ICS 

点击此处添加中国标准文献分类号

|  |
| --- |
|  |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

XX/T XXXXX—XXXX

|  |
| --- |
|  |

铜熔炼渣中铜、铁、硫、二氧化硅、砷、铅、 锌、锑、铋、镍、氧化钙、氧化镁、三氧化二铝的测定

波长色散X射线荧光光谱法

点击此处添加标准英文译名

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

|  |
| --- |
|  |
|  |

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施

        发布

前  言

本标准为首次制定。

本标准采用X射线荧光光谱法测定熔炼渣中铜、 铁、硫、 二氧化硅、 砷、 铅、 锌、 锑、 铋、镍、 氧化钙、氧化镁、 三氧化二铝的含量。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准由云铜股份西南铜业分公司起草。

本标准由XXX参加起草。

本标准主要起草人：XXX。

本标准主要验证人:XXX。

铜熔炼渣中铜、 铁、硫、 二氧化硅、 砷、 铅、 锌、 锑、 铋、镍、 氧化钙、氧化镁、 三氧化二铝的测定

波长色散X射线荧光光谱法

1. 范围

本文件规定了熔炼渣中铜、铁、硫、二氧化硅、砷、铅、锌、锑、铋、镍、氧化钙、氧化镁、三氧化二铝含量的测定方法。

本文件适用于X射线荧光光谱法测定熔炼渣中铜、铁、硫、二氧化硅、砷、铅、锌、锑、铋、镍、氧化钙、氧化镁、三氧化二铝含量的测定,测定范围见表1。

1. 测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数% | 元素 | 质量分数% |
| Cu | 0.50～16.00 | Sb | 0.010～0.70 |
| Fe | 25.00～50.00 | Bi | 0.0050～0.20 |
| S | 0.10～8.50 | Ni | 0.0050～0.080 |
| SiO2 | 15.00～42.00 | CaO | 0.40～5.00 |
| As | 0.040～1.24 | MgO | 0.40～4.20 |
| Pb | 0.050～1.30 | Al2O3 | 1.50～8.00 |
| Zn | 0.30～7.30 |  |  |

1. 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 16597 冶金产品分析方法 X射线荧光光谱法通则

JJG 810 波长色散X射线荧光光谱仪

1. 原理

用一系列经过准确定值的内控样品建立分析曲线，由X射线管发射的一次X射线照射试样表面，产生具有被测元素特征的X射线，该特征X射线由检测器接收，试样各元素质量浓度与其特征X射线强度成正比。通过分析曲线用比较法计算出铜、 铁、硫、 二氧化硅、 砷、 铅、 锌、 锑、 铋、镍、 氧化钙、氧化镁、 三氧化二铝的质量浓度。

1. 试剂或材料

除非另有说明，在分析中应仅使用确认为分析纯的试剂。

混合熔剂：无水四硼酸锂(12)+ 偏硼酸锂（22）（烧失量或烧增量不得大于0.40%，钙空白不得大于0.3%，铝空白不得大于0.3%）。

碘化铵。

硝酸钠：在105±5℃温度下烘干2小时，用玛瑙钵研磨至0.125mm以下。

50%碘化锂溶液：于玻璃烧杯中准确称取50.00g士0.03g碘化锂，用玻璃量筒量取100.0ml二级水倒入烧杯中，搅拌至碘化锂完全溶解后，将溶液转移至棕色滴瓶内备用。

1. 仪器设备

波长色散X射线荧光光谱仪：应符合GB-T16597和JJG 810规定。

压样机：可调压力大于50T。

电热鼓风干燥箱: 额定温度不小于300℃。

箱式电阻炉：额定温度不小于1000℃。

熔样机：额定温度不小于1100℃，并具有自动摇摆功能和强风冷却功能。

PVC塑料压样环：内径34㎜,外径40㎜,壁厚5㎜。

不锈钢压样模具：φ65mm。

不锈钢样杯：内孔直径27mm。

电子天平：量程220g，精度0.1mg。

铂-金坩埚（一次成型）：Pt+Au(95%+5%)，容积应大于20ml，直径应大于32mm。

铂-金坩埚（二次成型）：Pt+Au(95%+5%)，容积应大于20ml。

铂-金坩埚模具：Pt+Au(95%+5%)，直径应大于32mm，深度应大于3mm。

1. 样品

样品粒度应不大于0.098mm。

样品应在105℃±5℃的电热鼓风干燥箱（5.3）烘干2小时，置于干燥器中冷却至室温。

1. 试验步骤
   1. 样片制备
      1. 粉末压片法

设定压样机（5.2）压力50T，保压时间5s，将PVC塑料压样环放置于压样模具（5.7）上，用样勺加入适量试样于PVC塑料压样环（5.6）内，启动压样机（5.2）进行压制。样片表面应平整、光洁、无裂纹。

