



中 国 材 料 与 试 验 团 体 标 准

T/CSTM XXXX—XXXX

钛白粉中特定氧化物的测定 X 射线荧光光谱法

Determination of specific oxides in titanium dioxide pigment

by X-ray fluorescence spectrometry

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2018-08-29）

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

中 关 村 材 料 试 验 技 术 联 盟
中国材料与试验团体标准委员会 发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由中国材料与试验团体标准委员会化工材料领域委员会涂料和颜料技术委员会（CSTM/FC05/TC05）提出。

本标准由中国材料与试验团体标准委员会化工材料领域委员会涂料和颜料技术委员会（CSTM/FC05/TC05）归口。

本标准负责起草单位：山东东佳集团股份有限公司、淄博市出入境检验检疫局。

本标准参与起草单位：。

本标准主要起草人：。

钛白粉中特定氧化物的测定 X 射线荧光光谱法

1 范围

本标准规定了用X射线荧光光谱法测定钛白粉中二氧化钛(TiO_2)、二氧化硅(SiO_2)、三氧化二铝(Al_2O_3)和三氧化二铁(Fe_2O_3)含量的测试原理、试剂或材料、仪器设备、样品、试验步骤、试验数据处理、精密度和试验报告等内容。

本标准适用于钛白粉中上述四种特定氧化物含量在0.005%以上的样品测定。其它类型氧化物的测定也可参考本标准。

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，仅所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 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

试样以熔片法或压片法制成试样片，用X射线荧光光谱法测定待测元素特征谱线的X射线荧光光谱强度。标准样品用同样的方法制样测试，在特征谱线附近位置的基线处测量背景，作为试样背景扣除。用理论 α 系数校正元素间的基体效应，同时进行谱线干扰校正，校正后的谱线强度和浓度作校准曲线。根据待测元素的X射线荧光光谱强度与待测元素对应氧化物含量之间的定量关系，计算出氧化物的含量。

4 试剂或材料

除非另有规定，在分析中仅使用确认为分析纯及以上纯度的试剂。

- 4.1 二氧化钛：光谱纯，1050℃灼烧至少 1h，在干燥器中冷却至室温备用。
- 4.2 二氧化硅：光谱纯，1050℃灼烧至少 1h，在干燥器中冷却至室温备用。
- 4.3 三氧化二铝：光谱纯，1050℃灼烧至少 1h，在干燥器中冷却至室温备用。
- 4.4 三氧化二铁：光谱纯，1050℃灼烧至少 1h，在干燥器中冷却至室温备用。
- 4.5 四硼酸锂：分析纯。
- 4.6 溴化锂：分析纯。
- 4.7 硼酸：分析纯。
- 4.8 氩气-甲烷气混合气体：90%氩气+10%甲烷气。

5 仪器设备

- 5.1 波长色散型 X 射线荧光光谱分析仪：端窗铑靶 X 射线管，功率不低于 3kW。
- 5.2 天平：精度 0.1mg。
- 5.3 铂-黄金坩埚（95%Pt+5%Au）。
注：熔片在铂-黄金坩埚中熔融后直接成型时，铂-黄金坩埚底面内壁应平整光滑。
- 5.4 铂-黄金铸模（95%Pt+5%Au）：厚度约 1 mm，不易变形。铸模定期用粒度为 14μm 的金刚砂软膏抛光，使玻璃片易从铸模中剥离而不破裂。
- 5.5 熔样机：自动火焰熔样机或高频电感熔样机。若用其他类型的熔样机，温度不低于 1100℃, 且可控温度。
- 5.6 粉末压样机：最高压力不小于 15MPa，可选择设置制片压力。
- 5.7 干燥器：内盛有适宜的干燥剂。
- 5.8 马弗炉：最高温度不低于 1100 ℃。
- 5.9 瓷坩埚：容积 30mL。
- 5.10 电热板：功率 1.5kW。
- 5.11 干燥箱：能维持温度(105±2)℃。

6 样品

按GB/T 3186的规定取样，也可按商定方法取样。取样量根据检验需要确定。

将试样磨细，全部过孔径为 75μm 筛，放置干燥箱内于(105±2℃)下预先干燥 2h 至 4h，置于干燥器中保存。

7 试验步骤

7.1 平行试验

平行做两份试验。

7.2 样片的制备

7.2.1 熔片法

7.2.1.1 烧失量的测定

用洁净的瓷坩埚，于1050℃温度下灼烧至恒重，冷却备用。称取约2g（精确至0.1 mg）经干燥的试样，置于恒重的瓷坩埚内，然后置于马弗炉内，于1050℃灼烧至恒重，冷却至室温，置于干燥器中，灼烧后的试样用于制作测试样片。试样烧失量（LOI）以质量分数表示，按式(1)计算：

$$LOI = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100 \% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_0 ——经干燥的试样质量，单位为克(g)；

m_1 ——灼烧后试样质量，单位为克(g)。

标准样品的烧失量测定也按照上述步骤测试。

7.2.1.2 标准样片的制备

用国家级标准物质或光谱纯试剂按适当比例配制标准样品。选用标准样品绘制标准曲线时，每个化学成分应具有足够的含量范围又有一定的梯度。

在铂-黄金坩埚中定量称取标准样品、四硼酸锂熔剂（精确至0.1mg，样品熔剂比为1：20）混合均匀后加入2~3滴溴化锂脱模剂，放入熔样机中，升温至1050℃，至完全熔融，然后倒入铂-黄金铸模中，冷却至室温，制成表面光滑、无明显裂纹等缺陷的玻璃熔片，放于干燥器内保存，防止吸潮和污染。测量时，只能拿样片的边缘，避免X射线测量面的污染。

