

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2023.05.009

Si 内标-X 射线衍射法定量测定 铁矿中 Fe_3O_4 、 Fe_2O_3 和 SiO_2

乔柱¹ 郑建明² 宋见峰³ 朱晓东⁴ 封亚辉^{2*}

(1. 连云港海关综合技术中心, 江苏 连云港 222042; 2. 南京海关工业产品检测中心, 南京 210019;
3. 江苏沙钢集团有限公司, 江苏 张家港 215625; 4. 上海思百吉仪器系统有限公司, 上海 200233)

摘要 铁矿物相的准确定量对矿物价值评价及选冶工艺研究有重要作用, 现有化学法流程复杂、效率低, X 射线衍射全谱拟合法可溯源性差, 结果准确性难以评价和验证。对制样条件、扫描参数、内标物选择、积分方式、重叠峰校正等进行优化选择, 建立了以 Si 为内标, 以 Cu 靶 X 射线为辐射光源, 步进扫描方式获得衍射谱图, 以待测相含量为横坐标, 待测相与内标相峰面积比值为纵坐标的校准曲线, 以曲线对铁矿中 Fe_3O_4 、 Fe_2O_3 和 SiO_2 物相进行定量的方法。结果表明, 试样全部通过 45 μm 标准筛, Si 内标比例为 10%, 步进长度 0.01°, 步进时间 30 s, 选择对 Fe_3O_4 (311)、 Fe_2O_3 (104)、 SiO_2 (011) 和 Si(111) 的衍射峰进行积分强度计算, 可获得最优结果。在选定工作条件下, Fe_3O_4 在 1.07%~100% 范围内线性相关系数(R^2)为 0.995 3, 相对标准偏差(RSD)1.1%~13.2%($n=6$), 加标回收率 99.7%~115%, 检出限(LOD)4.29%; Fe_2O_3 在 1.51%~100% 范围内线性相关系数(R^2)为 0.999 1, 相对标准偏差(RSD)2.8%~10.6%($n=6$), 加标回收率 87.1%~112%, 检出限(LOD)2.56%; SiO_2 在 0.79%~29.72% 范围内线性相关系数(R^2)为 0.995 7, 相对标准偏差(RSD)3.2%~10.3%($n=6$), 加标回收率 86.6%~98.9%, 检出限(LOD)0.68%。方法易溯源、准确性易评价和验证, 适合开展标准化检测和应用。

关键词 铁矿; 物相; 定量分析; 内标法; X 射线衍射(XRD)

中图分类号: O657.34 TH744.16 文献标志码: A 文章编号: 2095-1035(2023)05-0463-06

Quantitative Determination of Fe_3O_4 , Fe_2O_3 and SiO_2 in Iron Ore by Si Internal Standard-X-ray Diffraction Method

QIAO Zhu¹, ZHENG Jianming², SONG Jianfeng³, ZHU Xiaodong⁴, FENG Yahui^{2*}

(1. Comprehensive Technology Center of Lianyungang Customs, Lianyungang, Jiangsu 222042, China;

2. Nanjing Customs Industrial Product Testing Center, Nanjing, Jiangsu 210019, China;

3. Jiangsu Shagang Group Co., Ltd., Zhangjiagang, Jiangsu 215625, China;

4. Shanghai Spectris Instrument System Co., Ltd., Shanghai 200233, China)

Abstract Accurate phase quantification of iron ore plays an important role in mineral value evaluation and mining and processing research. The existing chemical testing process is complicated and inefficient, and the

收稿日期: 2022-07-18 修回日期: 2022-10-14

基金项目: 国家重点研发计划(2018YFF0215500)、海关总署科技项目(2021HK218)、南京海关科技项目(2021KJ01)、连云港市重点研发计划(SF2223)资助

作者简介: 乔柱, 男, 高级工程师, 主要从事矿产品检测研究。E-mail: 253441642@qq.com

* 通信作者: 封亚辉, 男, 研究员, 主要从事进出口商品检验研究。E-mail: eggshell618@139.com

引用格式: 乔柱, 郑建明, 宋见峰, 等. Si 内标-X 射线衍射法定量测定铁矿中 Fe_3O_4 、 Fe_2O_3 和 SiO_2 [J]. 中国无机分析化学, 2023, 13(5): 463-468.

