

铝土矿石化学分析方法
第 23 部分：X 射线荧光光谱法
测定元素含量

Method for chemical analysis of aluminum ores—
Part 23: Determination of element contents
X-ray fluorescence spectrometric method

中华人民共和国有色金属
行业标准
铝土矿石化学分析方法
第 23 部分：X 射线荧光光谱法
测定元素含量
YS/T 575.23—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 0.75 字数 14 千字
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

书号：155066·2-20377 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)68533533



YS/T 575.23-2009

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

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

分析线	准直器	探测器	晶体 ¹⁾	2θ角(度)	干扰谱线
AlKα	粗	F ²⁾	PET(PE)	145	BrLα1
SiKα	粗	F	PET(PE)或 SbIn	109 145	
FeKα	粗或细	Duplex ³⁾ 或 F	PX10 或 LiF200	57	
TiKα	粗或细	F	LiF200	86	
KKα	粗	F	LiF200	137	
NaKα	粗	F	PX1 或 TIAP	28 或 55	ZnLβ1
CaKα	粗	F	LiF200	113	
MgKα	粗	F	PX1 或 TIAP	23 或 45	CaKα
PKα	粗	F	Ge(111) ⁴⁾	141	
SKα	粗	F	Ge(111)	110	
MnKα	粗	F	LiF200	63	Cr Kβ1
VKα	粗	F	LiF200	77	TiKβ1
GaKα	粗或细	S	LiF200	39	PbL1
ZnKα	粗或细	F	LiF200	42	

- 1) 已有 2d 值更大的人工合成多层膜晶体用于分析轻元素。
2) 气流正比计数管。
3) 封闭式正比计数管。
4) 对 PKα 线推荐采用不反射二级线的 Ge(111)晶体,若用 PET 晶体,应扣除 CaKα II 线对 PKα 线干扰。

前 言

YS/T 575《铝土矿石化学分析方法》共有 24 部分:

- 第 1 部分:氧化铝含量的测定 EDTA 滴定法;
- 第 2 部分:二氧化硅含量的测定 重量-钼蓝光度法;
- 第 3 部分:二氧化硅含量的测定 钼蓝光度法;
- 第 4 部分:三氧化二铁含量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 5 部分:三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲光度法;
- 第 6 部分:二氧化钛含量的测定 二安替比啉甲烷光度法;
- 第 7 部分:氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 8 部分:氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 9 部分:氧化钾、氧化钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 10 部分:氧化锰含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:三氧化二铬含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 12 部分:五氧化二钒含量的测定 苯甲酰苯胺光度法;
- 第 13 部分:锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 14 部分:稀土氧化物总量的测定 三溴偶氮胂光度法;
- 第 15 部分:三氧化二镓含量的测定 罗丹明 B 萃取光度法;
- 第 16 部分:五氧化二磷含量的测定 钼蓝光度法;
- 第 17 部分:硫含量的测定 燃烧-碘量法;
- 第 18 部分:总碳含量的测定 燃烧-非水滴定法;
- 第 19 部分:烧失量的测定 重量法;
- 第 20 部分:预先干燥试样的制备;
- 第 21 部分:有机碳含量的测定 滴定法;
- 第 22 部分:分析样品中湿存水含量的测定 重量法;
- 第 23 部分:X 射线荧光光谱法测定元素含量;
- 第 24 部分:碳和硫含量的测定 红外吸收法。

本部分为第 23 部分。

本部分修改采用澳大利亚标准 AS 2564—1982《铝土矿的 X 荧光光谱分析法》。与 AS 2564—1982 相比,主要的技术差别是:

- 由系列标准样品代替合成标准作为校准。
- 根据国内铝土矿的元素含量,确定元素的测量范围,修改为与各元素的化学分析方法的测量范围一致,并制定了相应的允许差。

本部分附录 A 为资料性附录。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中国铝业股份有限公司山东分公司、山西鲁能晋北铝业有限责任公司、开曼铝业(三门峡)有限公司参加起草。

本部分主要起草人:张爱芬、张树朝、马慧侠、路霞、王云霞、钟代果、王晓磊、韩桂芬、李玉玲、李慧玲。

表 2 (续)

