ICS

CCS H

|  |
| --- |
|       |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXXX—XXXX

|  |
| --- |
|       |

铜熔炼渣中铜、铁、硫、砷、铅、锌、锑、铋、镍的测定

波长色散X射线荧光光谱法

Test and Determination of Copper, Iron, Sulfur, Arsenic, Lead, Zinc, Antimony, Bismuth and Nickel in Copper Smelting Slag

Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry

击此处添加与国际标准一致性程度的标识

|  |
| --- |
|  |
| 在提交反馈意见时，请将您知道的专利连同支持性文件一并附上。 |

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部   发布

前  言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：云铜股份西南铜业分公司、...。

本文件主要起草人：。

铜熔炼渣中铜、 铁、硫、砷、 铅、锌、锑、 铋、镍的测定

波长色散X射线荧光光谱法

1. 范围

本文件规定了铜熔炼渣中铜、铁、硫、砷、铅、锌、锑、铋、镍含量的测定方法。

本文件适用于X射线荧光光谱法测定熔炼渣中铜、铁、硫、砷、铅、锌、锑、铋、镍含量的测定。测定范围见表1。

1. **测定范围**

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 质量分数% |
| Cu | 0.50～18.00 |
| Fe | 25.00～42.00 |
| S | 0.60～7.50 |
| As | 0.040～0.50 |
| Pb | 0.10～1.20 |
| Zn | 1.00～4.50 |
| Sb | 0.030～0.25 |
| Bi | 0.0040～0.15 |
| Ni | 0.0030～0.050 |

1. 规范性引用文

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。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. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

1. 原理

40T压力下将校准试样压制成试料片，在仪器最佳测量条件下，测量试料片中待测元素的特征X射线荧光强度，并进行元素间干扰效应校正，从校准曲线上得出试料中待测元素的含量。

1. 试剂

除非另有说明，在分析中应仅使用确认为分析纯的试剂。

氩甲烷混合气体：体积分数为90%的和体积分数为10%的甲烷。

校准试样：与被测试料（化学组成）同类型的系列经过准确定值的标准样品。使用前在105℃±5℃干燥2h，置干燥器中冷却，密封备用。

标准试样片：校准试样在40T压力下压制成片备用。

监控样品：均匀稳定的样片，含有所有校准元素，其浓度应使其计数率的统计误差小于或等于校准元素的计数率统计误差。

PVC塑料压片环/铝杯：内径34㎜,外径40㎜,壁厚5㎜。

压片模具：不锈钢φ65mm。

1. 仪器和设备

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：额定压力不小于60T。

电热鼓风干燥箱：额定温度不小于200℃，能控制温度在105℃±5℃。

1. 试样

粒度应小于100μm，并在105℃±5℃烘箱中干燥2小时，置于干燥器中冷却至室温。

7 试验步骤

7.1试料

试料10.0g～15.0 g。

7.2 平行实验

平行做两份实验。

7.3试料片的制备

7.3.1设置压样机（6.2）压力为40T，保压时间5s。

7.3.2将PVC塑料压压片环/铝杯（5.3）放置于压片模具（5.4）上，将校准试样（5.2）均匀平摊于PVC塑料压片环/铝杯（5.3）内，启动压样机（6.2）进行压制。

7.3.3取出试料片并置于密封样袋中。

7.3.4样片表面应平整、光洁、无裂纹，否则按7.3.1、7.3.2步骤重新压制。

7.4测定

7.4.1测定条件

 调节仪器（参考附录A），使其处于最佳测量条件。

7.4.2校准曲线绘制及漂移校准设置

7.4.2.1校准曲线绘制：选择不少于5个的校准试样（5.2），按7.4步骤制备标准试样片（5.3），在仪器最佳测量条件下，测量标准试样片（5.3）中待测元素的X射线荧光强度。以标准试样片（5.3）中待测元素的含量为横坐标，X射线荧光强度为纵坐标，绘制校准曲线。

