

$$\omega = \omega_1 \times (1 - \omega_2) \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- ω ——样品中各成分实际质量分数, %;
- ω_1 ——仪器直接测量显示的干基样品各成分质量分数, %;
- ω_2 ——样品的灼烧失量(质量分数), %。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限按表3数据采用线性内插法求得。

表 3

组分	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O
质量分数/%	31.00~33.00	27.00~29.00	17.00~19.00
重复性限(r)/%	0.40	0.42	0.20

8.2 允许差

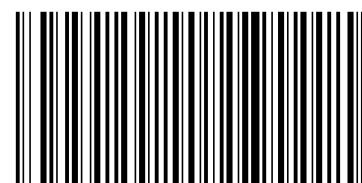
实验室之间分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

表 4

组分	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Na ₂ O
质量分数/%	31.00~33.00	27.00~29.00	17.00~19.00
允许差/%	0.60	0.50	0.40

9 质量保证和控制

应用标准样品或控制样品,每月至少对本标准的有效性校核一次。当失效时应找出原因,纠正后重新进行校核。



YS/T 869-2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-25528

定价: 14.00 元

4A 沸石化学成分分析方法 X 射线荧光法

Chemical analysis of 4A-Zeolite—
X-ray fluorescence spectrometric method

2013-04-25 发布

2013-09-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

6.3 校正

6.3.1 背景校正:对于常量元素可选择测量一个或两个背景。

6.3.2 仪器漂移校正:通过测量监控样片校正仪器的飘移。

6.3.3 绘制校准曲线。

6.3.4 制备标准试样片:按表 2 指定的试剂量准确称取 SiO_2 (1 000 °C 灼烧 2 h 后)、 Al_2O_3 (1 000 °C 灼烧 2 h 后)、 Na_2CO_3 (300 °C 灼烧 2 h 后) 基准试剂和熔剂,按照 6.2.1~6.2.4 的步骤进行混合、熔融、样片保存。

表 2

标号	SiO_2		Al_2O_3		Na_2CO_3 (相对应 $\text{Na}_2\text{O}\%$)		加入溶剂量 g
	基准试剂量 g	对应质量分数 %	基准试剂量 g	对应质量分数 %	基准试剂量 g	对应质量分数 %	
1	0.100 0	25.00	0.220 0	55.00	0.136 8	20.00	4.000 0
2	0.140 0	35.00	0.160 0	40.00	0.171 0	25.00	4.000 0
3	0.160 0	40.00	0.090 0	22.50	0.256 5	37.50	4.000 0
4	0.180 0	45.00	0.100 0	25.00	0.205 2	30.00	4.000 0
5	0.200 0	50.00	0.140 0	35.00	0.273 5	40.00	4.000 0
6	0.220 0	55.00	0.130 0	32.50	0.085 5	12.50	4.000 0
7	0.250 0	62.50	0.060 0	15.00	0.153 9	22.50	4.000 0
8	0.160 0	40.00	0.140 0	35.00	0.171 0	25.00	4.000 0

6.3.5 校正曲线的绘制:以标准样片中 Si、Al、Na 各元素的谱线强度(净计数率)为纵坐标,相应 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Na_2O 的质量分数为横坐标,计算机直接绘制 SiO_2 、 Al_2O_3 、 Na_2O 各成分的校准曲线。

6.4 光谱测量

6.4.1 测量标准样片:将仪器(4.3)预热使其稳定,并进行测定条件的自动优化处理。然后将标准样片放到测量位置上,在规定的操作条件下分别测量每一个标准样片中 Si、Al、Na 各元素的谱线强度 $I_{\text{标}}$ 。

6.4.2 测量未知样片:将(6.2)中未知试样样片放入仪器(4.3)并按照 6.4.1 的步骤分别测量试样中 Si、Al、Na 各元素的谱线强度 $I_{\text{未}}$ 。

7 分析结果的计算

7.1 干基样品中各成分含量

未知试样中 Si、Al、Na 各元素的谱线强度 $I_{\text{未}}$,经校准曲线(6.3.5)直接计算出各成分含量,用 ω_1 表示干基样品中各成分百分含量。

7.2 样品中各成分的实际含量计算

按式(2)计算样品各成分,质量分数(%)。

中华人民共和国有色金属
行业标准

4A 沸石化学成分分析方法

X 射线荧光法

YS/T 869—2013

*

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(100013)
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 0.5 字数 10 千字
2013 年 7 月第一版 2013 年 7 月第一次印刷

*

书号:155066·2-25528 定价 14.00 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

5 试样

5.1 正确采取试样并充分混匀备用。

5.2 试样的灼烧失量 ω_2 的测定:将瓷坩埚(4.5)放入高温炉内(4.4)于 $1\ 000\ ^\circ\text{C}\pm 10\ ^\circ\text{C}$ 加热 30 min,取出坩埚放入干燥器(4.6)内,冷却至室温,迅速称量并记录质量为 m_0 ,精确至 0.000 2 g。然后称取试样(5.1)2.0 g 左右于瓷坩埚中,均匀地铺盖在坩埚底部,称量并记录:试样与坩埚的总质量为 m_1 。放入高温炉(4.4)中,于 $1\ 000\ ^\circ\text{C}\pm 10\ ^\circ\text{C}$ 加热 90 min 左右,取出,放入干燥器(4.6)内,冷却至室温,迅速称量,精确至 0.000 2 g。记录质量为 m_2 。

按式(1)计算试样的灼烧失量[质量分数(%)]:

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω_2 ——样品的灼烧失量(质量分数), %;

m_0 ——空坩埚质量,单位为克(g);

m_1 ——坩埚和试料质量,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后坩埚和试料质量,单位为克(g)。

5.3 试料制备:将上述(5.2)灼烧后试样取出、研细、充分混匀作为分析试料。

注:操作过程不能带入任何元素。

6 测定步骤

6.1 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.2 试样样片的制备

6.2.1 混合

按照试料和溶剂的质量比为 1 : 10 准确称量试样和溶剂。准确称取溶剂(3.1)0.4 g 和试料(5.3)4.0 g(精确至 0.000 1 g)于铂-金合金坩埚(4.1)中,混合均匀,加入 1 滴脱模剂(3.2)。

6.2.2 熔融

将已称有试料的坩埚(6.2.1)放入预先升温至 $1\ 000\ ^\circ\text{C}$ 的熔样炉(4.2)中,在此温度下熔融 5 min,熔融过程中熔样机每隔一段时间自动摇摆坩埚,将气泡赶走,并使熔融物混匀。

6.2.3 样片成型

将已熔融试料的坩埚(6.2.2)从炉中取出,同时将附在坩埚壁上的熔珠全部赶入熔体中,迅速赶尽气泡,稍冷后,置于耐热板上冷却至室温。得到 $\phi 35\ \text{mm}$ 的玻璃状样片。

6.2.4 样片的保存

取出样片,在非测量面贴上标签,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,以避免 X 射线测量面被污染。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位:中国铝业股份有限公司山东分公司。

本标准参加起草单位:中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国铝业股份有限公司广西分公司。

本标准主要起草人:祁彦利、李林海、钟沂妹、张爱芬、邓文军、陈立军、徐好文、马慧侠、刘静、刘帅。