

附录 A  
(资料性附录)

## X 射线荧光光谱仪工作参数

根据设备,在真空条件下,各元素测量条件见表 A.1。

表 A.1

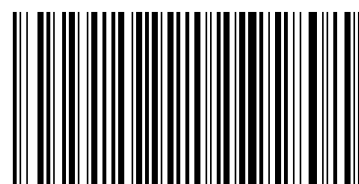
分析元素	Fe	Si	Na
晶体	LiF2000	PET	SX-13
探测器	SPC(密闭气体检测器)		
PHA	35-125	40-115	35-135
测量时间/s	40	40	40
测量角度(2θ)	57.52	108.8	55.08
分析谱线	FeKa	SiKa	NaKa
X-射线管的工作电压和电流	40 kV 70 mA	40 kV 70 mA	40 kV 70 mA

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 702—2009

## X 射线荧光光谱法 测定氢氧化铝中 SiO<sub>2</sub>、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Na<sub>2</sub>O 含量

Determination of silicon oxide, Iron oxide, Sodium oxide content of  
Aluminum Hydroxide by X-ray fluorescence spectrometric method



YS/T 702-2009

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·2-20389

定价: 14.00 元

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

6.6.4.3 输入未知试样名,测量未知试样。

7 分析结果的计算

测量标准样品的 X 射线强度,得到强度与浓度的一次方程。一次方程式可通过最小二乘法计算,求出校准曲线常数  $a, b$ ,并保存在计算机的定量分析软件中。根据未知样品的 X 射线测量强度,由计算机软件按照公式(1)计算含量并自动打印出测量结果。

$$W_i = a I_i + b \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$W_i$ ——试样中元素  $i$  的含量;

$I_i$ ——元素  $i$  的 X 射线强度;

$a, b$ ——系数。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得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( $r$ )按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2

组分	含量/%	重复性限( $r$ )/%	组分	含量/%	重复性限( $r$ )/%	组分	含量/%	重复性限( $r$ )/%
SiO <sub>2</sub>	0.007 9	0.000 3	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.005 2	0.000 3	Na <sub>2</sub> O	0.262	0.011
	0.030 9	0.000 9		0.014 6	0.000 6		0.407	0.024
	0.078 7	0.001 8		0.056 7	0.001 4		0.605	0.032

8.2 允许差

实验室间分析结果的差值不大于表 3 所列允许差。

表 3

二氧化硅含量/%	允许差/%	三氧化二铁含量/%	允许差/%	氧化钠含量/%	允许差/%
0.005 0~0.020 0	0.003 5	0.004 0~0.010 0	0.002 6	0.020~0.040	0.008
>0.020~0.040	0.005	>0.010 0~0.020 0	0.003 0	>0.04~0.15	0.02
>0.040~0.070	0.007	>0.020 0~0.040 0	0.004 0	>0.15~0.40	0.05
>0.070~0.080	0.008	>0.040 0~0.070 0	0.006 5	>0.40~0.80	0.06

9 质量保证与控制

应用国家标准样品或行业标准样品或内控标准样品,使用时至少每半年校核一次本方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校正。

中华人民共和国有色金属  
 行业 标 准  
 X 射线荧光光谱法  
 测定氢氧化铝中 SiO<sub>2</sub>、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Na<sub>2</sub>O 含量  
 YS/T 702—2009  
 \*  
 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  
 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 0.5 字数 8 千字  
 2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷  
 \*  
 书号:155066·2-20389 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)68533533

## 6 步骤

### 6.1 测定次数

分析时应独立进行两次测定,取其平均值。

### 6.2 试料

按照试样和熔剂的质量比为 1 : 2 准确称量试样和熔剂。

### 6.3 校正试验

随同试样分析同类型的标准试样。

### 6.4 试样的制备

#### 6.4.1 混合

称取熔剂(3.1)和试样于铂-金坩埚(4.1)中,混合均匀,加入 1 滴脱模剂(3.2)。

#### 6.4.2 熔融

放入预先升温至 500 °C 的熔样机(4.3)中,升温至 1 100 °C,并在此温度下熔融 7 min,熔融过程中要转动坩埚,使粘在坩埚壁上的小熔珠和样品进入熔融体中。每隔一定时间,熔样机(4.3)自动摇动坩埚,将气泡赶尽,并使熔融物混匀。

#### 6.4.3 浇铸

将盛有熔融样品的坩埚取出,放置冷却后,即可成片。

注:如选用自动火焰熔样机,则将盛有试样和熔剂混合物的铂-金坩埚(4.1)装入熔样机的指定位置,然后运行预定的熔样程序即可自动进行 6.4.2 和 6.4.3。

#### 6.4.4 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。

## 6.5 校正

### 6.5.1 仪器漂移校正

通过监控样测量校正仪器漂移。

### 6.5.2 校准曲线的绘制

#### 6.5.2.1 标准样品的制备

选择氢氧化铝标准样品作为校准样品绘制校准曲线,每个元素都应有一个具有足够的含量范围又有一定梯度的标准系列。

6.5.2.2 标准样品的制备按 6.4.1~6.4.4 步骤进行。

## 6.6 光谱测量

### 6.6.1 开机

将仪器(4.4)预热使其稳定,根据 X 射线管型号调节管电压和管电流,根据 X 射线荧光光谱仪的型号选定工作参数(见附录 A)。

### 6.6.2 测量监控样品

设置监控样品名,测量监控样品中分析元素的 X 射线强度。监控样品中分析元素的参考强度必须与标准样品在同一次开机中测量,以保证漂移校正的有效性。

### 6.6.3 测量标准样品

输入标准样品名,测量标准样品中各分析元素的 X 射线强度。

### 6.6.4 测量未知样品

6.6.4.1 启动定量分析程序,测量监控样品,进行仪器漂移校正。

6.6.4.2 测量与未知试样同批制备的浓度已知的检查样品。检查试样中各元素的分析结果要满足精密度要求。

## 前 言

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中国铝业股份有限公司广西分公司负责起草。

本标准参加起草单位:中国铝业股份有限公司郑州研究院、洛阳香江万基铝业有限公司、中国铝业有限公司河南分公司。

本标准主要起草人:秦文忠、邓文军、杨韵屏、梁愈斌、何麒麟、张爱芬、马慧侠、蒋炜、邓飞、孙洪斌。