна похибка результатів вимірювань знаходиться із заданою імовірністю $P = 0,95$;

ДСТУ

σ_{rh} – допустиме значення середнього квадратичного відхилення випадкової складової похибки результатів вимірювань, що характеризує збіжність паралельних вимірювань;

$\sigma_{R\bar{x}h}$ – допустиме значення середнього квадратичного відхилення випадкової складової похибки результатів вимірювань, що характеризує відтворюваність результатів вимірювань.

Таблиця 2 – Допустимі значення характеристик похибки вимірювань, %

Визначуваний елемент	Масова частка елемента, %			$\Delta_{\bar{x}h}$	σ_{rh}	$\sigma_{R\bar{x}h}$
1	2			3	4	5
Сірка	Від 0,002	до 0,005	включ.	0,002	0,00076	0,00091
	понад 0,005	» 0,010	»	0,003	0,0012	0,0014
	» 0,01	» 0,02	»	0,004	0,0015	0,0018
	» 0,02	» 0,05	»	0,006	0,0023	0,0027
	» 0,05	» 0,10	»	0,010	0,0038	0,0045
	» 0,1	» 0,2	»	0,016	0,0061	0,0073
Фосфор	Від 0,002	» 0,005	включ.	0,002	0,00076	0,00091
	понад 0,005	» 0,010	»	0,003	0,0012	0,0014
	» 0,01	» 0,02	»	0,004	0,0015	0,0018
	» 0,02	» 0,05	»	0,006	0,0023	0,0027
	» 0,05	» 0,10	»	0,008	0,0030	0,0036
	» 0,1	» 0,2	»	0,013	0,0049	0,0059
Кремній	Від 0,05	до 0,10	включ.	0,016	0,0061	0,0073
	понад 0,1	» 0,2	»	0,020	0,0076	0,0091
	» 0,2	» 0,5	»	0,03	0,012	0,014
	» 0,5	» 1,0	»	0,05	0,019	0,023
	» 1,0	» 2,0	»	0,08	0,030	0,036
	» 2,0	» 5,0	»	0,13	0,049	0,059
Марганець	Від 0,05	до 0,10	включ.	0,008	0,0030	0,0036
	понад 0,1	» 0,2	»	0,013	0,0049	0,0059
	» 0,2	» 0,5	»	0,020	0,0076	0,0091
	» 0,5	» 1,0	»	0,04	0,015	0,018
	» 1,0	» 2,0	»	0,06	0,023	0,027
	» 2,0	» 5,0	»	0,08	0,030	0,036
	» 5,0	» 10,0	»	0,16	0,061	0,073
	» 10,0	» 20,0	»	0,24	0,092	0,11
	» 20,0	» 40,0	»	0,4	0,13	0,16
Хром	Від 0,05	до 0,10	включ.	0,010	0,0038	0,0045
	понад 0,1	» 0,2	»	0,020	0,0076	0,0091
	» 0,2	» 0,5	»	0,03	0,012	0,014
	» 0,5	» 1,0	»	0,04	0,015	0,018
	» 1,0	» 2,0	»	0,05	0,019	0,023
	» 2,0	» 5,0	»	0,08	0,030	0,036
	» 5,0	» 10,0	»	0,20	0,076	0,091
	» 10,0	» 20,0	»	0,4	0,13	0,16
	» 20,0	» 35,0	»	0,5	0,17	0,20