QIAO Zhu, ZHENG Jianming, SONG Jianfeng, et al. Quantitative Determination of Fe_3O_4 , Fe_2O_3 and SiO_2 in Iron Ore by Si Internal Standard-X-ray Diffraction Method[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2023, 13(5): 463-468.

X-ray diffraction rietveld refinement method is of poor traceability and difficult to evaluate and verify the accuracy of results. The sample preparation conditions, scanning parameters, internal standard selection, integration method, and overlapping peak correction were optimized in the experiment. A method for the quantitative determination of Fe_3O_4 , Fe_2O_3 and, SiO_2 in iron ore by using Si as the internal standard and Cu target X-ray as a radiation source was established in the study. The diffraction spectrum was obtained by step scanning method. The calibration curve was established with the content of the measured phase as the abscissa and the peak area ratio of the measured phase to the internal standard phase as the ordinate. The results showed that all the samples passed the $45\ \mu\text{m}$ standard sieve. The proportion of Si internal standard was 10%, the step length was 0.01° and the step time was 30 s. The integral strength of the diffraction peaks of Fe_3O_4 (311), Fe_2O_3 (104), SiO_2 (011), and Si(111) was calculated, and the optimized results were obtained. Under the selected working conditions, the linear correlation coefficient (R^2) of Fe_3O_4 in the range of 1.07%—100% was 0.995 3, the relative standard deviation (RSD) was 1.1%—13.2% ($n=6$), the recovery was 99.7%—115%, and the detection limit (LOD) was 4.29%. The linear correlation coefficient (R^2) of Fe_2O_3 in the range of 1.51%—100% was 0.999 1, the relative standard deviation (RSD) was 2.8%—10.6% ($n=6$), the recovery was 87.1%—112%, and the detection limit (LOD) was 2.56%. The linear correlation coefficient (R^2) of SiO_2 was 0.995 7 in the range of 0.79%—29.72%, the relative standard deviation (RSD) was 3.2%—10.3% ($n=6$), the recovery was 86.6%—98.9% and the detection limits (LOD) was 0.68%. The method is easy to trace, easy to evaluate and verify, and suitable for standardized testing and application.

Keywords iron ore; phase; quantitative analysis; internal standard method; X-ray diffraction (XRD)

物相是物质中具有特定物理化学结构的相,同一元素在物质中可以不同化合物状态存在。铁矿资源是保障国民经济和社会发展最重要的物质基础之一,其含量在自然界已探明种类达 170 多种,但具工业价值种类却并不多,常见有磁铁矿(Fe_3O_4)、赤铁矿(Fe_2O_3)、褐铁矿(Fe_2O_3 、 FeOOH 混合物)等^[1]。铁矿因矿物及脉石组成不同,其选矿和冶炼工艺也不同,目标金属的回收率和回收成本也各异^[2]。物相定量分析可为选矿方案和冶炼工艺选择和优化提供重要依据^[3-6],为铁矿商品工业利用价值评价^[7]提供重要参数。

对于铁矿物相定量分析,目前最常用的仍为化学法^[2,6-8],基于样品中各含铁矿物在溶剂中溶解特异性进行测定。化学法还存在消解条件难以控制,干扰因素复杂,测试流程长、效率低、准确性差等缺点^[2,7]。采用 X 射线衍射法(XRD)对岩矿样品进行物相定量分析为一种新发展起来的仪器法,常见有全谱拟合法^[9-12]、内标法^[13]、外标法^[14]和 K 值法^[15]等。对于铁矿样品仅发现曾令民^[11]用全谱拟合法对铁矿物相进行了简单定量实验。全谱拟合法因不需要参考样品和绘制曲线,操作便捷而得到广泛应用,但该方法为理论推测值,属于半定量方法。方法须获知样品全部物相,这对于基体复杂的天然矿物样品难以实现。该方法量值溯源难,测定结果准确性难以评价和验证^[16],在检测实验室难以推广应

