

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2949—2011

出口滑石中二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁的测定 X 射线荧光光谱法

Determination of SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO , MgO contents in talc for export—
X-ray fluorescence spectrometric method

2011-05-31 发布

2011-12-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给定的规则编写。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：黄大亮、胡晓静、陈阳、崔妍、沈葆真、田卓、郭雨时、崔晗、陈溪、欧阳昌俊。

本标准为首次发布的出入境检验检疫行业标准。

出口滑石中二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁的测定

X 射线荧光光谱法

1 范围

本标准规定了 X 射线荧光光谱法同时测定滑石中二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁含量的方法。

本标准适用于滑石中二氧化硅、三氧化二铁、三氧化二铝、氧化钙、氧化镁含量的测定,各元素测定范围见表 1。

表 1 本标准各物质测定范围

元 素	测定范围(质量分数)/%
SiO ₂	48.00~60.00
Fe ₂ O ₃	0.30~3.00
Al ₂ O ₃	0.10~10.00
CaO	1.00~5.00
MgO	30.00~39.00

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 15341 滑石
- GB/T 15342 滑石粉
- GB/T 15343 滑石化学分析方法
- GB/T 16597 冶金产品分析方法 X 射线荧光光谱法通则

3 方法原理

采用无水四硼酸锂熔样、碘化钾为脱膜剂制成试料片。测量出待测元素特征谱线的 X 射线荧光强度,根据待测元素的 X 射线荧光强度与待测元素的含量之间的关系,选用回归方程及数学校正模型,计算出待测元素的含量。

4 试剂与材料

4.1 试验所用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定要求。

- 4.2 无水四硼酸锂荧光专用试剂(杂质最高限量 SiO_2 0.01%, Al_2O_3 0.003%, CaO 0.002%, Fe_2O_3 0.004%)。
- 4.3 碘化钾(分析纯)。
- 4.4 碘化钾溶液(200 mg/mL):称取 100.0 g 碘化钾(4.3),溶解于 200 mL 水中,稀释定容至 500 mL。
- 4.5 氩甲烷气体(10%甲烷+90%氩气)。

5 仪器

- 5.1 波长色散 X 射线荧光光谱仪:符合 GB/T 16597 规定。
- 5.2 铂黄坩埚(95%Pt+5%Au):30 mL。
- 5.3 铂黄模具(95%Pt+5%Au)。
- 5.4 熔样机:应控制温度在 1 150 °C。如用其他方法熔样,温度不应低于 1 150 °C。

6 分析步骤

6.1 试样

试样的采集按照 GB/T 15341 与 GB/T 15342 进行,试样的制备按照 GB/T 15343 进行。

6.2 试料

试样(6.1)先用 GB/T 15343 的方法测定得到 L. O. I,然后将测定完 L. O. I 的试样保存于干燥器中待测。

6.3 试料份数

应取 2~3 个同一试料(6.2)在同一实验室由同一操作者在不同时间内测定。

6.4 核对试验

应随同试料(6.2)同时测定 1 个滑石标准样品或 1 个用 2 种不同滑石标准样品定量配制而成的校核片。

6.5 试料片的制备

6.5.1 称量

称取 0.400 0 g 试料(6.2),加入无水四硼酸锂(4.2)4.000 0 g,放于铂黄坩埚(5.2)中。

6.5.2 混样

用牛角勺末端轻轻混匀铂黄坩埚(5.2)中的样品,用定量滤纸将牛角勺擦拭干净,滤纸一并放入铂黄坩埚(5.2)内,滴加 2~3 滴碘化钾溶液(4.3),应保证碘化钾加入量为 30 mg~40 mg。

6.5.3 试料熔片

将铂黄坩埚(5.2)放置于熔样机(5.4)中,静止熔融 5 min,再摇动熔融 10 min,赶走气泡,在熔样机(5.4)内将熔融物浇铸到已在炉内保温 4 min 的铂黄模具(5.3)中,取出并水平放置铂黄模具(5.3),常温冷却后试料熔片应自然脱落。

6.6 试料熔片的检查

试料熔片应透明,肉眼观测不应含有不熔物,也不应有结晶及气泡。如出现此情况应重新熔融。

6.7 试料熔片的保存

每个试料熔片应单独放于封口塑料袋中,保存于洁净的干燥器中,取放时应避免表面污染及潮解。

6.8 标准试料熔片的制备与保存

标准曲线由 6 个或 6 个以上滑石标准样品组成。标准试料熔片由国家发布的 7 个滑石标准样品或由这些标准样品配比而成的标准品按照 6.2~6.5 方法制备而成,检查及保存的方法同 6.6 和 6.7。

标准试料中各元素氧化物的含量参见附录 A 中表 A.1。

6.9 X 射线荧光光谱分析

6.9.1 测量条件

各元素测量条件参见附录 A 中表 A.2。

6.9.2 标准曲线的校正

6.9.2.1 如 X 射线荧光光谱仪本配备校正软件,应使用软件进行自动校正。

6.9.2.2 X 射线荧光光谱仪可使用以下方法进行校正,经验系数法与理论 α 系数法应只采用其中一种。

a) 背景校正

MgO、Al₂O₃ 校正可采用 2 点法扣除背景,按式(1)计算:

$$I_n = I_P - \frac{I_{B1} \times B2 - I_{B2} \times B1}{B2 - B1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

I_n ——扣除背景后的净强度;

I_P ——峰位置总强度;

I_{B1} ——背景 1 的 X 射线荧光强度;