Продовження таблиці 1

1	2	3	4	5
Нікель	Від 0,05 до 0,10 включ.	0,016	0,0061	0,0073
	понад 0,1 » 0,2 »	0,024	0,0092	0,011
	» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,015	0,018
	» 0,5 » 1,0 »	0,06	0,023	0,027
	» 1,0 » 2,0 »	0,08	0,030	0,036
	» 2,0 » 5,0 »	0,10	0,038	0,045
	» 5,0 » 10,0 »	0,20	0,076	0,091
	» 10,0 » 20,0 »	0,4	0,13	0,16
Кобальт	» 20,0 » 45,0 »	0,5	0,17	0,20
	Від 0,05 до 0,10 включ.	0,013	0,0049	0,0059
	понад 0,1 » 0,2 »	0,020	0,0076	0,0091
	» 0,2 » 0,5 »	0,03	0,012	0,014
	» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,015	0,018
	» 1,0 » 2,0 »	0,06	0,023	0,027
	» 2,0 » 5,0 »	0,10	0,038	0,045
	» 5,0 » 10,0 »	0,16	0,061	0,073
Мідь	» 10,0 » 20,0 »	0,24	0,092	0,11
	Від 0,01 до 0,02 включ.	0,007	0,0027	0,0032
	понад 0,02 » 0,05 »	0,010	0,0038	0,0045
	» 0,05 » 0,10 »	0,016	0,0061	0,0073
	» 0,1 » 0,2 »	0,024	0,0092	0,011
	» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,015	0,018
	» 0,5 » 1,0 »	0,06	0,023	0,027
	» 1,0 » 2,0 »	0,08	0,030	0,036
Молібден	» 2,0 » 5,0 »	0,10	0,038	0,045
	Від 0,05 до 0,10 включ.	0,020	0,0076	0,0091
	понад 0,1 » 0,2 »	0,03	0,012	0,014
	» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,015	0,018
	» 0,5 » 1,0 »	0,06	0,023	0,027
	» 1,0 » 2,0 »	0,08	0,030	0,036
	» 2,0 » 5,0 »	0,10	0,038	0,045
	» 5,0 » 10,0 »	0,16	0,061	0,073
Вольфрам	» 10,0 » 20,0 »	0,16	0,061	0,073
	Від 0,05 до 0,10 включ.	0,013	0,0049	0,0059
	понад 0,1 » 0,2 »	0,020	0,0076	0,0091
	» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,015	0,018
	» 0,5 » 1,0 »	0,06	0,023	0,027
	» 1,0 » 2,0 »	0,10	0,038	0,045
	» 2,0 » 5,0 »	0,16	0,061	0,073
	» 5,0 » 10,0 »	0,3	0,11	0,13
Ванадій	» 10,0 » 20,0 »	0,4	0,13	0,16
	Від 0,01 до 0,02 включ.	0,008	0,0030	0,0036
	понад 0,02 » 0,05 »	0,010	0,0038	0,0045
	» 0,05 » 0,10 »	0,020	0,0076	0,0091
	» 0,1 » 0,2 »	0,03	0,012	0,014
	» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,015	0,018
	» 0,5 » 1,0 »	0,06	0,023	0,027
	» 1,0 » 2,0 »	0,10	0,038	0,045
	» 2,0 » 5,0 »	0,16	0,061	0,073

1	2	3	4	5
Титан	Від 0,01 до 0,02 включ.	0,008	0,0030	0,0036
	понад 0,02 » 0,05 »	0,010	0,0038	0,0045
	» 0,05 » 0,10 »	0,020	0,0076	0,0091
	» 0,1 » 0,2 »	0,03	0,012	0,014
	» 0,2 » 0,5 »	0,04	0,015	0,018
	» 0,5 » 1,0 »	0,06	0,023	0,027
	» 1,0 » 2,0 »	0,08	0,030	0,036
	» 2,0 » 5,0 »	0,13	0,049	0,059
Ніобій	Від 0,01 до 0,02 включ.	0,007	0,0027	0,0032
	понад 0,02 » 0,05 »	0,012	0,0045	0,0054
	» 0,05 » 0,10 »	0,020	0,0076	0,0091
	» 0,1 » 0,2 »	0,03	0,012	0,014
	» 0,2 » 0,5 »	0,05	0,019	0,023
	» 0,5 » 1,0 »	0,08	0,030	0,036
	» 1,0 » 2,0 »	0,12	0,045	0,054

