

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3348—2012

### 铬镍钨钢中硅、锰、磷、铬、镍、钨含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法

Determination of silicon, manganese, phosphorus, chromium, nickel and tungsten  
in chrome-nickel-tungsten steel—

Wave-length dispersive X-ray fluorescence spectrometry

2012-12-12 发布

2013-07-01 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
铬镍钨钢中硅、锰、磷、铬、镍、钨含量的测定  
波长色散 X 射线荧光光谱法  
SN/T 3348—2012

\*

中国标准出版社出版  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)  
总编室:(010)64275323

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字  
2013 年 6 月第一版 2013 年 6 月第一次印刷  
印数 1—1 600

\*

书号: 155066 • 2-25346 定价 14.00 元

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王兆锬、蔡发、戚佳琳、刘静洁、徐小茗、李艳秋、王崇霖。

铬镍钨钢中硅、锰、磷、铬、镍、钨含量的测定  
波长色散 X 射线荧光光谱法

1 范围

本标准规定了铬镍钨钢中硅、锰、磷、铬、镍、钨含量的波长色散 X 射线荧光光谱测定方法。  
本标准适用于铬镍钨钢中硅、锰、磷、铬、镍、钨含量的测定,测定范围见表 1。

表 1 测定范围 %(质量分数)

元 素	测 定 范 围	元 素	测 定 范 围
硅	0.069~0.41	铬	0.30~1.93
锰	0.23~0.62	镍	1.09~6.93
磷	0.010~0.048	钨	0.60~1.60

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 1031 表面粗糙度 参数及其数值  
GB/T 16597 冶金产品分析方法 X 射线荧光光谱法通则

3 方法提要

将试样的分析面加工成光洁平面,在选定的仪器测量条件下,测量样品中待测元素特征谱线的 X 射线荧光强度,根据 X 射线荧光强度与待测元素含量之间的定量关系,计算出待测元素的含量。

4 试剂与材料

- 4.1 探测器气体(P10):90%氩气+10%甲烷,用于流气式正比计数器。
- 4.2 标准样品:光谱用标准试块。各元素应至少有 6 块标准样品,其含量应有一定间隔,并覆盖待测元素的测定范围。

5 仪器

- 5.1 波长色散型 X 射线荧光光谱仪,符合 GB/T 16597 规定。
- 5.2 车床、铣床、刨床或金相砂纸等无污染的表面加工设备。

6 测定步骤

6.1 试样制备

- 6.1.1 所有试样及标准物质的有效待测面直径应大于光谱仪所选测量区域或直径。一般要求有效待测面直径为 30 mm~50 mm。
- 6.1.2 加工后的标准物质和试样待测面(X-射线入射面)应平整、均匀、清洁,没有裂纹、空洞和疏松等缺陷。必要时,用无水乙醇擦拭待测面。
- 6.1.3 试样的加工方法与标准物质加工方法一致,加工后的表面粗糙度应基本一致,小于 GB/T 1031 规定的轮廓最大高度 6.3 μm。

注:试样的表面粗糙程度可以通过车、铣、刨或金相砂纸研磨等方法来获得。如:可以采用细于 120 号的金相砂纸研磨。

6.2 漂移校正

选择有良好均匀性和稳定性的合适的标准样块作为漂移校正样对仪器定期进行漂移校正,可采用单点或两点校正,校正的时间间隔,可根据仪器的稳定性和所处分析环境确定。

6.3 测量条件

各元素测量的特征谱线及测量条件通过优化获得。X 射线荧光光谱仪的测量条件参见附录 A。

6.4 背景校正

采用一点法扣除背景,按式(1)计算特征谱线的净强度:

$I_i = I_p - I_b$  .....( 1 )

式中:

- $I_i$  ——扣除背景的分析线强度;
- $I_p$  ——峰值强度;
- $I_b$  ——背景强度。

6.5 校准曲线的制作

6.5.1 概述

选用符合 6.1 要求的至少 6 个标准样品(4.2),按照 6.2 确定的测定条件测定各分析元素 X 射线荧光特征谱线强度,进行基体效应校正和谱线重叠干扰校正,绘制校准曲线。

6.5.2 经验系数法

经验系数法按式(2)计算:

$W_i = (1 + K_i + \sum_j A_{ij} \times F_j) X_i + C_i$  .....( 2 )

式中:

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

6.5.3 理论  $\alpha$  系数法

理论  $\alpha$  系数法按式(3)计算：

$$C_i = D_i + E_i \times I_i \times \left(1 + \sum_j \alpha_{ij} \times C_j\right) \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $C_i$  ——分析元素  $i$  校正后的含量(质量分数)，%；
- $D_i$  ——校准曲线的截距；
- $E_i$  ——校准曲线的斜率；
- $I_i$  ——分析元素  $i$  的荧光强度；
- $\alpha_{ij}$  ——理论计算的共存元素  $j$  对分析元素  $i$  的影响系数；
- $C_j$  ——共存元素  $j$  的含量(质量分数)，%。

6.6 样品测定

按仪器使用说明书准备和操作仪器，每次测量前应确保仪器处于稳定状态。测量待测试样各分析元素 X 射线荧光特征谱线强度。

7 结果计算

根据测得的元素特征谱线强度，从校准曲线上得到试样中各元素含量，结果以各待测元素的质量分数表示。

- 所得结果含量大于或等于 0.10% 时，保留至两位小数；
- 所得结果含量大于或等于 0.010%，小于 0.10% 时，保留至三位小数。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 10%。

附 录 A  
(资料性附录)  
X 射线荧光光谱仪的测量条件

表 A.1 测量条件

元素	分析线	晶体	准直器 $\mu\text{m}$	探测器	管压 kV	管流 mA	角度 ( $^{\circ}$ )	背景 ( $^{\circ}$ )
Si	K $_{\alpha}$	PE002	300	FC	24	100	109.168 0	4.835 4
P	K $_{\alpha}$	Ge111	300	FC	24	100	141.055 6	−9.561 8
Cr	K $_{\alpha}$	LiF220	150	FC	60	40	107.189 0	−4.992 8
Mn	K $_{\alpha}$	LiF220	300	FC	60	40	95.291 8	−4.941 6
Ni	K $_{\alpha}$	LiF220	150	FC	60	40	71.355 6	−5.075 4
W	L $_{\alpha}$	LiF220	300	FC	60	40	62.443 0	−3.283 6
注：“FC”=流气式正比计数器。								