用。本研究建立了以 Si 粉为内标物,采用 Cu 靶 X 射线辐射-单峰面积积分-内标法分析铁矿中 Fe_3O_4 、 Fe_2O_3 和 SiO_2 含量的方法,对制样条件、扫描参数、内标物选择、积分方式、谱峰重叠处理等进行优化和选择,并对方法的线性范围、检出限、定量限、准确性和回收率进行了研究。方法易评价、易溯源,精密度和准确度满足定量分析要求,适用于常见铁矿物相含量分析,可作为方法的标准化应用和推广的技术依据。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

EmpyreanX 射线衍射仪(荷兰帕纳科有限公司);Cu 靶 $K\alpha$ 辐射,管电压 45 kV,管电流 40 mA,发散狭缝 DS 0.6 mm,防散射狭缝 SS 8 mm,阵列探测器,扫描类型为连续扫描,扫描范围 $10^\circ\sim 80^\circ$,步进长度 0.01° ,步进时间 30 s。KER-FK200A 密封式震动磨样机(镇江市科瑞制样设备有限公司)。

Fe_3O_4 、 Fe_2O_3 、 SiO_2 和 Si 均为单相高纯试剂,于干燥箱中(105 ± 5) $^\circ\text{C}$ 干燥 1 h,全部通过 $45\ \mu\text{m}$ 标准筛,备用。

1.2 样品制备及内标加入

分析试样制备:样品于干燥箱中(105 ± 5) $^\circ\text{C}$ 干燥 1 h,采取破碎-过筛-筛上物继续破碎-过筛,直至全部通过 $45\ \mu\text{m}$ 标准筛。

内标试样制备:称取分析试样($9.0 \pm 0.000 1$)g,加入高纯硅($1.0 \pm 0.000 1$)g,于玛瑙研钵中搅拌均匀,并研磨10 min。

1.3 参考样品制备及内标加入

称取试剂 Fe_3O_4 、 Fe_2O_3 和 SiO_2 ,按质量比配制各组分分成梯度含量参考样品若干个(≥ 5)为系列参考样品。

称取参考样品($9.0 \pm 0.000 1$)g,各加入内标Si($1.0 \pm 0.000 1$)g,搅拌均匀,于玛瑙研钵中研磨10 min,为系列内标参考样品。

1.4 测试与计算

将含内标的参考样品和试样,用薄板法制成待测样片,用预先设定好参数的X射线衍射仪进行谱图扫描。选择对 Fe_3O_4 (311)、 Fe_2O_3 (104)、 SiO_2 (011)和Si(111)的衍射峰进行积分强度计算。以待测相含量为横坐标,待测相与内标相衍射峰积分强度比值为纵坐标建立校准曲线,对试样中 Fe_3O_4 、 Fe_2O_3 和 SiO_2 含量进行定量。

2 结果与讨论

2.1 样品粒度

衍射强度与参与衍射的粉末晶体数量及分布相关,样品粒度对衍射强度有重要影响。粒度过大,样片表面不易平整,单位面积晶粒数量及晶面分布的随机性降低,造成衍射峰积分强度、峰高均降低,峰背比减小。

考察不同粒度段下试剂 Fe_3O_4 的衍射谱图,样品颗粒较大时,衍射峰强度较弱,主要是粗大的样品装填后其表面晶体颗粒数量会比较少,参与衍射的晶面减少,微量衍射峰变得更弱甚至消失。随着粒度的减小,峰高明显增强,峰形变得更尖锐,分辨率增高,微量衍射峰变得明显。对不同粒度下样品谱峰 Fe_3O_4 (220)的谱峰参数进行分析,结果见表1。

表1 不同粒度样品的 Fe_3O_4 (220)谱峰参数

Table 1 Fe_3O_4 (220)peak parameters of samples with different particle sizes

序号	粒径/ μm	峰高/ (counts \cdot s $^{-1}$)	峰宽 $2\theta/(\circ)$	峰背比	积分强度
1	200~450	11.67	0.24	0.48	3.24
2	100~200	19.23	0.19	0.56	3.81
3	75~100	31.08	0.18	0.76	3.95
4	45~75	50.47	0.17	1.03	7.82
5	31~45	62.42	0.17	1.08	10.11
6	15~31	62.43	0.17	1.10	10.31
7	<15	62.32	0.17	1.09	10.26