6 ЗАСОБИ ВИМІРЮВАЛЬНОЇ ТЕХНІКИ, ВИПРОБУВАЛЬНЕ ТА ДОПОМІЖНЕ ОБЛАДНАННЯ, РЕАКТИВИ І МАТЕРІАЛИ

Під час виконання вимірювань застосовують наступні засоби вимірювальної техніки, випробувальне та допоміжне обладнання, реактиви і матеріали:

Скануючі або багатоканальні рентгенівські спектрометри з хвильовою або енергетичною дисперсією будь-якого типу (далі - спектрометри)

Стандартні зразки складу сталі усіх категорій, що забезпечують відтворення масових часток елементів в необхідному діапазоні вимірювання (далі – СЗ)

Суміш аргону та метану (для спектрометрів, які використовують проточно-пропорційні лічильники)

Гелій газоподібний марки А

Вода дистильована, двічі перегнана, для спектрометрів, які використовують водяне охолодження рентгенівської трубки

Рідкий азот для охолодження детекторів спектрометрів з енергетичною дисперсією

Абразивно-відрізний верстат
 Точильно-шліфувальний верстат
 Плоско-шліфувальний верстат
 Токарно-гвинторізний верстат
 Круги шліфувальні за ГОСТ 2424

Шкурка шліфувальна паперова за ГОСТ 6456

Абразивні круги з керамічною зв'язкою

Кондиціонери, що забезпечують сталі температуру та вологість в приміщенні, де знаходиться рентгенівський спектрометр

Термометр лабораторний з діапазоном вимірювання від 0 °C до 50 °C з поділкою шкали 1 °C

Психрометр аспіраційний з діапазоном вимірювання від 20 % до 90 %.

Допускається застосування будь-яких типів засобів вимірюальної техніки, випробувального та допоміжного обладнання, реактивів та матеріалів, які відповідають вимогам цього стандарту.

7 УМОВИ ВИМІРЮВАННЯ

7.1 Вимірювання проводять за умов, зазначених в експлуатаційних документах на спектрометр, що застосовується. У випадку відсутності такого зазначення - за умов, наведених нижче:

- температура повітря в приміщенні від 18 °C до 35 °C за умови коливання не більш ніж ± 2 °C за час проведення аналізу;
- відносна вологість повітря від 30 % до 80 % за температури 25 °C;
- відхилення напруги живлення змінного струму ± 10 % від номінального значення (380 та (або) 220 В);
- відхилення частоти змінного струму ± 1 % від номінального значення (50 Гц).

ДСТУ

7.2 Аналітичні лінії та кристали-аналізатори, які рекомендуються, наведено в таблиці 3.

Таблиця 3 – Рекомендовані аналітичні лінії та кристали-аналізатори

Назва елементу	Аналітична лінія	Довжина хвилі, нм	Енергія, кеВ	Кристал
Сірка	K_{α}	0,5372	2,3	SiO_2 кварц
Фосфор	K_{α}	0,6155	2,0	EDDT
Кремній	K_{α}	0,7125	1,7	LiF SiO_2
Марганець	K_{α}	0,2102	5,9	LiF SiO_2
Хром	K_{α}	0,2290	5,4	LiF SiO_2
Нікель	K_{α}	0,1658	7,5	LiF SiO_2
Кобальт	K_{α}	0,1790		LiF SiO_2
Мідь	K_{α}	0,1540	8,0	LiF SiO_2
Молібден	K_{α}	0,0709	17,5	LiF SiO_2
Вольфрам	L_{α}	0,1470		LiF SiO_2
Ванадій	K_{α}	0,2503	5,0	LiF SiO_2
Титан	K_{α}	0,2748	4,5	LiF
Ніобій	K_{α}	0,0750		LiF SiO_2

8 ВІДБІР ТА ГОТУВАННЯ ПРОБ

8.1 Відбір та готовання проб до аналізу виконують згідно з ДСТУ¹⁾ та іншими нормативними документами, які регламентують технічні умови до досліджуваних сталей.