7.4.2.2漂移校准设置：在绘制校准曲线同时，设置监控样品（5.4）名，测量监控样品（5.4）中分析元素的X射线荧光强度，作为仪器漂移校准的初始强度。为保证漂移校准的有效性，监控样品（5.4）的初次测量和标准试样片（5.3）测量应在同一时段内完成。采用单点校准，时间间隔根据仪器的稳定性确定。

7.5.3校准曲线校正

 可根据仪器情况，选择合适的校准方程，对有谱线重叠干扰的元素，应进行谱线重叠干扰校准，不少于1个标准试料片校正仪器漂移。可根据仪器的稳定性确定仪器漂移校正的时间间隔。

7.5.4试料片测量

 在仪器最佳测量条件下，测量试料片中待测元素的X射线荧光强度，从标准曲线上得出试料中各待测元素的含量。

8 实验数据处理

试样中各待测元素含量以质量分数计，结果保留小数点后两位有效数字。数值修约按照GB/T 8170的规定执行。

9精密度

9.1重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值，在表2给出的平均值范围内，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或外延法求得。

**表2 重复性限（r）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| ωCu/% | 2.48 | 6.23 | 9.35 | 12.48 | 17.33 |
| r/% |  |  |  |  |  |
| ωFe/% | 26.34 | 29.27 | 32.30 | 35.34 | 38.28 |
| r/% |  |  |  |  |  |
| ωS/% | 1.37 | 2.17 | 3.72 | 4.26 | 6.83 |
| r/% |  |  |  |  |  |
| ωAs/% | 0.094 | 0.14 | 0.22 | 0.34 | 0.6 |
| r/% |  |  |  |  |  |
| ωPb/% | 0.30 | 0.46 | 0.63 | 0.83 | 0.91 |
| r/% |  |  |  |  |  |
| ωZn/% | 1.59 | 2.22 | 2.65 | 3.43 | 4.00 |
| r/% |  |  |  |  |  |
| ωSb/% | 0.044 | 0.11 | 0.14 | 0.20 | 0.29 |
| r/% |  |  |  |  |  |
| ωBi/% | 0.011 | 0.031 | 0.045 | 0.064 | 0.089 |
| r/% |  |  |  |  |  |
| ωNi/% | 0.0050 | 0.013 | 0.025 | 0.031 | 0.045 |
| r/% |  |  |  |  |  |

9.2再限性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值。在表2给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

**表3 再限性限（R）**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| ωCu/% | 2.48 | 6.23 | 9.35 | 12.48 | 17.33 |
| R/% |  |  |  |  |  |
| ωFe/% | 26.34 | 29.27 | 32.30 | 35.34 | 38.28 |
| R/% |  |  |  |  |  |
| ωS/% | 1.37 | 2.17 | 3.72 | 4.26 | 6.83 |
| R/% |  |  |  |  |  |
| ωAs/% | 0.094 | 0.14 | 0.22 | 0.34 | 0.6 |
| R/% |  |  |  |  |  |
| ωPb/% | 0.30 | 0.46 | 0.63 | 0.83 | 0.91 |
| R/% |  |  |  |  |  |
| ωZn/% | 1.59 | 2.22 | 2.65 | 3.43 | 4.00 |
| R/% |  |  |  |  |  |
| ωSb/% | 0.044 | 0.11 | 0.14 | 0.20 | 0.29 |
| R/% |  |  |  |  |  |
| ωBi/% | 0.011 | 0.031 | 0.045 | 0.064 | 0.089 |
| R/% |  |  |  |  |  |
| ωNi/% | 0.0050 | 0.013 | 0.025 | 0.031 | 0.045 |
| R/% |  |  |  |  |  |

9 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. 本文件编号；
3. 分析结果及其表示；
4. 与基本分析步骤的差异；
5. 观察到的异常现象；
6. 试验日期。

**附 录 A**

**（资料性）**

**波长色散X射线荧光谱仪的推荐测量条件**

波长色散X射线荧光谱仪的推荐测量条件见表A.1。

**表A.1波长色散X射线荧光谱仪的推荐测量条件**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 |

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