

# 水泥及熟料分析操作流程 SOP

## ■ 参考标准

《GBT 176-2017 水泥化学分析方法 -X 荧光光谱分析法》

## ■ 适应范围

本方法适用于压片法测定水泥中： $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{SO}_3$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{Cl}$ 、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5$ 、和  $\text{SrO}$  等元素成分的含量。

## ■ 方法原理

X 射线管产生的初级 X 射线照射到平整、均匀的颗粒物样品表面时，被测元素释放出特征 X 射线经晶体分光后，探测器在选择特征波长相对应  $2\theta$  角处测得 X 射线荧光强度。采用薄样品分析技术，颗粒物负载量在一定范围内 X 射线荧光强度与被测元素含量（附着量）成正比。

## ■ 仪器及辅助设备

MXF-N3 Plus 波长色散 X 射线荧光光谱仪

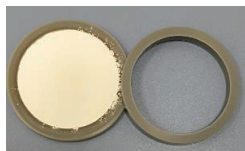
粉末压片压样机（60T）

以确保压片样品牢固成型（钢环、塑料环或铝盖等）

## ■ 标准样品

选用标样是挑选生产线上的水泥样品，元素有一定含量梯度，经过化学湿法准确定值后作为制作工作曲线的标样，标样数量最少要 5 个点以上。

标样形状见图（可选塑料环、铝盖、钢环等），取干基样品 10 克左右在自动压样机上压制，压制好样品有效直径  $\phi > 30$  mm 样片为待分析样片。岛津 X 射线仪器是从上往下照射的选择 X 光管设计（有效避免 X 光管被粉末压片样品的粉尘）。