8.2 Поверхню проби для аналізу обробляють на площину. Вона має бути рівною, гладкою, без раковин, пор, щілин, шлакових та неметалевих включень.

8.3 Стандартні зразки повинні бути підготовлені так само, як і проби для аналізу.

8.4 Підготовку спектрометра до виконання вимірювань проводять згідно з експлуатаційними документами.

8.5 Проба повинна повністю перекривати отвір касети для проби.

8.6 Градуювання рентгенівського спектрометра здійснюють за допомогою:

С3 складу сталі, які відповідають вимогам ГОСТ 8.315;

однорідних проб, проаналізованих стандартизованими або атестованими методиками кількісного хімічного аналізу.

Допускається застосування С3 сталі іншого складу, ніж проби, що аналізуються, з урахуванням корекції на поглинання.

8.7 Під час первинного градуювання спектрометрів, не сполучених з електронно-обчислювальними машинами (далі - ЕОМ), виконують не менше, ніж п'ять серій вимірювань у різні дні роботи спектрометра. У серії для кожного С3 проводять по дві пари паралельних вимірювань (які виконуються одне за одним на тій самій поверхні без виведення зразка з-під опромінювання). Порядок пар паралельних вимірювань для всіх С3 у серії рандомізують. Обчислюють середнє арифметичне значення аналітичних сигналів для п'яти серій вимірювань для кожного С3. Градувальні характеристики виражают у вигляді графіків, рівнянь або таблиць.

8.8 У разі оперативного градуювання (одержання градувальних характеристик зожною партією проб, що аналізуються) проводять не менше, ніж два паралельних вимірювання для кожного С3.

8.9 Для спектрометрів, сполучених з ЕОМ, процедури градуювання та корекції дрейфу градувальної характеристики визначаються програмним забезпеченням спектрометра.

ДСТУ

8.10 Градуювальні характеристики встановлюють з урахуванням впливу хімічного складу та фізико-хімічних властивостей СЗ та проб, що аналізуються. Допускається використання градуювальних характеристик з уведенням поправок, які коригують вплив хімічного складу проб сталі.

9 ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАННЯ ТА ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

9.1 Довжини хвиль аналітичних ліній та кристали-аналізатори, які рекомендуються, наведено в таблиці 3. Допускається проведення аналізу з використанням інших аналітичних ліній та ліній хімічних елементів, які не нормуються, але застосовуються для урахування матричних ефектів, за умови забезпечення точності, передбаченої цим стандартом.

9.2 Режими роботи рентгенівських трубок, експозиція, кристали-аналізатори, коліматори та детектори, які використовуються, визначаються програмним забезпеченням спектрометра. Для спектрометрів, не сполучених з ЕОМ, ці параметри встановлюють у межах, що забезпечують максимальну чутливість визначення масових часток елементів.

Витрати аргоно-метанової суміші, гелію та рідкого азоту визначаються згідно з рекомендаціями підприємства-виробника.

9.3 Виконують два паралельних вимірювання значень аналітичного сигналу для кожного контролюваного елемента проби, що аналізується. Якщо розбіжності значень аналітичного сигналу, виражені в одиницях масової частки, не перевищують величини d_2 (відповідно до таблиці 4), обчислюють середнє арифметичне значення. Якщо розбіжності між результатами паралельних вимірювань перевищують значення d_2 , аналіз проби повторюють.

9.4 Якщо і за повторних вимірювань розбіжності між результатами паралельних вимірювань перевищують допустимі значення, вимірювання припиняють до виявлення та усунення причин, що зумовили порушення нормального ходу аналізу.

9.5 За остаточний результат аналізу приймають середнє арифметичне значення двох паралельних вимірювань, для яких значення d_2 не перевищує встановлених норм.

9.6 У разі виконання вимог, викладених у 9.1 - 9.5, похибка результатів аналізу (при довірчій імовірності $P = 0,95$) не перевищує значення границі $\Delta_{\bar{x}_n}$, наведеної в таблиці 2.