* + 1. 玻璃融片法（一次成型）
       1. 于铂－金坩埚（5.10）内准确称取7.2000g士0.0003g混合熔剂（4.1）；用玻璃表皿准确称取0.3000g士0.0001g试样，回零后继续准确称取1.0000g士0.0003g硝酸钠（4.3），将试样与硝酸钠（4.3）充分混匀后，转入铂－金坩埚（5.10）内与混合溶剂（4.1）混合，混合过程中试样不能接触铂－金坩埚（4.10）。
       2. 将盛有试样的铂－金坩埚（5.10）置于温度为700℃的箱式电阻炉（5.4）中预氧化15分钟。
       3. 将预氧化后的铂－金坩埚（5.10）取出置于1050℃熔样机（5.5）中，静置熔融2分钟后，继续在摇摆状态下熔融8分钟。
       4. 取出铂－金坩埚（5.10），快速加入0.05g～0.2g碘化铵（4.2）,再继续摇摆状态下熔融2分钟。
       5. 取出铂－金坩埚（5.10）置于冷却架上，开启冷却风强制冷却8分钟后取出玻璃熔片。样片待测面要求平整、光洁、无结晶、无裂纹、无气泡。
    2. 玻璃融片法（二次成型）
       1. 于铂－金坩埚（5.10）内准确称取7.2000g士0.0003g混合熔剂（4.1）；用玻璃表皿（4.12）准确称取0.3000g士0.0001g试样，回零后继续准确称取1.0000g士0.0003g硝酸钠（4.14），将试样与硝酸钠（4.3）充分混匀后，转入铂－金坩埚（5.10）内与混合溶剂（4.1）混合，混合过程中试样不能接触铂－金坩埚（5.10）。
       2. 用胶头滴管沿样品周围垂直滴加2～10滴50%碘化锂溶液（4.4）。
       3. 将盛有试样的铂－金坩埚（5.10）和铂－金模具（5.11）置于熔样机支架上，在700℃温度下预氧化15分钟后，升温至1050℃静置熔融2分钟，再摇摆熔融8分钟。
       4. 熔融结束后熔体倾倒至铂－金模具（5.11）上进行浇筑成型。
       5. 同时启动冷却风强制冷却8分钟后取出玻璃熔片。样片待测面要求平整、光洁、无结晶、无裂纹、无气泡。
  1. 测定条件

参考附录A调节仪器，使其处于最佳测量条件。

* 1. 建立校准曲线

选择能覆盖被测元素含量范围的至少5个水平的同类型的内控样品，建立校准曲线。在仪器最佳测量条件下，测量标准样品中待测元素的X射线荧光强度，以内控样品中待测元素的含量为横坐标，X射线阳光强度为纵坐标，绘制校准曲线。

可选择理论α系数法、基本参数法及经验α系数法等方法对校准曲线进行校正。

* 1. 校准曲线漂移校正

仪器稳定后，选择一个内控样品对仪器进行漂移校正。可根据仪器的稳定性确定仪器漂移校正的时间间隔。

* 1. 样片测量

在仪器最佳测量条件下，测量样片中待测元素的X射线荧光强度，从校准曲线上得出样片中各待测元素的含量。

1. 精密度
   1. 粉末压片法
      1. 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对同一试样相互独立进行测试，获得两次独立测试结果的绝对差值，应不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）见表2。

