

ICS 73.060  
D 43



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 17416.2—2010  
代替 GB/T 17416.2—1998

GB/T 17416.2—2010

## 锆矿石化学分析方法 第2部分：锆量和铪量测定

Method for chemical analysis of zirconium ores—  
Part 2: Determination of zirconium and hafnium contents

中华人民共和国  
国家标准  
锆矿石化学分析方法  
第2部分：锆量和铪量测定  
GB/T 17416.2—2010

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码：100045

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

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字  
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

书号：155066·1-41066 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



GB/T 17416.2—2010

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

GB/T 17416《锆矿石化学分析方法》共有两个部分：

- 第 1 部分：锆铪含量测定；
- 第 2 部分：锆量和铪量测定。

本部分为 GB/T 17416《锆矿石化学分析方法》第 2 部分。

本部分代替 GB/T 17416.2—1998《锆矿石化学分析方法 X 射线荧光光谱法测定锆量和铪量》。

本部分与 GB/T 17416.2—1998 相比，主要变化如下：

- 修改了本部分的中英文名称；
- 对文本格式进行了修改；
- 增加了警示、警告内容；
- 增加了试样条款。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：辽宁省地质实验研究所。

本部分主要起草人：王瑞敏、史军、王福林。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17416.2—1998。

6.1.5.3 进行仪器漂移校正:由计算机按式(2)对标准样片的净强度自动进行仪器漂移校正。

$$I_o = aI_n \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$I_o$ ——校正仪器漂移后的强度(CPS);

$I_n$ ——校正仪器漂移前的强度(CPS)。

6.1.6 计算理论影响系数

利用 NBSGSC 程序计算 Lachance 方程  $W_i = R_i(1 + \sum \alpha_{ij} W_j)$  理论影响系数  $\alpha_{ij}$  (熔融系统),存入计算机。理论影响系数见表 5。

表 5 消去烧失量的理论影响系数

分析组分	谱线	平均含量/%	基体组成											
			Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K <sub>2</sub> O	CaO	TiO <sub>2</sub>	MnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZrO <sub>2</sub>	HfO <sub>2</sub>
Na <sub>2</sub> O	K $\alpha$	5.00	0.120 2	0.153 1	0.177 6	0.198 3	0.213 2	0.259 5	0.293 8	0.355 8	0.547 5	0.579 7	0.402 2	0.399 1
MgO	K $\alpha$	10.00	0.564 7	0.174 8	0.191 4	0.212 9	0.229 1	0.263 8	0.298 0	0.360 2	0.555 9	0.588 3	0.459 0	0.482 9
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K $\alpha$	15.00	0.566 9	0.621 4	0.223 1	0.233 1	0.251 0	0.268 0	0.301 8	0.364 2	0.563 3	0.596 0	0.532 6	0.585 8
SiO <sub>2</sub>	K $\alpha$	60.00	0.569 1	0.624 2	0.692 1	0.276 8	0.282 0	0.273 1	0.306 3	0.368 2	0.569 6	0.602 5	0.624 3	1.532 3
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	K $\alpha$	1.00	0.569 9	0.625 5	0.694 1	0.756 2	0.339 6	0.275 6	0.308 2	0.369 8	0.574 1	0.607 1	0.734 1	1.626 7
K <sub>2</sub> O	K $\alpha$	5.00	0.556 8	0.613 8	0.684 2	0.748 2	0.834 7	0.547 8	0.333 4	0.326 6	0.454 2	0.486 9	2.147 9	2.480 6
CaO	K $\alpha$	20.00	0.562 9	0.620 4	0.691 5	0.756 2	0.843 6	2.538 8	0.608 8	0.373 0	0.476 4	0.501 0	2.165 4	2.548 7
TiO <sub>2</sub>	K $\alpha$	4.00	0.559 6	0.617 9	0.689 9	0.755 7	0.844 6	2.567 1	2.556 8	0.748 7	0.475 7	0.486 0	2.164 4	2.654 4
MnO	K $\alpha$	1.00	0.538 7	0.597 2	0.669 7	0.736 1	0.825 7	2.561 6	2.553 9	2.769 4	1.308 5	1.121 2	2.086 3	2.799 6
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K $\alpha$	13.00	0.550 3	0.609 4	0.682 5	0.749 5	0.840 0	2.591 5	2.584 6	2.803 7	1.329 9	1.359 0	2.078 1	2.925 8
ZrO <sub>2</sub>	K $\alpha$	5.00	0.571 2	0.634 7	0.713 7	0.786 8	0.885 6	2.793 0	2.795 3	3.054 1	5.405 3	5.424 7	5.852 2	14.753 3
HfO <sub>2</sub>	L $\beta$ 1	1.50	0.565 0	0.626 2	0.702 0	0.771 9	0.866 2	2.690 1	2.686 5	2.922 0	5.131 5	5.140 0	1.819 1	4.703 7