9.7 Допускається одержання результату аналізу для кожної проби з партії на основі одного вимірювання. У цьому випадку для однієї з проб цієї партії повинні проводитися паралельні вимірювання згідно з (9.3 - 9.5).

Таблиця 4 – Нормативи контролю характеристик похибки результатів вимірювань

Визначуваний елемент	Масова частка елемента, %		Нормативи контролю характеристик похибки результатів вимірювань, %			
			d_2	D_2	d_{x-c}	δ_{ct}, ϵ
1	2	3	4	5	6	
Сірка	Від 0,002 до 0,005 включ.	0,002	0,003	0,003	0,002	
	понад 0,005 » 0,010 »	0,003	0,004	0,004	0,002	
	» 0,01 » 0,02 »	0,004	0,005	0,005	0,003	
	» 0,02 » 0,05 »	0,005	0,008	0,007	0,004	
	» 0,05 » 0,10 »	0,008	0,013	0,010	0,007	
	» 0,1 » 0,2 »	0,013	0,020	0,016	0,012	
Фосфор	Від 0,002 » 0,005 включ.	0,002	0,002	0,003	0,002	
	понад 0,005 » 0,010 »	0,003	0,003	0,004	0,002	
	» 0,01 » 0,02 »	0,004	0,004	0,005	0,003	
	» 0,02 » 0,05 »	0,006	0,005	0,008	0,004	
	» 0,05 » 0,10 »	0,008	0,007	0,010	0,006	
	» 0,1 » 0,2 »	0,013	0,011	0,016	0,010	
Кремній	Від 0,05 до 0,10 включ.	0,013	0,020	0,016	0,012	
	понад 0,1 » 0,2 »	0,017	0,025	0,022	0,015	
	» 0,2 » 0,5 »	0,03	0,04	0,03	0,023	
	» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,06	0,05	0,04	
	» 1,0 » 2,0 »	0,07	0,10	0,08	0,06	
	» 2,0 » 5,0 »	0,01	0,16	0,13	0,10	
Марганець	Від 0,05 до 0,10 включ.	0,007	0,010	0,010	0,006	
	понад 0,1 » 0,2 »	0,011	0,016	0,016	0,010	
	» 0,2 » 0,5 »	0,017	0,025	0,024	0,015	
	» 0,5 » 1,0 »	0,03	0,05	0,04	0,03	
	» 1,0 » 2,0 »	0,05	0,07	0,06	0,04	
	» 2,0 » 5,0 »	0,07	0,10	0,09	0,06	
	» 5,0 » 10,0 »	0,1	0,20	0,16	0,12	
	» 10,0 » 20,0 »	0,17	0,30	0,25	0,18	
	» 20,0 » 40,0 »	0,4	0,4	0,4	0,3	

