国家标准GB/T 16597-XXXX

冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法通则

编 制 说 明

金堆城钼业股份有限公司

**二零一八年三月**

**冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法通则**

**编 制 说 明**

一、工作简况

1.方法概况和立项的意义

 X射线荧光光谱仪（XRF）是广泛应用于定性和定量分析样品中的元素含量，其分析的元素范围为Be (4 号元素)到U（92 号元素）之间所有元素（包括金属、非金属和气体元素）。分析样品可以是固体、粉未、胶体、液体等，分析的浓度范围为ppm（百万分之一）到100%，分析速度可以快到1-2 分钟一个样品。还可以进行过程控制、远距离数据传输。因此凡是涉及到需要进行元素成份含量分析的各行各业，XRF 仪器都被广泛采用，如钢铁行业、水泥、有色金属、建材、环保、地矿等。

 国家标准GB/T 16597-1996《冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法通则》发布于1996年， 近二十年来，检测技术发展突飞猛进，而1996年发布实施的《冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法》已不能满足各种用途的产品对X射线荧光光谱分析的需要，如近几年新发展的能量色散、半定量分析等已成为客户必须要的技术指标，大大制约了国内相关行业的发展。因此，结合行业发展趋势，与时俱进地修订本标准具有重大意义。本次修订将促进国内相关检测机构改进生产设备、工装，提高金属材料的利用率，制定与国际接轨的检测方法,能更好地推动国内金属加工行业的发展，引领国内相关行业向国际先进行列迈进。

2.任务来源及计划要求

根据国标委【2016】76号《国家标准委关于下达的2016年第三批国家标准制修订计划的通知》的文件要求，国家标准GB/T 16597-1996《冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法通则》由金堆城钼业股份有限公司负责修订，项目编号计划编号为20161663-T-610，项目完成年限为2018年10月。

3.起草单位情况

金堆城钼业股份有限公司（以下简称金钼股份）是亚洲最大、世界领先的钼业公司，为国际钼协会执行理事单位、中国有色金属工业协会钼业分会会长单位。

金钼股份公司总部位于西安市高新区，下属4个分公司，10个二级单位和3个控股子公司，主要生产基地分布在陕西（西安、渭南、华县）、河南汝阳、山东淄博等地，拥有钼采矿、选矿、冶炼、化工和金属深加工一体化的完整产业链条，主要生产钼冶金炉料、钼化学化工、钼金属加工三大系列二十多种品质优良的各类产品，广泛应用于钢铁冶炼、石油化工、机械制造、航空航天、电子照明、生物医药等领域。

金钼股份作为中国钼行业领军企业，一直致力于钼系列产品生产和研发。拥有国内唯一专业从事钼及相关难熔金属研发的国家级企业技术中心、CNAS认可检测实验室，主导制修订了国家标准和行业标准50余项。

金钼股份主导研制的钼化学分析方法、二硫化钼等31项国家、行业标准，主要技术指标达到国际领先水平，建立了我国的钼工业标准体系。通过几年的应用，技术可靠、质量稳定，受到用户一致好评。

质量计量监测中心有一支基础理论扎实、实践经验丰富的分析测试研究人员队伍，现有职工400余名，其中高级科技人员50多名。拥有先进的大型分析测试仪器三十余台，其中有国内先进的检测设备：X射线荧光光谱仪（7台）、电感耦合等离子体发射光谱仪（3台）、原子吸收光谱仪（7台）、电子显微镜（1台）、氧氮氢测定仪（4台）、碳硫测定仪（6台）、万能材料试验机（2台）、原子荧光光谱仪（2台）、石墨炉原子吸收光谱仪（2台）等。利用雄厚的技术力量，先进的仪器和齐全的分析方法，严格的管理，很好地履行了“分析测试的服务产品生产、科学研究”的职能，在产品质量管控、完成国家重大科研和工程项目中发挥了重要作用。

4.主要工作过程

(1) 2016年11月〜12月，在接到标准制定任务后，成立了标准编制工作组，确定了各成员的工作职能和任务，制定了工作计划和进度安排，填写了 “推荐性国家标准项目任务书”。

(2) 2017年1〜7月，编制小组进行了调研工作，对冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法通则的需要进行了充分调研；对JYT 016-1996 《波长色散型X射线荧光光谱方法通则》、日本JIS K0119-1997 《X射线荧光光谱分析方法通则》、GB/T 16597-1996《冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法通则》进行了充分学习和了解，与相关专家进行了广泛沟通和深入讨论，基本确定了标准编制原则。