组分	含量/%	重复性限(r)/%	组分	含量/%	重复性限(r)/%
CaO	0.048	0.018	MgO	0.10	0.011
	0.15	0.024		0.25	0.023
	0.57	0.025		0.38	0.059
	2.22	0.048		2.39	0.086
P ₂ O ₅	0.012	0.002 9	S	0.027	0.002 9
	0.15	0.020		0.043	0.004 3
	0.95	0.046		0.076	0.012
MnO	0.003 1	0.001 5	V	0.003 4	0.002 0
	0.028	0.003 5		0.023	0.004 8
	0.16	0.012		0.032	0.005 1
Ga	0.003 5	0.000 6	Zn	0.001 7	0.000 57
	0.007 7	0.001 2		0.012	0.000 57
	0.009 1	0.001 2		0.015	0.000 85

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

组分	含量/%	允许差/%	组分	含量/%	允许差/%
Al ₂ O ₃	30.00~50.00	0.50	SiO ₂	≤5.00	0.20
	>50.00~60.00	0.60		>5.00~15.00	0.30
	>60.00~80.00	0.70		>15.00~25.00	0.40
	—	—		>25.00	0.50
Fe ₂ O ₃	≤10.00	0.20	TiO ₂	≤1.00	0.080
	>10.00~20.00	0.30		>1.00~5.00	0.12
	>20.00~30.00	0.40		>5.00~8.00	0.20
K ₂ O	≤0.10	0.030	Na ₂ O	≤0.10	0.030
	>0.10~0.50	0.050		>0.10~0.50	0.050
	>0.50~1.00	0.070		>0.50~1.00	0.070
	>1.00~2.00	0.10		>1.00~2.00	0.10
	>2.00~3.00	0.20		>2.00~3.00	0.20
CaO	≤0.10	0.030	MgO	≤0.080	0.020
	>0.10~0.50	0.040		>0.080~0.50	0.040
	>0.50~1.00	0.060		>0.50~1.00	0.060
	>1.00~5.00	0.20		>1.00~3.00	0.10

铝土矿石化学分析方法 第 23 部分: X 射线荧光光谱法 测定元素含量

1 范围

本部分规定了铝土矿石中三氧化二铝、二氧化硅、全铁(以 Fe₂O₃ 表示)、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、氧化钙、氧化镁、五氧化二磷、氧化锰、硫、钒、镓和锌等的测定方法。

本部分适用于铝土矿石中三氧化二铝、二氧化硅、全铁(以 Fe₂O₃ 表示)、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、氧化钙、氧化镁、五氧化二磷、氧化锰、硫、钒、镓和锌等的测定。也适用于粘土、高岭土等样品上述成分的测定。测定范围见表 1。

表 1

组分	含量范围(质量分数)/%	组分	含量范围(质量分数)/%
Al ₂ O ₃	30.00~80.00	SiO ₂	1.00~50.00
Fe ₂ O ₃	0.30~30.00	TiO ₂	0.50~8.00
K ₂ O	0.050~3.00	Na ₂ O	0.050~3.00
CaO	0.050~5.00	MgO	0.030~3.00
P ₂ O ₅	0.010~5.00	S	0.050~3.00
MnO	0.003 0~0.20	V	0.008 0~0.40
Ga	0.002 0~0.050	Zn	0.001 5~0.30

2 方法原理

2.1 试料用无水四硼酸锂和偏硼酸锂混合熔剂熔融,以消除矿物效应和粒度效应,并铸成适合 X 射线荧光光谱仪测量形状的玻璃片,测量玻璃片中待测元素的荧光 X 射线强度。根据校准曲线或方程来分析,校正方程用系列标准样品建立,且进行元素间干扰效应校正。除锌和镓用康普顿散射作内标校正基体效应外,其余各元素用理论 α 系数或基本参数法校正元素间的吸收-增强效应。

2.2 由于熔融玻璃片技术的通用性,允许使用各种熔剂和校准模式。但必须符合一定的再现性、灵敏度和准确度。若一个试验室自己的方法符合规定的条款,即可认为符合本方法。

3 试剂

3.1 无水四硼酸锂和偏硼酸锂混合熔剂[Li₂B₄O₇ + LiBO₂(质量比:12+22)],熔剂含有一定水分,应通过以下 2 种方法之一进行补偿:

3.1.1 在 700 °C 灼烧 2 h,在干燥器中冷却备用;

3.1.2 每千克充分混合的熔剂取 2 份,一份按规定的熔融温度熔融 10 min,一份按规定的熔融时间熔融,取灼烧减量较大者校正熔剂用量。熔剂应密封保存。每周或每千克测定一次灼烧减量。灼烧减量 L 以百分数表示,按公式(1)计算校正因子 F:

$$F = \frac{100}{100 - L} \dots\dots\dots(1)$$

未烧熔剂量 = F × 规定的混合熔剂量。