由表1可以看出,粒度对峰高、峰宽、峰背比、积

分强度等参数有重要影响。随着粒度的减小,峰高增强,峰宽减小,峰背比增高,积分强度增大。当粒径小于45 μm 时,随着粒度进一步减小,峰参数已变化不大。在实际测量中,追求过小的粒度,造成制样时间长,晶面容易受损,导致衍射峰宽化。综上,选择制样样品通过45 μm 标准筛。

2.2 内标物及添加比例

内标物应选择结构稳定、峰形尖锐、信号灵敏和待测物谱线重叠少的纯物质,对刚玉 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 、NaCl、KCl和Si进行了实验,发现 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 谱线多,与 Fe_2O_3 (110)、 Fe_3O_4 (311)衍射峰重叠;KCl与 Fe_2O_3 (024)部分重叠;NaCl易吸水潮解,稳定性差;Si衍射峰灵敏度高,谱线少,和铁矿中常见衍射峰无重叠。最终选择以Si为内标物。

内标物加入比例,应使样品主要谱峰强度与内标峰强度相当为宜。在样品中加入不同比例的Si,发现样品与Si比例为9:1时满足要求。

2.3 步进长度

步进长度简称步长,步长过大,扫描有效信息不足,谱图失真,低强度谱峰不易被识别。步长越小,相同角度范围内采集数据点越多,谱图可信度增高,但测试耗时增大。对于定量分析合理的步长设置需满足一个衍射峰峰宽范围扫描点不少于10个。

实验发现样品主要谱峰的步长多分布 $0.16^\circ \sim 0.3^\circ$ 范围内,扫描步长达到 0.01° 水平时,衍射峰分辨率较好,数据点满足样品定量测试要求。

2.4 每步时间

每步扫描时间会影响谱图信噪比、精密度等信息。随着扫描时间的增长,信噪比增大,精密度提高,谱峰参数见表2。

表2 不同扫描时间下 Fe_3O_4 (311)谱峰参数

Table 2 Peak parameters of Fe_3O_4 (311)at different scanning time($n=6$)

每步时间/s	信噪比	峰面积	
		均值	RSD/%
2.5	10.83	52.79	2.8
5	19.12	55.49	0.83
10	30.90	55.28	0.72
15	38.68	55.67	0.64
20	44.06	55.84	0.59
25	51.95	55.72	0.42
30	54.50	55.92	0.25
40	54.64	55.87	0.25
50	54.72	55.83	0.24

由表2可以看出,扫描时间低于30 s时,随着扫描时间的增长,谱峰信噪比和精密度明显提高;当

扫描时间超过 30 s 时,信噪比和精密度随时间的变化趋于稳定。因此扫描时间应不小于 30 s。

2.5 峰强计算和重叠校正

衍射峰强度计量方式分高度和面积两种,分别以背景线以上的净高度和净面积计算。峰面积相对于峰高受实验条件的影响小,结果更稳定。对同一试样进行多次扫描,不同衍射峰峰高和峰面积统计(表 3)表明,峰面积精密度优于峰高积分。

表 3 不同衍射峰的峰高和峰面积积分对比

Table 3 Peak height and peak area integral comparison of different diffraction peaks ($n=6$)

峰位	峰高		峰面积	
	均值	RSD/%	均值	RSD/%
Fe ₃ O ₄ (311)	77.79	4.27	31.90	0.90
Fe ₂ O ₃ (104)	52.51	3.64	17.20	1.1
SiO ₂ (011)	160.16	1.86	27	0.70

在必须选择重叠峰进行面积积分时,需进行重叠峰校正。单个物相因晶面间距不同对应多个衍射

峰,不同衍射峰之间强度比为定值。设物相 j 有衍射峰 a ,物相 i 有衍射峰 m 和 n ,混合相中峰 a 与 m 重叠,重叠峰总强度为 $I_{ja,im}$ 。在物相 i 中,令 $I_{im}/I_m = t$, t 值可实验测定。以 $I_{ja} = I_{ja,im} \cdot (1 - I_{im} \cdot t)$ 对重叠峰进行扣除校正。