(3) 2017年8〜12月，编制小组查阅、整理和收集相关文献资料，对GB/T 16597-1996《冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法通则》、日本JIS K0119-1997 《X射线荧光光谱分析方法通则》、JJG 810-1993 《中华人民共和国计量检定规程波长色散X射线荧光光谱仪》以及荷兰菲利浦公司有关资料等国内外X射线荧光光谱法的相关标准进行了深入研究，形成了分析方法的整体研究思路，开展了相关知识的搜集和前期探究等工作。

(4)2018年1〜3月，编制小组完成讨论稿和编制说明的撰写，并对其进行了小组内部讨论。

(5)2018年3月14日～3月16日在云南省昆明市召开的有色金属标准审定会和讨论会上，来自中国有色金属工业标准计量质量研究所、金堆城钼业股份有限公司、西北有色金属研究院、西部金属材料股份有限公司、北京有色金属研究总院、广州有色金属研究院、陕西稀有金属科工集团有限责任公司、国核宝钛锆业股份公司、广东省工业分析检测中心、宁夏东方钽业股份有限公司、株洲硬质合金集团有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、新疆有色金属研究所、江西东鹏新材料有限责任公司、上海康鹏科技有限公司、西部超导材料科技有限公司、宝鸡钛业股份有限公司、安泰天龙（天津）钨钼科技有限公司、有研亿金新材料有限公司等20余家单位的40名专家对《冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法通则》（GB/T 16597-201X）讨论稿进行了讨论，并挂在中国有色金属标准质量信息网上征求意见。讨论稿汇总意见及意见处理表(见附表)。

(6)2018年5月22日～5月24日在四川省成都市召开的有色金属标准审定会和讨论会上，来自中国有色金属工业标准计量质量研究所、金堆城钼业股份有限公司、西北有色金属研究院、西部金属材料股份有限公司、北京有色金属研究总院、广州有色金属研究院、安徽弘雷金属复合材料科技有限公司、湖南湘投金天钛金属股份有限公司、国核宝钛锆业股份公司、宝钛集团有限公司、宝鸡钛业股份有限公司等29家单位51位专家代表参加了会议。与会专家对《冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法通则》（GB/T 16597-201X）预审稿进行了认真讨论，并形成如下会议纪要：

a.将前言中主要变化的章条号统一修改为后缀。如“…见1”，下同；

b.把“2规范性引用文件”按照GB/T 1.1-2009的要求修改；

c.将标准文本中的悬置段、空格等进行编辑性修改；

d.把4.1图1重新编辑并标注清楚光路示意符号；

e.将5.1图2重新编辑清楚；

f.将5.2.4中波长色散X射线荧光分析选用的仪器参数（图6）画规范。

与会代表一致同意，标准编制组按照以上意见对标准进行修改，并形成送审稿，按照有色标准委统一安排进行标准的送审工作。

(7)2018年7月25日～7月27日在黑龙江省哈尔滨市召开的有色金属标准审定会和讨论会上，来自中国有色金属工业标准计量质量研究所、金堆城钼业股份有限公司、西北有色金属研究院、西部金属材料股份有限公司、北京有色金属研究总院、广州有色金属研究院、宝钛集团有限公司、宝鸡钛业股份有限公司、

等 家单位 位专家代表参加了会议。与会专家对《冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法通则》（GB/T 16597-201X）送审稿进行了认真讨论，并形成如下会议纪要：

二、标准编制原则

1、标准编制原则

(1)适用性：本标准充分了考虑冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法的需要。

(2)通用性：本标准全面考虑了国内各家实验室之间检测条件、设备能力的差异，标准中有关仪器软硬件参数、试样规格和测定方法等规定，以尽可能使国内各家实验室均能满足为原则；

(3)实用性：本标准解决了当前国内普遍采用X射线荧光光谱法同时测定冶金产品中多元素含量，但长期没有标准分析方法可依的问题；标准中科学体现了X射线荧光光谱法的特点，且注重实施过程中的可执行性，有关检测流程和具体步骤的规定，以切合实际、流程简短、操作灵活方便为原则，提高了检测效率和标准的实用性；

(4)科学性：本标准所有参数、指标的确定均基于科学实验及数据的科学分析，所有操作均以正确、科学操作为原则；

(5)先进性：本标准制定过程中参阅了大量文献资料，充分了借鉴国内外相关标准中的先进思路和方法，并与国内外相关标准进行了比较研究，保证了其先进性；

(6)规范性：本标准完全按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写规则》、GB 2595-81《冶金产品化学实验室安全技术标准》、GB 6379-86《测试方法的精密度通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性》、JJG 810-93《中华人民共和国国家计量检定规程波长色散X射线荧光光谱仪》和GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行编制，并且遵守国家安全、卫生、环保等法律、法规的要求。

