

附录 B
(资料性附录)
背景的校正

B.1 一点法净强度按式(B.1)计算:

$$I_n = I_p - I_b \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

I_n ——峰的荧光 X 射线净强度;

I_p ——峰的荧光 X 射线总强度;

I_b ——背景的荧光 X 射线强度。

B.2 两点法净强度按式(B.2)计算:

$$I_n = I_p - (I_{B1} \times B_2 - I_{B2} \times B_1) / (B_2 - B_1) \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

I_n ——峰的荧光 X 射线净强度;

I_p ——峰的荧光 X 射线总强度;

I_{B1} 、 I_{B2} ——分别为背景 1、2 处的荧光 X 射线强度;

B_1 、 B_2 ——分别为背景 1、2 的 2θ 角与峰位置 2θ 角之差。

GB/T 30905—2014



中华人民共和国国家标准

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

Inorganic chemicals for industrial use—Determination of element contents—
X-ray fluorescence analysis



GB/T 30905-2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-50159

定价: 16.00 元

2014-07-08 发布

2014-12-01 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

附录 A

(资料性附录)

滤光片的选择、常用晶体的适用范围、准直器的选择

滤光片的选择、常用晶体的适用范围、准直器的选择见表 A.1~表 A.3。

表 A.1 滤光片的选择

滤光片	作用
Zr 滤片	吸收 Rh 靶的 K 线,用 K 系线分析 Rh、Ru、Pd、Ag、Cd 等元素时效果好
Cu 滤片	降低痕量 Pb、As 等分析时的背景
Ti 滤片	吸收 Rh 靶的 Fe、Cr 杂质线 吸收 Cr 靶的 K 线,分析 Cr、Mn 等元素时效果好
Al 滤片	吸收 Rh 靶的 L 线,用 L 线分析薄样中的 Cd 效果好
Be 滤片	测定液体或粉末样品时,当样品脱落或滴下时可保护光谱仪(如 X 射线管窗口)

表 A.2 常用晶体的适用范围

晶体	2d/nm	适用范围	
		K 系线	L 系线
LiF(200)	0.403	Te-Ni	U-K
LiF(220)	0.285	Te-V	U-La
Ge(111)	0.653	Cl-P	Cd-Zr
InSb(111)	0.748	Si	Nb-Sr
PET(002)	0.874	Cl-Al	Cl-Br
PX1	5.02	Mg-O	—
PX2	12.0	B 和 C	—
PX3	20.0	B	—
PX4	12.0	C(N, O)	—
PX5	11.0	N	—
PX6	30	Be	—
PX9	0.403	Te-K	—
TIAP(100)	2.575	Mg-O	—

表 A.3 准直器的选择

准直器/ μm	L 系谱线	K 系谱线
100/150	U-Pb	Te-As
150	U-Ru	Te-K
300	U-Ru	Te-K
550	Mo-Fe	Cl-F
700	Mo-Fe	Cl-O
4000	—	O-Be

中华人民共和国
国家标准
无机化工产品 元素含量的测定
X 射线荧光光谱法

GB/T 30905—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 16 千字

2014 年 11 月第一版 2014 年 11 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50159 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)68510107

测定待测样品的 X 射线强度,根据测得的 X 射线强度,从工作曲线上查得相应的待测元素的含量,或者用最小二乘法求得强度与含量的二次方程或一次方程,并计算出待测元素含量。当基体存在较严重的元素间吸收增强效应,用适当的数学模型加以校正。

7.4 内标法

将相同量的内标元素分别加到四个(或以上)待测元素的含量已知的并且具有一定梯度的一组试样中,按 6.4 的规定制成标准样品。分别测量标准样品中待测元素与内标元素的 X 射线强度,并求得待测元素与内标元素的 X 射线强度比,用该强度比为纵坐标,待测元素含量为横坐标建立工作曲线。

在待测试样中也加入相同量的同一种内标元素,制成样品,按照同样方法求得 X 射线强度比,从工作曲线查出待测元素的含量,或者用最小二乘法计算出待测元素含量。

此方法适用于易于加入内标元素并且容易混合均匀的样品的测定。内标元素特征线的吸收和增强效应等特性应与待测元素的分析线相似。

7.5 标准加入法

准确称取四个(或以上)等量的试样。其中一个不加待测元素,另外三个(或以上)分别按一定梯度加入不同量的待测元素,按 6.4 的规定制备成标准样品。分别测定它们的 X 射线强度,以 X 射线强度为纵坐标,以加入的待测元素的含量为横坐标建立工作曲线,曲线反向延长线与横坐标轴的相交处,即为待测元素的含量。或者用最小二乘法计算出待测元素含量。此方法要求待测元素含量与 X 射线强度呈线性关系。

7.6 基本参数(FP)法

基本参数法,是用数学理论方法校正基体效应的一种分析方法。以原级 X 射线光谱的分布、质量吸收系数、荧光产额、仪器几何因子等基本参数计算出纯元素分析线的理论强度,应用计算机软件将测得的待测样品的 X 射线强度代入基本参数法数学模型中,用迭代法计算至达到所要求的精度,得到分析元素含量。

8 精密度

按照 GB/T 6379.2 确定。

同一实验室室内重复性精密度可在同一台仪器相同测定条件下,由同一人测定次数不少于 11 次的情况下,确定室内标准偏差和室内重复性。

9 实验室安全

9.1 室内相对湿度应保持在 70%以下(或按仪器说明书的相关规定)。

9.2 X 射线荧光光谱仪应设有 X 射线防护装置。应按照仪器操作规程进行操作。进行仪器维护工作前应关闭仪器电源。

9.3 X 射线荧光光谱仪应设有保护装置,当管电压、管电流、运动功率超过额定值 5%时,或无管电压时应能自动切断高压。

9.4 冷却水水质应符合 X 射线管的要求。冷却装置出水口流量、压力、电导值、温度超过规定值时,应能自动切断高压。

9.5 气源与仪器间的距离应符合仪器安装要求。每次将气源连接到仪器时,都应进行漏气检测,并严格遵守有关操作规定。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院、佛山市质量计量监督检测中心、河南佰利联化学股份有限公司、山东出入境检验检疫局、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人:李霞、曹阳、陈建立、区卓琨、邱素莉、王骏、胡钰。