## ■ 方法的建立步骤

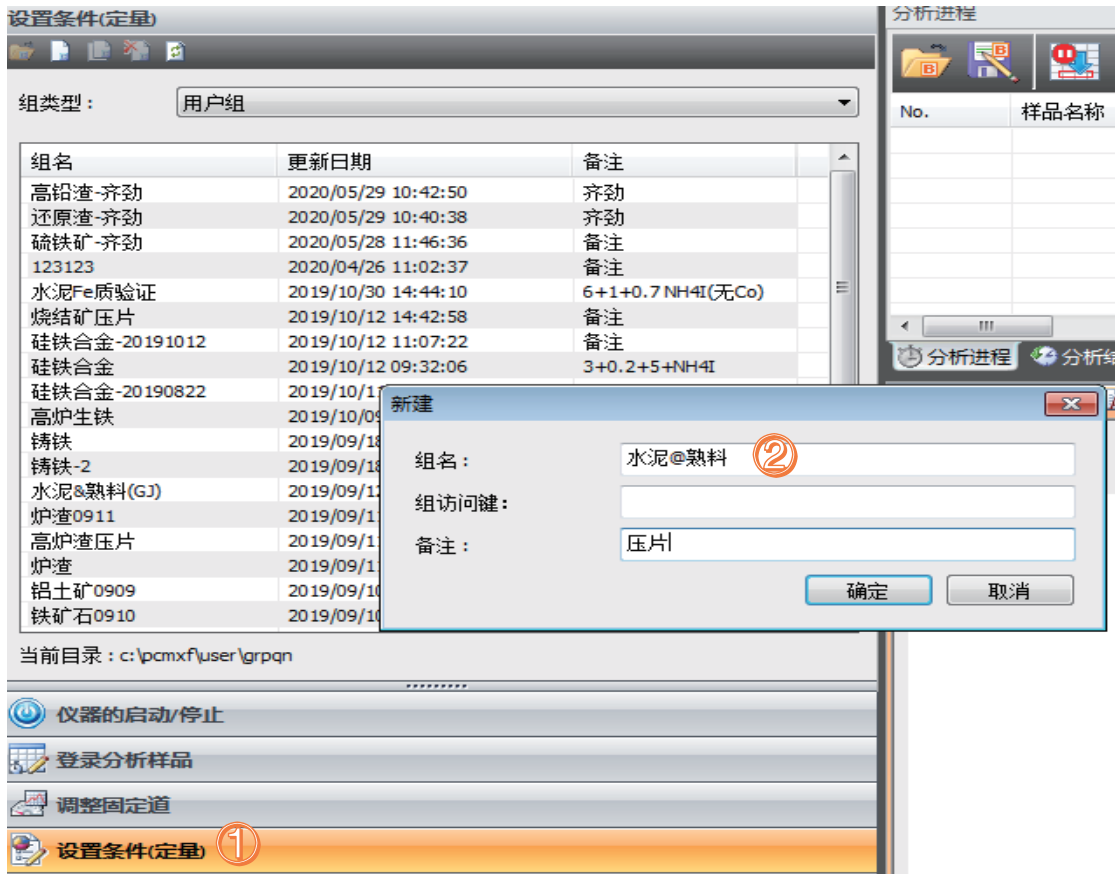
6.1 检查仪器环境，确认各状态正常；

6.2 建立分析条件：按照样品材料命名相应的分析程序名称

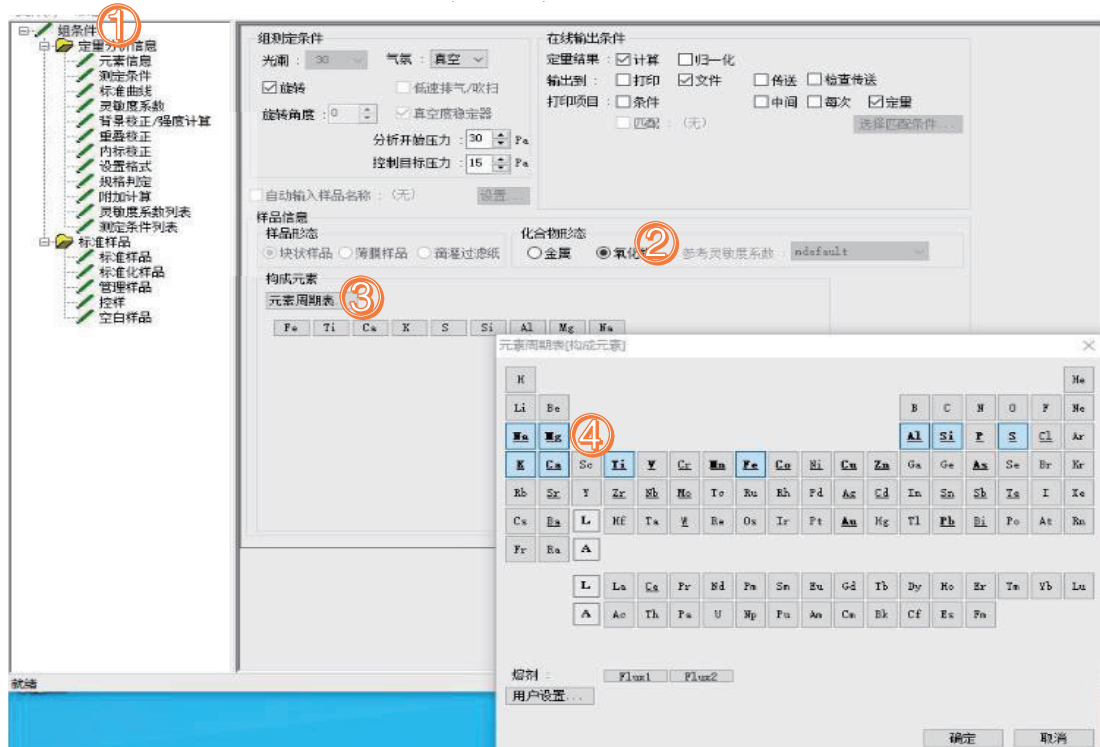
6.3 打开新建组条件，依序设定下面各项。

6.3.1 分析元素选择和分析条件设定

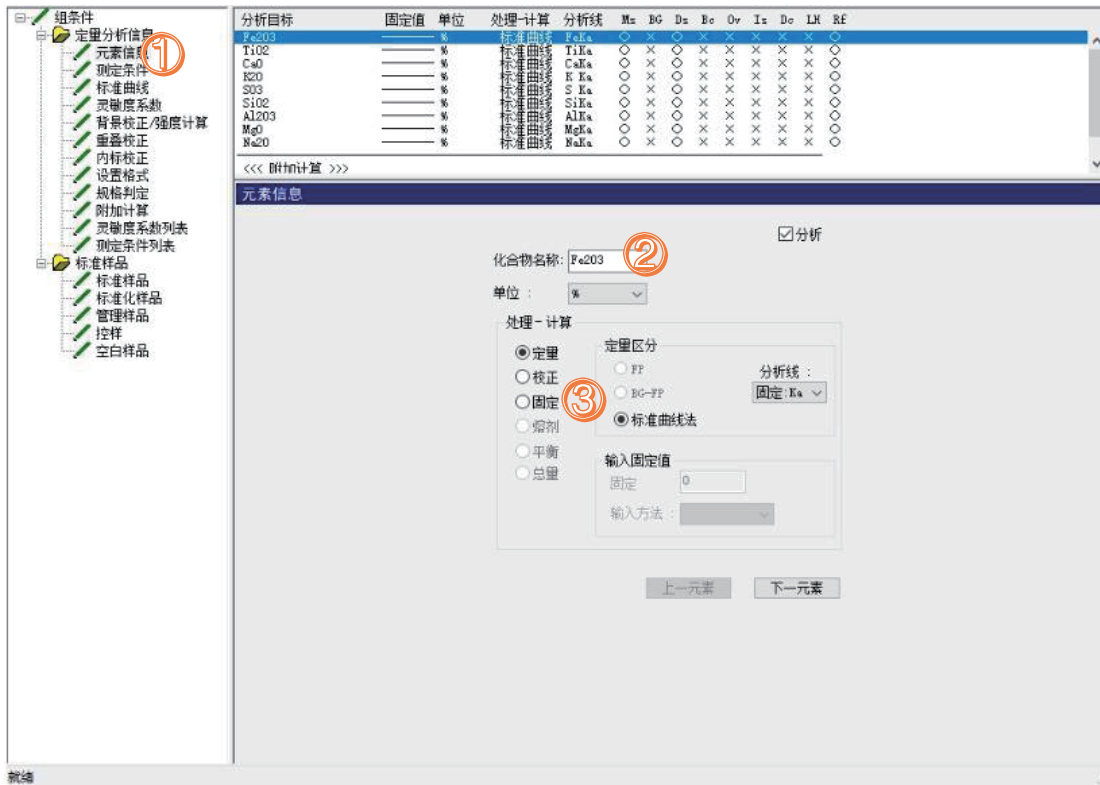
选设置条件（定量），点击新建弹出对话框，输入分析组名称，确定



点击组条件，点击化合物形态（氧化物），点击元素周期表，选择要分析的元素，确定



点击元素信息，依次确认各分析元素定量、工作曲线法、分析线等（仪器默认即可）



### 6.3.2 分析条件设定和确认 (逐元素确认)

点击测定条件，依次确认各元素电压、电流、分析时间等（仪器默认即可）



去掉灵敏度自动控制的“√”选项（不用自动衰减）