ДСТУ

Продовження таблиці 4

1	2	3	4	5	6
Хром	Від 0,05 до 0,10 включ.	0,008	0,013	0,011	0,007
	понад 0,1 » 0,2 »	0,017	0,025	0,020	0,015
	» 0,2 » 0,5 »	0,03	0,04	0,03	0,02
	» 0,5 » 1,0 »	0,03	0,05	0,04	0,02
	» 1,0 » 2,0 »	0,04	0,06	0,05	0,03
	» 2,0 » 5,0 »	0,07	0,10	0,09	0,06
	» 5,0 » 10,0 »	0,15	0,25	0,20	0,15
	» 10,0 » 20,0 »	0,2	0,4	0,4	0,3
	» 20,0 » 35,0 »	0,3	0,6	0,5	0,3
Нікель	Від 0,05 до 0,10 включ.	0,013	0,020	0,016	0,012
	понад 0,1 » 0,2 »	0,017	0,030	0,024	0,016
	» 0,2 » 0,5 »	0,03	0,05	0,04	0,03
	» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,08	0,06	0,04
	» 1,0 » 2,0 »	0,05	0,10	0,08	0,06
	» 2,0 » 5,0 »	0,07	0,13	0,11	0,07
	» 5,0 » 10,0 »	0,11	0,25	0,20	0,15
	» 10,0 » 20,0 »	0,2	0,5	0,4	0,3
	» 20,0 » 45,0 »	0,3	0,6	0,4	0,3
Кобальт	Від 0,05 до 0,10 включ.	0,11	0,016	0,014	0,010
	понад 0,1 » 0,2 »	0,017	0,025	0,023	0,015
	» 0,2 » 0,5 »	0,03	0,04	0,04	0,02
	» 0,5 » 1,0 »	0,03	0,05	0,05	0,03
	» 1,0 » 2,0 »	0,05	0,08	0,07	0,04
	» 2,0 » 5,0 »	0,08	0,13	0,12	0,07
	» 5,0 » 10,0 »	0,13	0,20	0,18	0,12
	» 10,0 » 20,0 »	0,17	0,25	0,30	0,18
	» 20,0 » 45,0 »	0,3	0,6	0,4	0,3
Мідь	Від 0,01 до 0,02 включ.	0,006	0,009	0,007	0,005
	понад 0,02 » 0,05 »	0,008	0,013	0,010	0,007
	» 0,05 » 0,10 »	0,013	0,020	0,016	0,012
	» 0,1 » 0,2 »	0,017	0,030	0,030	0,018
	» 0,2 » 0,5 »	0,03	0,05	0,04	0,03
	» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,08	0,07	0,04
	» 1,0 » 2,0 »	0,07	0,10	0,09	0,06
	» 2,0 » 5,0 »	0,08	0,13	0,12	0,07
	» 5,0 » 10,0 »	0,16	0,20	0,17	0,12
Молібден	Від 0,05 до 0,10 включ.	0,017	0,025	0,020	0,015
	понад 0,1 » 0,2 »	0,03	0,04	0,03	0,02
	» 0,2 » 0,5 »	0,03	0,05	0,04	0,03
	» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,08	0,06	0,04
	» 1,0 » 2,0 »	0,06	0,10	0,08	0,06
	» 2,0 » 5,0 »	0,08	0,13	0,11	0,07
	» 5,0 » 10,0 »	0,16	0,20	0,17	0,12
	» 10,0 » 20,0 »	0,3	0,5	0,4	0,3
	» 20,0 » 45,0 »	0,3	0,5	0,4	0,3
Вольфрам	Від 0,05 до 0,10 включ.	0,011	0,016	0,017	0,010
	понад 0,1 » 0,2 »	0,017	0,025	0,025	0,015
	» 0,2 » 0,5 »	0,03	0,05	0,05	0,03
	» 0,5 » 1,0 »	0,05	0,08	0,07	0,04
	» 1,0 » 2,0 »	0,08	0,13	0,11	0,07
	» 2,0 » 5,0 »	0,13	0,20	0,17	0,12
	» 5,0 » 10,0 »	0,2	0,4	0,3	0,2
	» 10,0 » 20,0 »	0,3	0,5	0,4	0,3
	» 20,0 » 45,0 »	0,3	0,5	0,4	0,3
Ванадій	Від 0,01 до 0,02	Від 0,007	0,010	0,008	0,006
	понад 0,02 » 0,05	понад 0,008	0,013	0,010	0,007
	» 0,05 » 0,10 »	0,017	0,025	0,020	0,015
	» 0,1 » 0,2 »	0,03	0,04	0,03	0,02
	» 0,2 » 0,5 »	0,03	0,05	0,04	0,03
	» 0,5 » 1,0 »	0,05	0,08	0,07	0,04
	» 1,0 » 2,0 »	0,08	0,13	0,10	0,07
	» 2,0 » 5,0 »	0,13	0,20	0,16	0,12
	» 5,0 » 10,0 »	0,13	0,20	0,16	0,12