$B2$ ——背景 2 的 2^θ 角与峰位置 2^θ 角之差;

I_{B2} ——背景 2 的 X 射线荧光强度;

$B1$ ——背景 1 的 2^θ 角与峰位置 2^θ 角之差。

b) 回归分析

将测得的标准试料片中各元素分析线的净强度对相应标准试料各元素含量按式(2)进行回归,求出工作曲线常数 b, c 。标准曲线应根据设备情况定期运用校准熔片进行校准。

$$X_i = b \times I_i + C \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X_i ——分析元素 i 未校正含量,单位为质量百分比(%);

b, C ——工作曲线常数;

I_i ——分析元素 I 荧光净强度。

c) 经验系数法

基本校正方程为式(3):

$$W_i = (1 + K_i + \sum A_j F_j) \times X_i + C_i \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- W_i ——分析元素 i 校正后的含量,单位为质量百分比(%)；
- K_i, C_i ——分析元素 i 基体校正常数；
- X_i ——分析元素 i 未校正的含量,单位为质量百分比(%)；
- A_{ij} ——共存元素 j 对分析元素 i 吸收增强影响系数；
- F_j ——共存元素 j 的含量,单位为质量百分比(%)。

d) 理论 α 系数法

理论 α 系数法基体校正方程为式(4)：

$$C_i = D_i + E_i \times I_i \times (1 + \sum_j \alpha_{ij} C_j) \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- C_i ——分析元素 i 校正后的含量,单位为质量百分比(%)；
- D_i ——校准曲线的截距(常数)；
- E_i ——校准曲线的斜率；
- I_i ——分析元素 i 的荧光强度；
- α_{ij} ——理论计算的共存元素 j 对共存元素 i 的影响系数；
- C_j ——共存元素 j 的含量,单位为质量百分比(%)。

6.9.3 测定

开机等待仪器稳定后,用参与曲线校正的标准化试料片进行曲线漂移校正,然后测定试料片。

7 结果的表示

7.1 分析结果的计算

根据已测定的试料片(6.5)分析元素特征谱线的 X 射线荧光光谱强度,计算出试料片中各元素的含量,按式(5)计算出试料中各氧化物的含量：

$$C_i = \frac{C_{i0} \times (100 - L.O.I)}{100} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- C_i ——干态下的物质 i 的质量分数,单位为质量百分比(%)；
- C_{i0} ——试料熔片中物质 i 的质量分数,单位为质量百分比(%)；
- $L.O.I$ ——试料的烧失量,单位为质量百分比(%)。

计算结果表示到两位有效数字。

7.2 精密度

本精密度是由 9 个实验室对 4 个水平试样进行测定,数据统计后确定,具体精密度数据见表 2。

表 2 精密度

物质	水平范围(质量分数) %	重复性 r	再现性 R
SiO ₂	48.00~60.00	$r=0.000\ 4\ m+0.009\ 7$	$R=0.008\ 4\ m-0.291\ 3$
Fe ₂ O ₃	0.30~3.00	$r=0.019\ 6\ m-0.005\ 1$	$R=0.019\ 6\ m-0.005\ 1$

表 2 (续)

物质	水平范围(质量分数) %	重复性 r	再现性 R
Al_2O_3	0.10~10.00	$r=0.002\ 5\ m+0.001\ 6$	$R=0.002\ 6\ m+0.001\ 5$
CaO	1.00~5.00	$r=-0.000\ 7\ m+0.005\ 1$	$R=0.002\ 0\ m$
MgO	30.00~39.00	$r=0.000\ 4\ m+0.016\ 6$	$R=0.000\ 6\ m+0.008\ 9$

如果两个独立测试结果之间的差值超过了表 2 中所列的重复性和再现性的数值,则认为这两个测试结果是可疑的。

附 录 A

(资料性附录)

滑石标准样品中各物质含量及参考测定条件

A.1 本标准制作标准曲线所用滑石标准样品中各物质含量见表 A.1。

表 A.1 滑石标准样品清单及待测化学物质含量表

标准样品	SiO ₂ / %	Fe ₂ O ₃ / %	Al ₂ O ₃ / %	CaO/ %	MgO/ %
标准样品 1 号	30.99	0.47	0.13	1.33	38.60
标准样品 2 号	47.71	2.64	7.62	2.39	29.50
标准样品 3 号	52.65	0.37	0.12	0.11	34.57
标准样品 4 号	56.72	0.46	0.63	2.16	31.23
标准样品 5 号	60.50	0.14	0.32	0.37	32.12
标准样品 6 号	62.03	0.29	0.082	0.38	31.89

A.2 本标准 X 射线荧光光谱仪电流、电压测定条件参见表 A.2。

表 A.2 X 射线荧光光谱仪电流、电压参考测定条件

氧化物	电流/mA	电压/kV	分析线
SiO ₂	116	30	SiO ₂ K _α
	100	30	
Fe ₂ O ₃	58	60	Fe ₂ O ₃ K _α
	50	60	
Al ₂ O ₃	116	30	Al ₂ O ₃ K _α
	100	30	
CaO	70	50	CaO K _α
	60	50	
MgO	116	30	MgO K _α
	100	30	

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
出口滑石中二氧化硅、三氧化二铁、三氧
化二铝、氧化钙、氧化镁的测定
X 射线荧光光谱法
SN/T 2949—2011

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2011年10月第一版 2011年10月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-22523 定价 16.00 元



SN/T 2949—2011