铁矿样品中 Fe₃O₄ (311) 峰与 Fe₂O₃ (110) 峰重叠。以 Fe₂O₃ 和 SiO₂ 配制了 6 个 Fe₂O₃ 含量不同的试样分别对 $I_{Fe_2O_3(110)}/I_{Fe_2O_3(104)}$ 测量,得均值 $t=0.7409$, $RSD=1.26\%$ 。以 $I_{Fe_3O_4(311)} = I_{总} \cdot (1 - I_{Fe_2O_3(104)} \cdot t)$ 对 Fe₃O₄ (311) 峰面积进行计算。从以 Fe₃O₄ (311) 峰建立的工作曲线以及相应的精密度和加标回收率看,重叠峰扣除校正的方法是准确和适用的。

2.6 工作曲线建立

优先选择相对强度高、谱线重叠少的、低角度的衍射峰。 2θ 角在 45° 以上的衍射峰峰宽增大,强度减小,一般不考虑选择。各物相主要 $10^\circ \sim 45^\circ$ 范围内的主要谱峰位置和相对强度见表 4。

表 4 Fe₃O₄、Fe₂O₃、SiO₂ 物相在 $10^\circ \sim 45^\circ$ 内主要峰位及相对强度

Table 4 Main peak positions and relative strength of Fe₃O₄, Fe₂O₃ and SiO₂ phases within $10^\circ - 45^\circ$

序号 No.	Fe ₃ O ₄			Fe ₂ O ₃			SiO ₂		
	hkl	$2\theta/^\circ$	$I/\%$	hkl	$2\theta/^\circ$	$I/\%$	hkl	$2\theta/^\circ$	$I/\%$
1	311	35.39	100	104	33.16	100	011	26.61	100
2	220	30.05	28.9	110	35.63	72.3	100	20.83	20.0
3	400	43.01	20.6	012	24.15	28.9			

注:hkl 为晶面指数;数据信息分别来自 2021-ICDD-PDF-2 数据库 01-089-0688、01-076-9684、01-089-8935 卡片。

以加入内标的参考样品待测物相衍射峰与内标 Si(111) 峰的面积比值为纵坐标,以待测物相在参考样品的百分含量为横坐标建立工作曲线,结果表明,选择不同晶面衍射峰时,含量(w)与对应衍射峰和

内标峰面积比值(k)均呈线性关系。选取不含待测物相的基体试样,以内标法在选定实验条件连续测定 11 次,以 3 倍比值的标准偏差计算检出限,以 10 倍比值的标准偏差计算定量限。工作曲线及结果见表 5。

表 5 以不同衍射峰为对象建立的工作曲线及曲线参数

Table 5 Working curves and curve parameters for different diffraction peaks

物相	hkl	拟合方程	R^2	线性范围/%	检出限/%	定量限/%
Fe ₃ O ₄	311	$k=0.0334w-0.0761$	0.995 3	1.07~100	4.29	9.00
Fe ₃ O ₄	220	$k=0.0092w-0.0129$	0.998 3	1.07~100	5.11	13.94
Fe ₂ O ₃	104	$k=0.0227w-0.0171$	0.999 1	1.51~100	2.56	5.82
Fe ₂ O ₃	012	$k=0.0070w-0.0093$	0.996 5	1.51~100	6.26	17.76
SiO ₂	011	$k=0.0400w+0.0028$	0.995 7	0.79~29.72	0.68	2.52
SiO ₂	100	$k=0.0045w-0.0059$	0.937 1	0.79~29.72	8.25	24.45

注:表中 Fe₃O₄ (311) 峰曲线拟合时使用重叠校正后面积。

从表 5 可以看出,最强峰 Fe₃O₄ (311) 存在重叠干扰,经过校正后建立的曲线优于次强峰对应曲线。各物相以最强峰建立的曲线,其灵敏度(斜率)、检出限和定量限均优于其他峰。因此,在样品测试中优先选择

以 Fe₃O₄ (311)、Fe₂O₃ (104)、SiO₂ (011) 峰对应曲线开展工作。

2.7 准确度、精密度和回收率

选取三个样品,按选定条件进行 6 个平行实验。同时向样品中添加单相高纯试剂进行回收实验,以

Fe₃O₄(311)、Fe₂O₃(104)、SiO₂(011)峰对应工作曲线计算结果,各物相精密度及回收率结果(表6),其中1#样品为配制样品,标准值为Fe₃O₄(45.85%)、