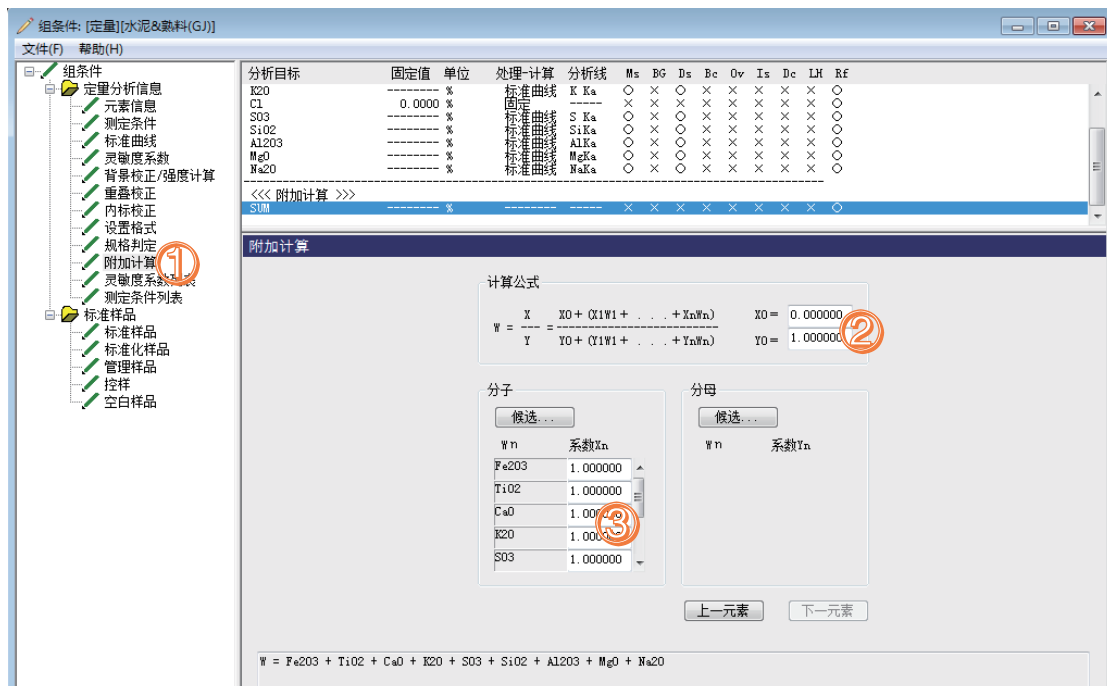
### 6.4 结果格式设定

点击设置格式，对目标元素根据需要设置化合物名称、结果位数、计算单位等



### 6.5 附件计算公式设定

根据添加的计算通道，设置计算公式，实现自动计算生产工艺的相关指标参数



若计算公式中有分母项，就需要把②项 Y<sub>0</sub> 改为 0，再编辑分母项

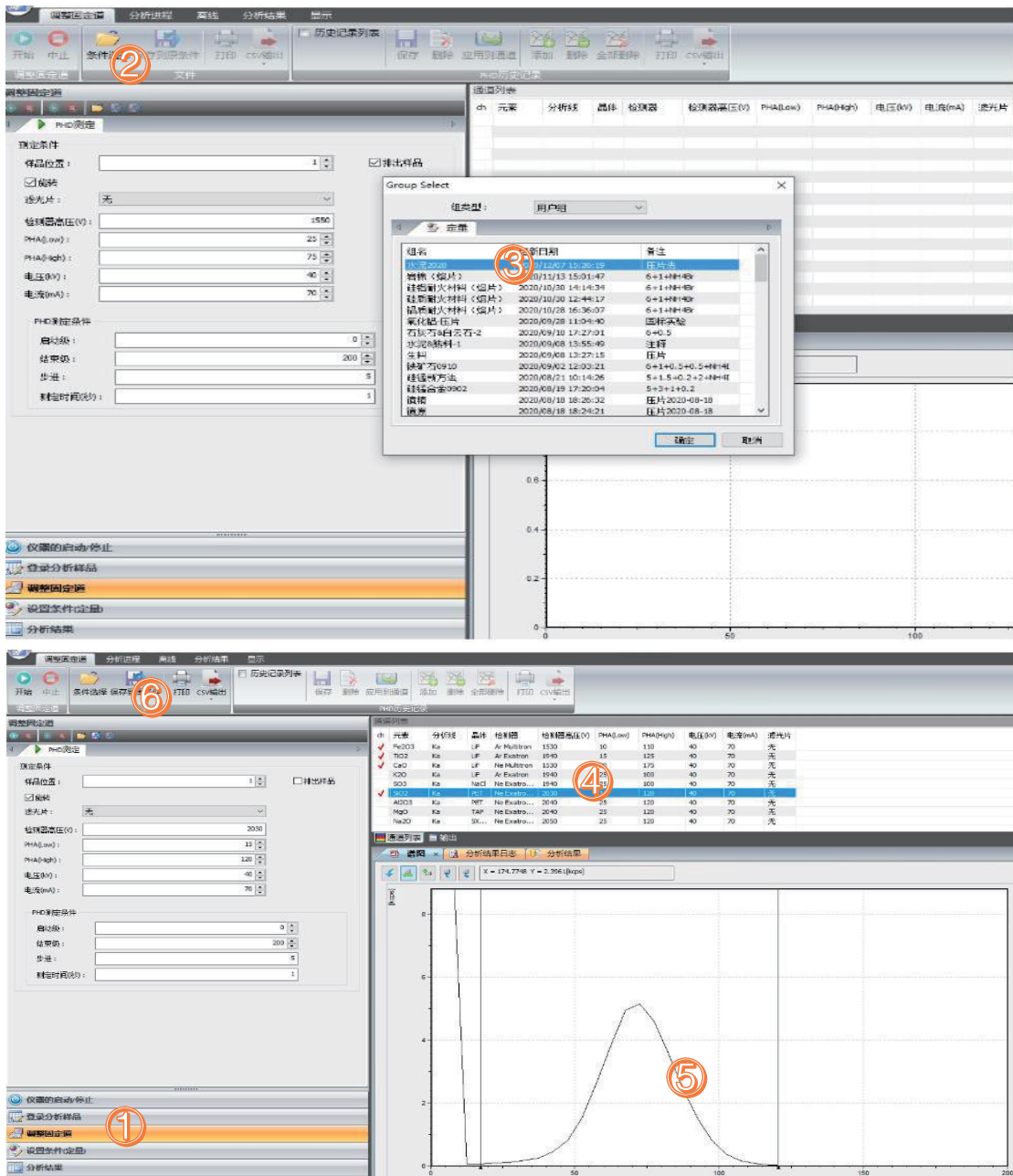
### 6.5 标准样品登记输入（名称及含量）

点击标准样品，输入标准样品名称及标准化学值



### 6.6 元素脉冲高度 PHD 值测试设定

选择标样中每个元素含量最高样品，进行 PHD 范围设定，在谱图拐点处左键选左边，右键选右边，做完后退出样品：点击“退出”按钮。依次设定好每一个元素 PHD 值并保存到分析条件组。