**三、标准主要内容的确定依据**

1 X射线荧光光谱法方法原理

X-射线：波长0.001～50nm。X射线荧光光谱仪（XRF）是用于定性和定量分析样品中的元素含量的，其分析的元素范围为Be（4号元素）到U（92号元素）之间所有元素（包括金属、非金属和气体元素）。

一种元素的特征X射线，是由该元素原子内层电子跃迁而产生的，当某元素的原子内层轨道电子被逐出，而较外层轨道电子落入这一空位时，便产生该元素的特征X射线。该特征X射线是由一系列表示发射元素特征的、不连续的独立谱线波所组成，因此，其波长是该种元素的属性，是定性分析的基础，特征谱线的强度与该元素的含量有关，是定量分析的基础。

X射线荧光光谱法，即X射线发射光谱法，是一种非破坏性的仪器分析方法。利用X射线管（激发源）发射的一次（初级）X射线照射分析样品，激发其中每一个化学元素，使它们各自辐射出二次谱线（特征X射线）。这种二次射线，又称荧光X射线，这些射线被准直器准直后，到达分光晶体的表面，按照布拉格定律（nλ=2dsin*ϴ*）而发生衍射，使二次线束色散成按波长顺序排列的光谱。不同波长的谱线由探测器在不同的衍射角度(2ϴ)上接收，并由计数器等部件读出和记录。这样，根据各待测元素的特征X射线波长即可进行定性分析，根据谱线的强度进行定量分析。X-射线荧光分析就是利用元素内层电子跃迁产生的荧光光谱，应用于元素的定性、定量分析；固体表面薄层成分分析；

2 X射线荧光光谱法方法的应用

X射线荧光光谱仪（XRF）是能够应用于定性和定量分析样品中的元素含量的，其分析的元素范围为Be （4 号元素)到U（92 号元素）之间所有元素（包括金属、非金属和气体元素）。分析样品可以是固体、粉末、胶体、液体等，分析的浓度范围为ppm（百万分之一）到100%，

分析速度可以快到1-2 分钟一个样品。还可以进行过程控制、远距离数据传输。因此凡是涉及到需要进行元素成份含量分析的各行各业，XRF 仪器都被广泛采用，如钢铁行业、水泥、有色金属、建材、环保、地矿等。

3 X射线荧光光谱法方法的工作原理

X射线荧光光谱仪（XRF）分波长色谱和能量色散两种，由于在习惯上把能量色谱的XRF 被称为“能谱仪”，所以通常所说的X射线荧光光谱仪是指的波长色散的仪器。现将波长色散的X 射线荧光仪的组成和工作原理简单介绍如下：

如上图所示，X光管发出X光线，照射到样品上，样品中由于元素的存在，这些元素吸收X光，使得电子运动从内壳层跃迁至外壳层，但由于处在外壳层不稳定，要回到内壳层，多余的能量会以二次X 光的形式发射出来，这就叫做X荧光。不同的元素发出的X荧光能量大小不同，其表现形式就是波长不同，而X荧光的强度则与这种元素的原子浓度有关，浓度越高，其荧光强度越大。上述从样品上发出的所有元素的X 荧光为一种混杂光（所有波长混在一起，就像日光中的白光一样，是由各色光组成，所以习惯都称为“白光”），经过仪器上的面罩和准直器（类似于其它光谱仪上的狭缝），射到分光晶体上。分光晶体的晶面就如同其它光谱仪上的光栅刻线一样，起到分光的作用，即将“白光”分解成“单色”荧光，这些“单色”荧光最后投尖端头的X光管可以更接近样品，寿命长达8年以上初级滤光片准直器面罩样品可选串联充氙正比计数器，提高中间段元素的探测能力流气探测器更适合轻元素闪烁探测器适合重元素次级接收准直器分光晶体，标准的共5块，轻元素采用弯晶初级准直器必要时可安装固定道，以进一步提高元素检出能力，尤其是轻元素射到探测器，探测器计数到射入的光子数，并将之转为电子脉冲。在一定时间内的电子脉冲数在多道分析器中获得累加，最后输出到电脑进行储存和数据处理，再通过与标准样品的对比，最后得到元素的浓度含量数据。

4 本标准与 GB/T 16597-1996《冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法通则》相比，变化如下：