Fe₂O₃(26.72%)和SiO₂(26.49%),测试值与标准值的相对标准偏差分别为Fe₃O₄(3.21%)、Fe₂O₃(2.36%)和SiO₂(2.75%)。

表6 Fe₃O₄、Fe₂O₃和SiO₂含量测试精密度及回收率实验

Table 6 Experiment of precision and standard addition recovery on the text of Fe₃O₄, Fe₂O₃ and SiO₂ (n=6)

样品编号	物相	测定值/%	RSD/%	加标量/%	测得总量/%	回收率/%
1#	Fe ₃ O ₄	47.32	4.6	10.12	57.41	99.7
	Fe ₂ O ₃	27.35	4.4	6.21	34.32	112
	SiO ₂	25.78	3.2	10.05	35.72	98.9
2#	Fe ₃ O ₄	83.97	1.1			
	Fe ₂ O ₃	3.42	10.6	3.56	6.52	87.1
	SiO ₂	4.35	4.3	3.04	7.29	96.7
3#	Fe ₃ O ₄	5.96	13.2	5.07	11.78	115
	Fe ₂ O ₃	70.02	2.9			
	SiO ₂	2.23	10.3	1.49	3.52	86.6

3 结论

通过对制样条件、扫描条件、内标物选择、积分方式、重叠峰校正等优化和选择等,建立了以Si为内标,Cu靶X射线为辐射源,单峰面积积分内标法定量分析铁矿中Fe₃O₄、Fe₂O₃和SiO₂的方法。实验表明在样品粒度过45 μm标准筛,扫描步长0.01°,步进时间30 s条件下扫描的谱图稳定且满足定量分析需求。选取Fe₃O₄(311)、Fe₂O₃(104)和SiO₂(011)单峰进行面积积分,以Si(111)为内标参考进行待测相含量定量计算。结果表明该方法相较于传统的全谱拟合法具有准确性易评价、量值易溯源的特点,满足铁矿主要物相的标准化定量分析要求,为商品铁矿的物相分析和评价提供了新的方法和手段。

参考文献

- [1] 印万忠,侯英,李闯,等.实用铁矿石选矿手册[M].北京:化学工业出版社,2016.
YIN Wanzhong, HOU Ying, LI Chuang, et al. Practical manual for iron ore dressing [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2016.
- [2] 董娇,王微,耿鑫.铁矿石的物相分离及测定[J].辽宁化工,2018,47(4):287-289,292.
DONG Jiao, WANG Wei, GENG Xin. Phase separation and determination of iron ore [J]. Liaoning Chemical Industry, 2018, 47(4): 287-289, 292.
- [3] 彭成,魏建民,赵永成.铁物相分析在某选矿厂工艺流程优化研究中的应用[J].现代矿业,2020,36(10):242-243.
PENG Cheng, WEI Jianmin, ZHAO Yongcheng. Application

of iron phase analysis in process optimization of a concentrator [J]. Modern Mining, 2020, 36 (10): 242-243.

- [4] 陈燕芳,程之江,龚祖星,等.浙江萤石尾矿库的取样调查和再利用建议[J].中国无机分析化学,2018,8(1):14-16.
CHEN Yanfang, CHENG Zhijiang, GONG Zuxing, et al. Sampling survey and reuse suggestion for fluorite tailing reservoirs in Zhejiang [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2018, 8(1): 14-16.
- [5] 钟祥,史志新,高健.攀西地区白马钒钛磁铁矿工艺矿物学探讨[J].冶金分析,2021,41(10):29-35.
ZHONG Xiang, SHI Zhixin, GAO Jian. Discussion on process mineralogy of Baima vanium-titanium magnetite in Panxi area [J]. Metallurgical Analysis, 2021, 41(10): 29-35.
- [6] 秦树辰,蒋开喜,张邦胜,等.硫化锌精矿氧压酸浸渣中硫和铁的物相存在形式及其含量的测定[J].中国无机分析化学,2016,6(3):57-61.
QIN Shuchen, JIANG Kaixi, ZHANG Bangsheng, et al. Study on phase form and content of sulfur and iron in oxygen pressure acidic leaching residue of sphalerites [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2016, 6(3): 57-61.
- [7] 黄宝贵,张志勇,杨林,等.中国化学物相分析研究的新成就(下)[J].中国无机分析化学,2011,1(3):8-15.
HUANG Baogui, ZHANG Zhiyong, YANG Lin, et al. Recent achievements on chemical phase analysis in China (Second half) [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2011, 1(3): 8-15.
- [8] 徐本平.钒钛物料中钒钛化学物相分析现状及最新进展[J].中国无机分析化学,2014,4(2):18-23.
XU Benping. Current status and latest progress of