如国家标准物质有烧失量数值，配制时实际称样量可通过换算获得。

7.2.1.3 测试样片的制备

测试样片的制备步骤与标准样片的制备（见7.2.1.2）一致。

7.2.2 压片法

7.2.2.1 标准样片的制备

用国家级标准物质或光谱纯试剂按适当比例配制标准样品。选用标准样品绘制标准曲线时，每个化学成分应具有足够的含量范围又有一定的梯度。

称取约4-10g（精确至0.1mg）标准样品放于模具中，用硼酸粉末镶边垫底，在粉末压样机中加压至10MPa，保持5s，减压取出，放于干燥器内保存，防止吸潮和污染。制得的标准样片应表面光滑、无明显裂纹等缺陷。测量时，只能拿样片的边缘，避免X射线测量面的污染。

7.2.2.2 测试样片的制备

测试样片的制备步骤与标准样片的制备（见7.2.2.1）一致。

7.3 X射线荧光光谱分析

7.3.1 测量条件

设置合适的X射线管电压、电流，输入各分析元素的测量参数和标准样片中各氧化物的含量。由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不能给出X射线荧光光谱分析的普遍参数，列于附录A的参数已被证明对测试是合适的。

7.3.2 背景校正

在特征谱线附近位置的基线处测量背景，作为试样背景扣除。特征谱线的峰值X射线强度扣除背景X射线强度后作为分析线净强度进行计算。

7.3.3 标准曲线的建立

测量系列标准样片中的每种被测元素的谱线强度。测量得到的X射线强度经背景校正（7.3.2）后与相应的每种特定氧化物的含量之间建立校准曲线。用理论 α 系数校正元素间的基体效应。如果存在谱线重叠干扰的元素，须进行谱线重叠干扰校正。

7.3.3.1 校准曲线的确认

用未参与标准曲线建立的另一标准样品进行测定。浓度的测定值与标准样品/标准物质的证书值之差应小于重复性限的0.71倍，确认校准曲线有效，否则无效，应重新制作。

7.3.3.2 漂移校正

用校正样品的方式,选择有良好均匀性和稳定性的合适的标准化试料片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。

7.3.4 试样测试

按与测试标准样片相同的测试条件测试待测样片,测试样片的X射线强度应当在校准曲线的范围内。根据校准曲线(见7.3.3),计算测试样片中被测元素氧化物*i*的含量 C_i 。

8 试验数据处理

8.1 熔片法

试样中待测元素*i*的氧化物的含量以质量分数 w_i 计,按下列公式计算:

$$w_i = \frac{C_i \times (100 - LOI)}{100} \dots\dots\dots (2)$$

式中:
 C_i ——测试样片中待测元素*i*的氧化物的含量,以%表示;
 LOI ——试样的烧失量,以%表示。

8.2 压片法

试样中待测元素*i*的氧化物的含量以质量分数 w_i 计,按下列公式计算:

$$w_i = C_i \dots\dots\dots (3)$$

式中:
 C_i ——测试样片中待测元素*i*的氧化物的含量,以%表示。

8.3 数据修约

计算两次平行试验测试结果的平均值,以平均值报出结果。当测定值大于等于0.10%时,保留至小数点后两位;当测定值大于等于0.005%,小于0.10%时,保留至小数点后三位。所有结果数据按GB/T 8170的规定进行修约。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下,当测试结果不大于0.05%时,两次独立测试结果的相对偏差不大于20%;当测试结果大于0.05%时且不大于2%时,两次独立测试结果的相对偏差不大于15%;当测试结果大于2%且不大于50%时,两次独立测试结果的相对偏差不大于10%;当测试结果大于50%时,两次独立测试结果的相对偏差不大于5%。

9.2 再现性

在再现性条件下,当测试结果不大于0.05%时,两次独立测试结果的相对偏差不大于40%;当测试结果大于0.05%且不大于2%时,两次独立测试结果的相对偏差不大于30%;当测试结果大于2%且不大于50%

时，两次独立测试结果的相对偏差不大于20%；当测试结果大于50%时，两次独立测试结果的相对偏差不大于10%。

10 试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

- a) 本标准编号；
- b) 识别待试产品必需的全部细节；
- c) 所使用的方法（熔片法或压片法）；
- d) 与规定试验方法的任何差异；
- e) 观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
X 射线荧光光谱法测定条件

X射线荧光光谱法测定条件见表A. 1。

表 A. 1 测量参数推荐表

待测元素	测量谱线	2θ角度 (°)	光管电压 kV	光管电流 mA	测量时间 s	狭缝 参数	探测器	分析 晶体	干扰 谱线
Ti	Kα	86.1616	40	75	10	150μm	FC ^a	LiF200	BaLα
Si	Kα	109.1154	24	125	10	300μm	FC	PE002	Al KA1
Al	Kα	144.9156	24	125	10	300μm	FC	PE002	/
Fe	Kα	85.8824	60	50	8	150μm	FC	LiF200	/
^a 流光正比计数器									

参 考 文 献

- [1] GB/T 1706—2006 二氧化钛颜料
- [2] GB/T 6005 试验筛 金属丝编织网、穿孔网和电成型薄板筛孔的基本尺寸
- [3] GB/T 15000.7—2012 标准样品工作导则（7）标准样品生产能力的通用要求
- [4] GB/T 21114—2007 耐火材料 X射线荧光光谱化学分析 熔铸玻璃片法
- [5] GB/T 30905-2014 无机化工产品 元素含量的测定 X射线荧光光谱法