The screenshot displays the Shimadzu software interface for PHD analysis. The main window is titled 'PHD测定' (PHD Measurement). On the left, there are settings for '测定条件' (Measurement Conditions) and 'PHD测定条件' (PHD Measurement Conditions). The '测定条件' section includes '保存位置' (Save Location), '透光片' (Transmittance Plate), '检测器高压(V)' (Detector High Voltage), 'PHA(Low)', 'PHA(High)', '电压(V)' (Voltage), '电流(mA)' (Current), and 'PHD测定条件' (PHD Measurement Conditions) such as '启动级' (Start Level), '结束级' (End Level), '步速' (Step Speed), and '精扫时间(秒)' (Fine Scan Time). The 'PHD测定条件' section includes '启动级' (Start Level), '结束级' (End Level), '步速' (Step Speed), and '精扫时间(秒)' (Fine Scan Time).

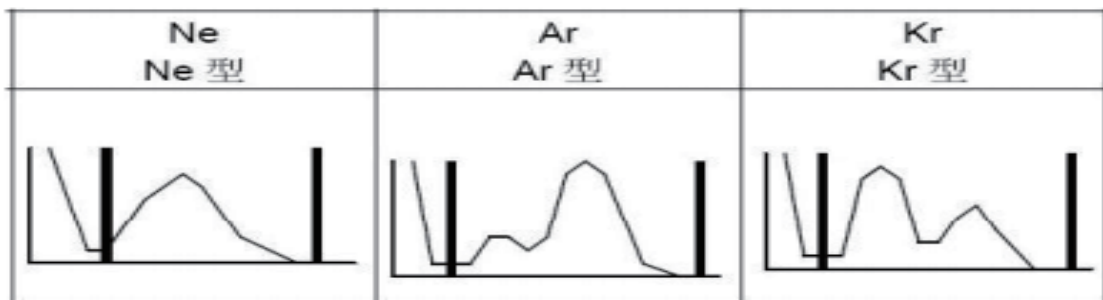
A 'Group Select' dialog box is open, showing a list of samples with columns for '组名' (Group Name), '日期' (Date), and '备注' (Remarks). The '日期' column is highlighted, and a circled '3' is next to the '日期' header.

