

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2696—2010

煤灰和焦炭灰成分中主、次元素的测定 X 射线荧光光谱法

Determination of major and minor elements in coal ash and coke ash—
X-ray fluorescence spectrometric method

2010-11-01 发布

2011-05-01 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。

本标准修改采用 ASTM D4326:2004《X 射线荧光法测定煤灰和焦炭灰成分中主要和次要元素的标准试验方法》(英文版)。

本标准与 ASTM D4326:2004 相比,存在如下技术性差异:

- 删除 ASTM D4326:2004 表 1 中的铍元素,只列出测量的 12 个元素;
 - 删除 ASTM D4326:2004 的 5.3 中有关使用石墨坩埚的要求;
 - 删除 ASTM D4326:2004 的 5.5 中网筛应符合 ASTM E11 规范的要求;
 - 删除 ASTM D4326:2004 的 5.8 中有关能量色散 X 射线荧光光谱仪的要求,同时删除与 5.8.2 中与能量色散 X 射线荧光光谱仪有关的探测器内容;
 - 删除 ASTM D4326:2004 中 8.3 采用压片法样品制备步骤,同时删除与压片法样品制备有关的仪器(5.6)和试剂(6.5);
 - 删除 ASTM D4326:2004 中 10.1 内部实验室可以单次测量的规定;
 - 删除 ASTM D4326:2004 中精密度的要求;
 - 删除 ASTM D4326:2004 中“7 煤和焦炭灰化制备”,用 GB/T 1574—1995《煤灰成分分析方法》中“5 灰样的制备”替代;
 - 修改 ASTM D4326:2004 中熔融样片的说明,增加了详细的熔融样片步骤及所有试剂。
- 为了便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:
- 增加了本标准适用范围的说明;
 - 修改“本试验方法”一词改为“本标准”;
 - 修改 ASTM D4326:2004 中“5 仪器”与“6 试剂”的编排顺序调整为“4 试剂和材料”与“5 仪器”;
 - 修改 ASTM D4326:2004 中“6.4 熔剂”中增加了对所采用熔剂的说明;
 - 删除 ASTM D4326:2004 中意义及目的;
 - 删除 ASTM 指定标准号的说明;
 - 删除 ASTM D4326:2004 中 SI 单位的说明;
 - 删除 ASTM D4326:2004 中不是旨在说明所有安全事项的说明;
 - 删除 ASTM D4326:2004 中关键词说明;
 - 删除 ASTM D4326:2004 中安全警告的说明。

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:中华人民共和国天津出入境检验检疫局、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:谷松海、宋义、郭芬、魏红兵、王素梅、潘宏伟、林力、张建波。

煤灰和焦炭灰成分中主、次元素的测定

X 射线荧光光谱法

1 范围

本标准规定了煤灰和焦炭灰成分中主、次元素的 X 射线荧光光谱法测定方法。

本标准适用于煤灰、焦炭灰及煤矸石灰中硅、铝、铁、钙、镁、钠、钾、磷和钛含量的测定,各元素测定范围见表 1。

表 1 煤灰和焦炭灰中主、次元素氧化物的测定范围

氧化物	灰样,干态	
	测定范围(质量分数)	
SiO ₂	33.2~57.5	
Al ₂ O ₃	11.6~33.1	
Fe ₂ O ₃	3.1~41.8	
CaO	1.5~25.2	
MgO	0.4~4.5	
Na ₂ O	0.2~7.41	
K ₂ O	0.3~3.1	
P ₂ O ₅	0.1~3.4	
TiO ₂	0.5~1.5	
注: MnO ₂ 、SO ₃ 和 BaO 数值作为校正上述 9 个元素。测试范围 MnO ₂ : 0.008%~0.26%; SO ₃ : 0.05%~2.84%; BaO: 0.41%~14.72%。		

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 1574 煤灰成分分析方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 16597 冶金产品分析方法 X 射线荧光光谱仪通则

3 方法提要

依据 GB/T 1574 对煤或焦炭样品进行灰化并灼烧至恒重,用四硼酸锂和偏硼酸锂(12:22)混合熔剂将灰化后的试样熔融制备测试样片,测量待测元素的 X 射线荧光强度,根据待测元素的 X 射线荧光强度与待测元素含量之间的定量关系,选用回归方程及数学校正模式,计算出待测元素含量。