



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4020—2013

---

## 纯铁杂质含量测定 X 射线荧光光谱法

Determination of impurity elements content in pure iron  
—X-ray fluorescence spectrometry

2013-11-06 发布

2014-06-01 实施

---

中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 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：中华人民共和国山西出入境检验检疫局、太钢不锈钢股份有限公司。

本标准主要起草人：赵发宝、戴学谦、潘亚利、任维萍、刘 伟、杨晓兵、杨燕强。

# 纯铁杂质含量测定 X 射线荧光光谱法

## 1 范围

本标准规定了纯铁中杂质元素的波长色散 X 射线荧光光谱测定方法。

本标准适用于纯铁中杂质元素硅、锰、磷、硫、铬、铜、镍和铝含量的测定,各元素测定范围见表 1。

表 1 纯铁中杂质元素的测定范围

%(质量分数)

元素	测定范围
Si	0.017~0.506
Mn	0.034~0.358
P	0.001 9~0.040
S	0.002 2~0.031
Cr	0.016~0.170
Cu	0.020~0.254
Ni	0.020~0.203
Al	0.050~0.432

## 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 产品几何技术规范(GPS) 表面结构 轮廓法 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

将试样的待测面加工成光洁平面,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,选择合适的回归方法及数学校正模式,计算出待测元素的含量。

## 4 试剂和材料

4.1 检测器气体(P-10):90%氩气+10%甲烷,用于流气式正比计数器。

4.2 标准物质:光谱分析用纯铁标准样块。各元素应至少有 6 块标准物质,其含量应有一定间隔,并覆盖待测元素的测定范围。

## 5 仪器与设备

5.1 波长色散 X 射线荧光光谱仪:符合 GB/T 16597 的规定。

5.2 试样表面加工设备:铣床、车床、刨床、钢锉等无污染的表面加工设备。

## 6 标准物质和试样制备

### 6.1 试样制备

6.1.1 所有试样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 (30~50)mm。

6.1.2 加工后的试样待测面(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 试样的加工方法以及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 $6.3\ \mu\text{m}$ 。

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 号的金相砂纸研磨抛光。

### 6.2 标准物质制备

制作校准曲线用标准物质的制备按上述 6.1.1~6.1.3 进行,标准物质样块在测定前,应使用合适粒度和材质的研磨材料进行研磨。

### 6.3 漂移校正样制备

用于仪器漂移校正的标准样块在使用前应重新研磨表面。

## 7 分析步骤

### 7.1 仪器准备

按照仪器生产厂商的操作使用说明书准备和操作仪器,每次测定前应保证仪器处于稳定状态。

### 7.2 校准曲线的建立

7.2.1 根据试样特点,测定元素及其含量范围、共存成分的含量范围等,选择各元素的谱线、晶体、准直器、探测器、 $2\theta$  角、PHD、X 光管电压/电流及测量时间等最佳的测量条件。X 射线荧光光谱仪的测量条件参见附录 A。

7.2.2 选择至少 6 个标准物质样块,在 7.2.1 确定的测量条件下测定一系列标准样块的荧光强度,每个样品应至少测定两次。

7.2.3 根据仪器软件,以标准物质中该元素的推荐值和测量的荧光强度平均值建立校准曲线,采用经验系数法或线性回归法校正校准曲线。

### 7.3 测定

#### 7.3.1 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

单点校正或两点校正。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。

### 7.3.2 试样的测定

按照 7.2.1 确定的测量条件,用 X 射线荧光光谱仪测定试样中分析元素的荧光强度,每个样品应至少测定两次。

## 8 结果计算

根据试样中分析元素的荧光强度测量值,从校准曲线计算出分析元素的含量。取两次重复测定结果的平均值作为各元素的分析结果。测定结果元素含量 $\geq 0.01\%$ 时,保留小数点后 3 位数字;测定结果元素含量 $< 0.01\%$ 时,保留小数点后 4 位数字。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

### 9.2 再现性

在不同的实验室,由不同操作者使用不同设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20%的情况不超过 5%为前提。

SN/T 4020—2013