



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3789—2014

不锈钢中铝、钴、铜、锰、钼、镍、磷、硫、硅、钛的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法

Determination of aluminum, cobalt, copper, manganese, molybdenum,
nickel, phosphorus, sulfur, silicon, titanium in stainless steel—
Wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry

2014-01-13 发布

2014-08-01 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

本标准根据 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：中华人民共和国重庆出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：彭光宇、刘毅、王晶、郑国灿、朱美文、陈江。

不锈钢中铝、钴、铜、锰、钼、镍、磷、硫、硅、钛的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法

1 范围

本标准规定了用波长色散 X 射线荧光光谱仪测定不锈钢中铝、钴、铜、锰、钼、镍、磷、硫、硅、钛的方法。

本标准适用于不锈钢中铝、钴、铜、锰、钼、镍、磷、硫、硅、钛的测定,测定范围(质量分数)见表 1。

表 1 不锈钢中铝、钴、铜、锰、钼、镍、磷、硫、硅、钛的测定范围

%

成分	质量分数范围
Al	0.004~0.26
Co	0.003~0.19
Cu	0.01~0.52
Mn	0.13~1.98
Mo	0.05~1.14
Ni	0.01~16.41
P	0.005~0.044
S	0.002~0.302
Si	0.17~1.26
Ti	0.01~1.03

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 16597 冶金产品分析方法 X 射线荧光光谱法通则

GB/T 20066 钢和铁化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 方法提要

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,选用回归方法及数学校正模式,获得待测成分的含量。

4 试剂和材料

4.1 P10 气体:90%氩气和 10%甲烷的混合气体。

4.2 有证标准物质:用于分析绘制校准曲线,所选有证标准物质各分析元素含量应覆盖分析范围且有适当的梯度;用于进行漂移校正的有证标准物质应有良好的均匀性。可采用的有证标准物质参见附录 A。

4.3 无水乙醇:分析纯。

5 仪器

波长色散 X 射线荧光光谱仪,应满足 GB/T 16597 要求。仪器工作条件参见附录 B。

6 试样制备

6.1 根据 GB/T 20066 将样品制备成块状。

6.2 通过车、铣、刨或金相砂纸研磨等方法,将样品表面研磨成平整、光洁的分析面。试样的大小取决于试样盒的几何尺寸,分析面应能全部遮盖试样盒面罩。

6.3 用乙醇(4.3)清洁试样表面,然后置于干燥器中备用,并且应尽快测定。

6.4 采用与试样相同的方法处理有证标准物质。

7 分析步骤

7.1 标准曲线的制定

选用至少 6 个有证标准物质,每个元素都应具有足够的含量、范围又有一定梯度。根据设定好的仪器工作条件(参见附录 B)测定各待测元素的 X 射线荧光强度。以待测元素的浓度为横坐标,X 射线荧光强度为纵坐标,分别绘制各待测元素的标准曲线。

可根据实际情况选择合适的校正方程,如理论 α 影响系数法、基本参数法、经验 α 影响系数法等。但须注意校正方程参数的个数。校正方程参数是指曲线的截距、斜率、经验 α 影响系数和谱线重叠系数等。每增加一个参数,须增加 3 个校正样品以确保该参数的可靠性。推荐采用理论 α 影响系数法,其校正方程参见附录 C。