Продовження таблиці 4						
1	2		3	4	5	6
Титан	Від 0,01	до 0,02	включ.	0,007	0,010	0,008
	понад 0,02	» 0,05	»	0,008	0,010	0,010
	» 0,05	» 0,10	»	0,017	0,025	0,020
	» 0,1	» 0,2	»	0,03	0,04	0,03
	» 0,2	» 0,5	»	0,03	0,05	0,04
	» 0,5	» 1,0	»	0,04	0,08	0,07
	» 1,0	» 2,0	»	0,06	0,10	0,09
	» 2,0	» 5,0	»	0,08	0,16	0,13
Ніобій	Від 0,01	до 0,02	включ.	0,006	0,009	0,007
	понад 0,02	» 0,05	»	0,010	0,015	0,012
	» 0,05	» 0,10	»	0,017	0,025	0,020
	» 0,1	» 0,2	»	0,03	0,04	0,03
	» 0,2	» 0,5	»	0,04	0,06	0,05
	» 0,5	» 1,0	»	0,06	0,10	0,08
	» 1,0	» 2,0	»	0,08	0,15	0,12
						0,09

де d_2 – допустима розбіжність між результатами двох паралельних вимірювань;

D_2 – допустима розбіжність між результатами вимірювання, отриманими за умов внутрішньолабораторної відтворюваності (для довірчої імовірності $P=0,95$);

δ_{ct} – допустиме відхилення між результатами відтворювання характеристик СЗ, отриманими під час встановлення градуювальник характеристик, та їх значеннями під час контролю стабільності градуювальних характеристик;

d_{x-c} – допустима розбіжність між результатами визначення масових часток елементів рентгенофлуоресцентним та хімічним методами.

10 КОНТРОЛЬ ПОХИБКИ РЕЗУЛЬТАТІВ АНАЛІЗУ

10.1 Контроль стабільності градуювальних характеристик

10.1.1 Контроль стабільності градуювальних характеристик для верхньої та нижньої границь діапазону вимірювань здійснюють періодично, в залежності від стабільності роботи спектрометра, з застосуванням СЗ та/або однорідних проб. Стабільність роботи спектрометра перевіряють

ДСТУ

відповідно до нормативних та технічних документів на спектрометр (паспорт, формуляр, інструкція оператора та т.ін.).

Допускається виконувати контроль тільки для верхньої границі або середини діапазону вимірювань.

Для СЗ (проби) виконують два паралельних вимірювання аналітичного сигналу (N_1 та N_2). Значення аналітичного сигналу N виражають в одиницях масової частки елемента або інтенсивності рентгенівської флуоресценції.

10.1.2 Якщо розбіжності значень аналітичного сигналу для паралельних вимірювань не перевищують величини d_2 (таблиця 4), обчислюють середнє арифметичне значення \bar{N} та різницю $\Delta N = N_0 - \bar{N}$, де N_0 - значення аналітичного сигналу для СЗ (проби), одержаного під час первинного градуування. Якщо розбіжність між результатами паралельних вимірювань перевищує значення d_2 , вимірювання повторюють.

10.1.3 Якщо і за повторного вимірювання розбіжність перевищує допустиму, вимірювання припиняють до виявлення та усунення причин, що викликали перевищення значення d_2 .

10.1.4 Якщо ΔN перевищує допустиме значення δ_{ct} (таблиця 4), вимірювання виконують повторно.

Якщо за повторних вимірювань ΔN перевищує допустиме значення, здійснюють відновлення градуувальної характеристики або корекцію дрейфа градуувальної характеристики.

10.1.5 Позачерговий контроль стабільності градуувальних характеристик здійснюють після ремонту, профілактики рентгенівського спектрометра або зміни умов аналізу. У разі оперативного градуування контроль стабільності градуувальних характеристик не проводять.

10.1.6 У випадку, коли відновлення градуувальних характеристик не передбачене інструкцією на спектрометр чи його програмним

забезпеченням, аналіз виконують з використанням поправок, розрахованих за результатами аналізу СЗ.