1. 重复性限（r）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 成分 | 质量分数% | r% |
| Cu | 0.50～16.00 |  |
| Fe | 25.00～50.00 |  |
| S | 0.10～8.50 |  |
| SiO2 | 15.00～42.00 |  |
| As | 0.040～1.24 |  |
| Pb | 0.050～1.30 |  |
| Zn | 0.30～7.30 |  |
| Sb | 0.010～0.70 |  |
| Bi | 0.0050～0.20 |  |
| Ni | 0.0050～0.080 |  |
| CaO | 0.40～5.00 |  |
| MgO | 0.40～4.20 |  |
| Al2O3 | 1.50～8.00 |  |

* + 1. 再限性

在不同实验室，由不同操作者使用不同设备，按照相同的测试方法，对同一试样相互独立进行测试，获得两次独立测试结果的绝对差值应不超过再限性限（R），超过再限性限（R）的情况，应不超过5%，再限性限（R）见表3。

1. 再限性限（R）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 成分 | 质量分数 % | R% |
| Cu | 0.50～16.00 |  |
| Fe | 25.00～50.00 |  |
| S | 0.10～8.50 |  |
| SiO2 | 15.00～42.00 |  |
| As | 0.040～1.24 |  |
| Pb | 0.050～1.30 |  |
| Zn | 0.30～7.30 |  |
| Sb | 0.010～0.70 |  |
| Bi | 0.0050～0.20 |  |
| Ni | 0.0050～0.080 |  |
| CaO | 0.40～5.00 |  |
| MgO | 0.40～4.20 |  |
| Al2O3 | 1.50～8.00 |  |

* 1. 玻璃融片法
     1. 重复性

1. 重复性限（r）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 成分 | 质量分数% | r% |
| Cu | 0.50～16.00 |  |
| Fe | 25.00～50.00 |  |
| S | 0.10～8.50 |  |
| SiO2 | 15.00～42.00 |  |
| As | 0.040～1.24 |  |
| Pb | 0.050～1.30 |  |
| Zn | 0.30～7.30 |  |
| Sb | 0.010～0.70 |  |
| Bi | 0.0050～0.20 |  |
| Ni | 0.0050～0.080 |  |
| CaO | 0.40～5.00 |  |
| MgO | 0.40～4.20 |  |
| Al2O3 | 1.50～8.00 |  |

* + 1. 再限性

1. 再限性限（R）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 成分 | 质量分数% | R% |
| Cu | 0.50～16.00 |  |
| Fe | 25.00～50.00 |  |
| S | 0.10～8.50 |  |
| SiO2 | 15.00～42.00 |  |
| As | 0.040～1.24 |  |
| Pb | 0.050～1.30 |  |
| Zn | 0.30～7.30 |  |
| Sb | 0.010～0.70 |  |
| Bi | 0.0050～0.20 |  |
| Ni | 0.0050～0.080 |  |
| CaO | 0.40～5.00 |  |
| MgO | 0.40～4.20 |  |
| Al2O3 | 1.50～8.00 |  |

1. 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

1. 试验对象；
2. 使用的标准（包括发布或出版年号）；
3. 使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
4. 分析结果及其表示；
5. 与基本分析步骤的差异；
6. 观察到的异常现象；
7. 试验日期。

备注：黄色标识内容最后确定了再修改

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

附录A 仪器最佳测量条件

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | S | Fe | As | Sb | Bi | Pb | Zn | Ni | Cu | Ca | Mg | Al | Si |
| 分析晶体 | Ge111 | LiF200 | LiF200 | LiF200 | LiF200 | LiF200 | LiF200 | LiF200 | LiF200 | LiF200 | PX1 | PE002 | PE002 |
| 分析线 | Ka | Ka | Kβ | Ka | Lβ | Lβ | Kβ | Ka | Ka | Ka | Ka | Ka | Ka |
| 准直器 | 300μm | 300μm | 300μm | 300μm | 300μm | 300μm | 300μm | 300μm | 300μm | 300μm | 700μm | 300μm | 300μm |
| 探测器 | Flow | Flow | scint | scint | scint | scint | scint | scint | Flow | Flow | Flow | Flow | Flow |
| 滤光片 | None | Al(200μm) | None | None | None | None | None | None | None | None | None | None | None |
| 电流电压 | 30/100 | 60/50 | 60/50 | 60/50 | 60/50 | 60/50 | 60/50 | 60/50 | 60/50 | 30/100 | 30/100 | 30/100 | 30/100 |