4.1 修订“范围”部分的内容

修订GB/T 16597-1996中“1 范围”中的内容，增加可分析元素范围和分析元素的质量分数范围等内容。

4.2 修订“标准采用的术语”部分的内容

需要在GB/T 16597-1996中“3 本标准采用下列术语”部分新增加的内容有：

（1）波长色散；

（2）能量色散；

（3）分光晶体；

（4）顺序式X射线荧光光谱仪；

（5）X 射线管；

（6）准直器；

（7）测角仪；

（8）ϴ角和2ϴ角；

（9）参比谱线；

（10）初级谱线。

4.3 修订“X射线发生器”部分的内容

需要在GB/T 16597-1996中“5.1.1 X射线发生器”部分增加的内容有：

（1）X荧光分析X光管的构造；

（2）X射线分析靶材的选择；

（3）X射线分析常用靶材适合的分析范围。

4.4 修订“仪器”部分的内容

需要对GB/T 16597-1996中“5.1仪器”部分修订的内容：

增加“典型能量色散X射线荧光分析仪”部分，主要增加内容如下：

（1）能量色散X射线荧光分析仪的工作原理；

（2）能量色散X射线荧光分析仪的主要部件；

（3）能量色散X射线荧光分析仪的常用靶材；

（4）能量色散X射线荧光分析仪的探测器；

（5）能量色散X射线荧光分析仪的样品室；

（6）能量色散X射线荧光分析仪的信号分析系统；

（7）能量色散X射线荧光分析仪的仪器指标。

4.5修订“仪器参数”部分的内容

需要对GB/T 16597-1996中“5.2.4推荐选用的仪器参数”部分修订的内容：

（1）增加“能量色散X射线荧光分析仪推荐选用的仪器参数”内容；

（2）增加“光路介质P10气体”内容。

4.6 增加“X射线荧光分析定性分析”

对X射线荧光分析中的定性分析进行表述和规范

4.7 增加“X射线荧光分析的半定量分析”

对X射线荧光分析中的半定量分析进行表述和规范

4.8 修订“6.2定量分析方法”部分的内容

需要对GB/T 16597-1996中“6.2定量分析”部分修订的内容：

（1）新增加“外标法内容”；

（2）修改“6.2.2 内标法内容”；

（3）修改“6.2.3 标准加入法内容”；

（4）新增加“数学方法”内容；

（5）新增加“定量分析的影响因素及消除方法”内容。

4.9 新增加“试剂材料”部分

新增加X射线荧光分析所需要的主要试剂及其要求，所需材料及其规格。

4.10 新增加“样品的制备方法”部分

针对X射线荧光分析的样品的制备增加该部分，目的是对样品的制备作以规范。

4.11 新增加“常用分析软件”部分

软件也是X荧光仪器中非常重要的一部分。针对目前的X射线荧光分析现状，介绍几种常用分析软件。

4.12 新增加“安全注意事项”部分

在操作X射线荧光光谱仪时，涉及人员安全的三种潜在危险及其防止方法作以描述。

4.13 新增加“测定结果的记录和表述”部分

对X射线荧光光谱分析中的定性分析、半定量分析、定量分析的检测结果的记录和表述进行规范。

四、标准水平分析

本标准是针对冶金产品分析方法用X射线荧光光谱法而制定的通用方法和原则，标准中科学体现了 X射线荧光光谱法的特点，更符合该方法的检测特点和检测人员的实际操作，提高了检测效率。本标准是在GB/T 16597-1996《冶金产品分析方法x射线荧光光谱法通则》的基础上进行了修订。本标准属基础标淮。基础标准是研究生产技术、检验方法中那些最基本的、具有广泛指导意义的对象，在一定范围内作为其他标准的基础。本标淮规定了用X射线荧光光谱法进行元素定量分析的一般事项,包括所涉及的常用术语、基本原理、仪器、样品处理、定量分析等。本标准适用于制(修)订冶金产品的X射线荧光光谱法国家标准或行业标准，其他标准也可参照使用。本标准适用于波长色散型和能量色散型X射线荧光光谱仪测量各种材料中的元素成分和元素含量的一般方法，可分析9F～92U之间的所有元素。本标准水平达到与国际同类标准的先进水平。

五、与现行的法规、标准的关系

本标准的制定与现行标准没有冲突，且符合我国目前法律、法规的规定。

六、重大分歧意见的处理和依据。

无

七、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议该标准为推荐性国家标准。

八、贯彻标准的要求和措施建议

无

九、废止现有有关标准的建议

本标准代替GB/T 16597-1996《冶金产品分析方法x射线荧光光谱法通则》

十、其他应予说明的事项

无

十一、预期效果

本标准充分考虑了我国冶金产品分析时X射线荧光光谱法使用企业的生产工艺技术水平。本标准颁布执行后，有效解决了采用X射线荧光光谱法时的方法一致性问题，促成产品质量检验工作可以采用统一的分析方法进行，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。因此在本标准实施后，可以积极向冶金企业及国内外用户推荐采用本标准。本标准的修订，将会规范我国冶金产品分析时，采用X射线荧光光谱法的检验方法，有利于有色金属分析检测技术与国际接轨；在促进公平贸易方面都产生极其重要的影响。