10.2 Контроль відтворюваності результатів аналізу

10.2.1 Контроль відтворюваності результатів рентгенофлуоресцентного аналізу виконують шляхом визначення масових часток елементів у пробах, що були проаналізовані раніше. Кількість повторних вимірювань повинна становити не менше, ніж 0,3 % від загальної кількості вимірювань за контролюваний період.

10.2.2 Відтворюваність вимірювань вважають задовільною, якщо кількість розбіжностей між результатами первинного та повторного аналізів, що перевищують допустиме значення (таблиця 4), становить не більше, ніж 5 % від кількості повторних вимірювань.

10.3 Контроль правильності визначення масових часток елементів в сталі

10.3.1 Контроль правильності проводять вибірковим порівнянням результатів аналізу проб, виконаних рентгенофлуоресцентним та хімічними методами за стандартизованими методиками вимірювань. Допускається виконувати контроль правильності методом рентгенофлуоресцентного аналізу шляхом відтворення значень масової частки елемента в СЗ при періодичному контролі правильності хімічними методами.

10.3.2 Кількість результатів, у разі контролю правильності, повинна становити не менше, ніж 0,3 % від загальної кількості вимірювань за контролюваний період.

10.3.3 Правильність вимірювань вважають задовільною, якщо кількість розбіжностей між результатами аналізу проб, виконаних рентгенофлуоресцентним та хімічними методами або кількість розбіжностей між відтвореним та атестованим значеннями характеристики

ДСТУ

СЗ, які перевищують допустиме значення d_{x-c} (таблиця 4), становить не більше 5 % кількості проконтрольованих результатів.

10.3.4 У разі перевищення розбіжностей за 10.3.3, вимірювання припиняють до з'ясування та усунення причин, що зумовили порушення нормального ходу аналізу.

11 ВИМОГИ БЕЗПЕКИ ВИКОНУВАНИХ РОБІТ, ВКЛЮЧНО ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ОХОРОНИ НАВКОЛИШНЬОГО СЕРЕДОВИЩА

11.1 Під час виконання вимірювань на спектрометрах повинні виконуватися вимоги, викладені в ДСТУ 7237, ДСТУ 7238, ДСТУ 7239 та ГОСТ 12.1.004.

11.2 Працівники лабораторій повинні дотримуватись вимог, встановлених наступними нормативними документами:

- «Основные санитарные правила противорадиационной защиты Украины (ОСПУ)»;
- «Нормы радиационной безопасности Украины (НРБУ-97)»;
- «Санітарні правила робота з джерелами низькоенергетичного рентгенівського випромінювання СП 5181-90 (ДНАОП 0.03-1.77-90)»;
- «Правила будови і безпечної експлуатації судин, працюючих під тиском».

11.3 В приміщенні, де знаходитьться спектрометр, не допускається проведення робіт, не пов'язаних з використанням спектрометра.

11.4 Рентгенівські спектрометри відносяться до засобів вимірюальної техніки, які є джерелом м'якого рентгенівського випромінювання. Вони мають систему блокування подавання високої напруги на рентгенівську трубку при піднятій кришці касети для проби, відсутності одного із спектрометричних каналів, порушені положення рентгенівської трубки чи відсутності кювети з пробою (зразком) в гнізді

робочого диска та т.ін. Тип блокіровок та їх кількість залежить від конструкції спектрометра.

11.5 За умови дотримання встановлених вимог, виконання вимірювань на рентгенівських спектрометрах не впливає негативно на навколишнє середовище.

12 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

12.1 До роботи з рентгенівськими спектрометрами допускаються фахівці віком не молодше 18 років, які мають спеціальну освіту або пройшли професійне навчання, після проходження медичного огляду та інструктажу.

12.2 Персонал, що здійснює технічне обслуговування спектрометрів, повинен мати групу допуску до робіт з електроустановками напругою до 1000 В.

Ключові слова: методика вимірювання, рентгенофлуоресцентний метод, сталь, похибка результатів визначення масової частки, відтворюваність та правильність, стабільність градуювальної характеристики