样品 0.9 g 精确到 0.1 mg, 无水四硼酸锂(3.15) 4.245 3 g 精确到 0.1 mg, 氟化锂(3.16)0.254 7 g 精确到 0.1 mg, 铯靶端窗 X 射线管, 50 kV, 入射角 63°, 出射角 40°。

6.1.7 计算校准曲线系数

6.1.7.1 根据理论影响系数(6.1.6)和校准样(6.1.3)推荐值,按式(1)计算校准样的“表观含量”。

$$R_i = W_i / (1 + \sum \alpha_{ij} W_j) \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$R_i$ ——表观含量;

$W_i, W_j$ ——校准样推荐值;

$\alpha_{ij}$ ——理论影响系数。

6.1.7.2 通过校准样的表观含量和扣除背景并经仪器漂移校正的分析线净强度(6.1.5.2)和(6.1.5.3),用回归法计算校准曲线系数  $a, b, c$  和经验的谱线重叠校正系数  $\beta_{ij}$ ,存入计算机。校准曲线见式(4)。

$$R_i = aI_i^2 + bI_i + c + \sum \beta_{ij} I_j \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$a, b, c$ ——校准曲线系数;

$I_i$ ——分析线强度,已经扣除了背景,但仍包含谱线重叠干扰的合强度(CPS);

$\beta_{ij}$ ——经验的谱线重叠校正系数;

$I_j$ ——干扰组分已经扣除了背景的强度(CPS)。

## 锆矿石化学分析方法 第 2 部分:锆量和铪量测定

警示:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

GB/T 17416 的本部分规定了 X 射线荧光光谱法测定锆矿石中锆量和铪量的方法。

本部分适用于锆矿石,也适用于其他稀有金属矿石中锆量和铪量的测定。

测定范围:0.001 6%~8.7%(质量分数)锆量(以二氧化锆计);0.003 4%~3.0%(质量分数)铪量(以二氧化铪计)。

### 2 原理

试料用四硼酸锂、氟化锂混合熔剂以 1:5 的样品熔剂比熔融制成熔片,用 X 射线荧光光谱法测定。用国家级标准物质和光谱纯试剂按适当比例配制的标准样品以及国家级标准物质作为校准标准,用理论影响系数法校正元素间的吸收-增强效应。

### 3 试剂

本部分所用试剂除非另有说明,分析时均使用符合国家标准和分析纯化学试剂。

- 3.1 氧化锆(光谱纯)。
- 3.2 氧化铪(光谱纯)。
- 3.3 碳酸钠。
- 3.4 氧化镁。
- 3.5 三氧化二铝。
- 3.6 二氧化硅。
- 3.7 磷酸二氢钾。
- 3.8 碳酸钙。
- 3.9 氧化钛。
- 3.10 二氧化锰。
- 3.11 三氧化二铁。
- 3.12 氧化锆。
- 3.13 氧化铪。
- 3.14 碳酸锶。
- 3.15 无水四硼酸锂:X 射线荧光光谱分析专用试剂,700 °C 灼烧 2 h。
- 3.16 氟化锂(优级纯)。
- 3.17 混合熔剂:称取 200.0 g 无水四硼酸锂(3.15),12.0 g 氟化锂(3.16)于玻璃乳钵中,轻轻仔细混匀,分装于若干个 300 mL 烧杯中,置于干燥器中冷却,备用。

### 4 仪器和设备

- 4.1 X 射线荧光光谱仪(Rh 靶端窗 X 射线管,50 kV,50 mA)。