7.2 漂移校正

采用单点校正或两点校正法,选择合适的有证标准物质校正仪器漂移。校正的间隔时间可根据仪器的稳定性决定。当仪器长时间关机或者更换流气计数器的气体后,应进行漂移校正。

7.3 样品的测定

在仪器最佳测量条件下测量试样中待测元素的 X 射线荧光强度。

8 结果计算

根据试样中待测元素的 X 射线荧光强度,从校准曲线上计算得到试样中各元素含量,结果以质量分数表示。

所得结果含量大于 0.10% 时,保留至小数点后两位;含量小于 0.10% 时,保留至小数点后 3 位。

9 精密度

由 8 个实验室对 6 个水平的试样进行方法精密度试验,结果见表 2。

表 2 精密度

元素	水平范围	重复性限 r	再现性限 R
Al	0.019~0.081	$r=0.004$	$R=0.008$
Co	0.020~0.14	$r=0.005\ 04m+0.007\ 26$	$R=0.005\ 24m+0.007\ 96$
Cu	0.045~0.43	$r=0.002$	$R=0.007$
Mn	0.089~1.27	$r=0.006\ 57m+0.009\ 12$	$R=0.006\ 71m+0.009\ 18$
Mo	0.015~0.61	$r=0.012$	$R=0.013$
Ni	0.21~10.35	$r=0.001\ 68m+0.003\ 92$	$R=0.001\ 96m+0.003\ 92$
P	0.008~0.034	$r=0.004\ 76m+0.001\ 12$	$R=0.007\ 84m+0.001\ 12$
S	0.003~0.025	$r=0.001$	$R=0.003$
Si	0.40~0.70	$r=0.007$	$R=0.015$
Ti	0.060~0.38	$r=0.003$	$R=0.004$
注: 式中 m 是分析元素的含量,用质量分数计,以%表示。在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限(r),大于重复性限(r)的情况以不超过 5%为前提;在再现性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),大于再现性限(R)的情况以不超过 5%为前提。			

SN/T 3789—2014

附 录 A
(资料性附录)
有证标准物质

有证标准物质中各成分含量见表 A.1。

表 A.1 有证标准物质中各成分含量

编号	成分含量/%									
	Al	Co	Cu	Mn	Mo	Ni	P	S	Si	Ti
GBW 01605	T	0.016	0.056	0.130	0.064	0.500	0.006	0.003	0.223	0.041
GBW 01606	T	0.054	0.284	0.337	0.353	0.393	0.010	0.032	0.420	0.079
GBW 01608	T	0.078	0.374	0.740	0.244	0.461	0.026	0.005	0.772	0.371
GBW 01609	T	0.116	0.522	0.983	0.487	0.771	0.043	0.041	0.487	0.187
GBW 0159	0.255 *	0.018	0.378	0.707	0.056	6.030	0.044	0.053	0.253	0.051
GSBA 68002	0.074	0.093	0.363	0.981	0.350	11.520	0.037	0.016	0.413	0.210
GSBA 68003	0.038	0.130	0.276	1.980	0.690	13.120	0.040	0.018	0.960	0.510
GSBA 68004	0.240	0.160	0.303	1.570	0.500	16.410	0.028	0.020	0.920	1.030
GSBA 68005	0.260	0.059	0.126	0.732	0.260	9.050	0.018	0.038	0.654	0.570
GSBA 68006	0.034	0.013	0.049	0.156	0.079	6.930	0.005	0.003	0.171	0.310
GSBA 68007	0.200	0.028	0.098	0.356	0.170	7.820	0.010	0.002	1.080	0.710
JSM M203 G-b	0.005	0.190	0.190	1.370	1.140	3.870	0.029	0.005	1.260	0.300
JSM M203 I-b	0.004	0.003	0.010	0.210	0.046	0.010	0.008	0.024	0.190	0.010
BS 154	0.002 *	0.019	0.063	0.100	0.310	0.250	0.027	0.302	1.260	0.004 *
注：“T”表示为痕量(Trace)；“*”表示为不确定值。										

附 录 B
(资料性附录)
仪器测量条件

推荐的仪器测量条件见表 B.1。

表 B.1 推荐的仪器测量条件

成分	谱线	电压 kV	电流 mA	准直器 (°)	晶体	探测器	峰位 (°)	背景 (°)
Al	KA1	27	111	0.46	PET	FC	144.719	142.340
Co	KA1	60	50	0.23	LiF200	SC	52.761	34.623
Cu	KA1	60	50	0.46	LiF200	SC	45.020	—
Mn	KA1	60	50	0.23	LiF200	SC	62.975	—
Mo	KA1	60	50	0.46	LiF200	SC	20.303	22.181
Ni	KA1	50	10	0.23	LiF200	SC	48.666	—
P	KA1	27	111	0.23	Ge	FC	141.094	142.476
S	KA1	27	111	0.23	Ge	FC	110.760	110.189
Si	KA1	27	111	0.46	PET	FC	109.018	—
Ti	KA1	50	60	0.46	LiF200	FC	86.181	—

注：FC——流光计数器；SC——闪烁计数器。

附 录 C
(资料性附录)
校 正 方 程

理论 α 影响系数法的校正方程见式(C.1)。

$$C_i = s \times (1 + \sum \alpha_{ij} \times C_j) (1 + \sum \beta_{ij} \times I_j) \times I_i + b \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

C_i ——测量元素的浓度，%；

s ——校准曲线的斜率；

α_{ij} ——影响元素对测量元素的理论 α 影响系数；

C_j ——影响元素的浓度，%；

β_{ij} ——谱线重叠系数；

I_j ——重叠谱线的强度；

I_i ——测量元素的强度；

b ——校准曲线的截距。