- chemical phase analysis of vanadium and titanium in vanadium and titanium containing metallurgical materials[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2014, 4(2):18-23.
- [9] 付伟, 彭召, 罗鹏, 等. XRD-Rietveld 全谱拟合法应用于土壤样品物相定量的准确性检验: 模拟实验与方法对比[J]. 光谱学与光谱分析, 2020, 40(3):950-955.
FU Wei, PENG Zhao, LUO Peng, et al. Accuracy testing of soil mineral quantification by XRD-rietveld full-spectrum fitting method: simulation experiments and comparison with traditional method[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2020, 40(3):950-955.
- [10] 曾令民, 杨喜英, 王力珩, 等. X 射线衍射里特沃尔德全谱图拟合法测定粉尘中游离的 SiO_2 [J]. 分析化学, 2008(5):599-603.
ZENG Lingmin, YANG Xiying WANG Liheng, et al. Determination of weight concentration of free silicon dioxide for dust using X-ray diffraction technique and rietveld refinement method [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2008(5):599-603.
- [11] 曾令民, 汪万林, 陆美文. X 射线全谱图拟合定量相分析铁矿石[J]. 广西科学院学报, 2010, 26(3):291-294.
ZENG Lingmin, WANG Wanlin, LU Meiwen. X-ray quantitative analysis of iron ore using rietveld refinement method[J]. Journal of Guangxi Academy of Sciences, 2010, 26(3):291-294.
- [12] 蒋晓光, 王岭, 储刚, 等. X 射线衍射法(XRD)分析煅烧白云石的物相组成[J]. 中国无机分析化学, 2012, 2(1):31-33, 36.
JIANG Xiaoguang, WANG Ling, CHU Gang, et al. Phase composition analysis of calcined dolomite by X-ray diffraction(XRD)[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2012, 2(1):31-33, 36.
- [13] 罗宇宏, 萧丽芳, 郑国华, 等. X-射线衍射内标法定量滑石粉中的温石棉[J]. 广州化学, 2019, 44(4):45-50.
LUO Yuhong, XIAO Lifang, Zheng Guohua, et al. Quantitative analysis of chrysotile in talc by X-ray diffraction internal standard method [J]. Guangzhou Chemistry, 2019, 44(4):45-50.
- [14] 戴苏云, 王冰, 王娜, 等. X 射线衍射法定量分析蒙脱石中的 $\alpha\text{-SiO}_2$ [J]. 光谱学与光谱分析, 2018, 38(增刊 1):293-294.
DAI Suyun, WANG Bing, WANG Na, et al. Quantitative analysis of $\alpha\text{-SiO}_2$ in montmorillonite by XRD technique[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2018, 38(Sup. 1):293-294.
- [15] 唐梦奇, 黎香荣, 刘国文, 等. X 射线衍射 K 值法定测定氧化铁皮中游离 $\alpha\text{-SiO}_2$ 的含量[J]. 岩矿测试, 2015, 34(5):565-569.
TANG Mengqi, LI Xiangrong, LIU Guowen, et al. Determination of free $\alpha\text{-SiO}_2$ content in mill scale by X-ray diffraction K value method[J]. Rock and Mineral Analysis, 2015, 34(5):565-569.
- [16] 甘延玲, 金头男, 聂光临, 等. 全谱拟合定量分析方法及其影响因素的研究[J]. 分析科学学报, 2016, 32(1):89-94.
GAN Yanling, JIN Tounan, NIE Guanglin, et al. Study on the effecting factors of quantitative analysis by rietveld method [J]. Journal of Analytical Science, 2016, 32(1):89-94.