The 'PHD测定结果' (PHD Measurement Results) table is visible, showing columns for '元素' (Element), '分析线' (Analysis Line), '晶体' (Crystal), '检测器' (Detector), '检测器高压(V)' (Detector High Voltage), 'PHA(Low)', 'PHA(High)', '电压(V)' (Voltage), '电流(mA)', and '透光片' (Transmittance Plate). A circled '4' is next to the '检测器' column.

A graph shows the resulting spectrum with a peak labeled '5'.

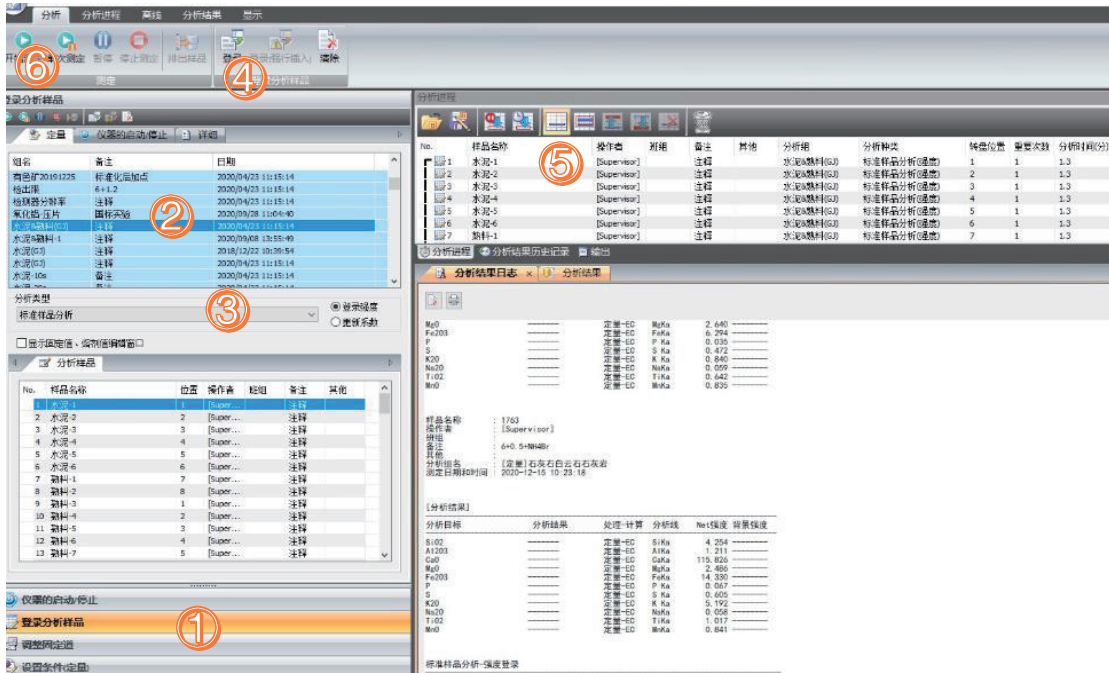
The bottom part of the screenshot shows the 'PHD测定' (PHD Measurement) panel with a circled '1' next to the 'PHD测定' button. The 'PHD测定结果' (PHD Measurement Results) table is also visible, showing a circled '6' next to the 'PHD测定结果' button.

特别提醒，不同检测器充气不同，元素 PHD 的谱图形状不同，要区别对待设定



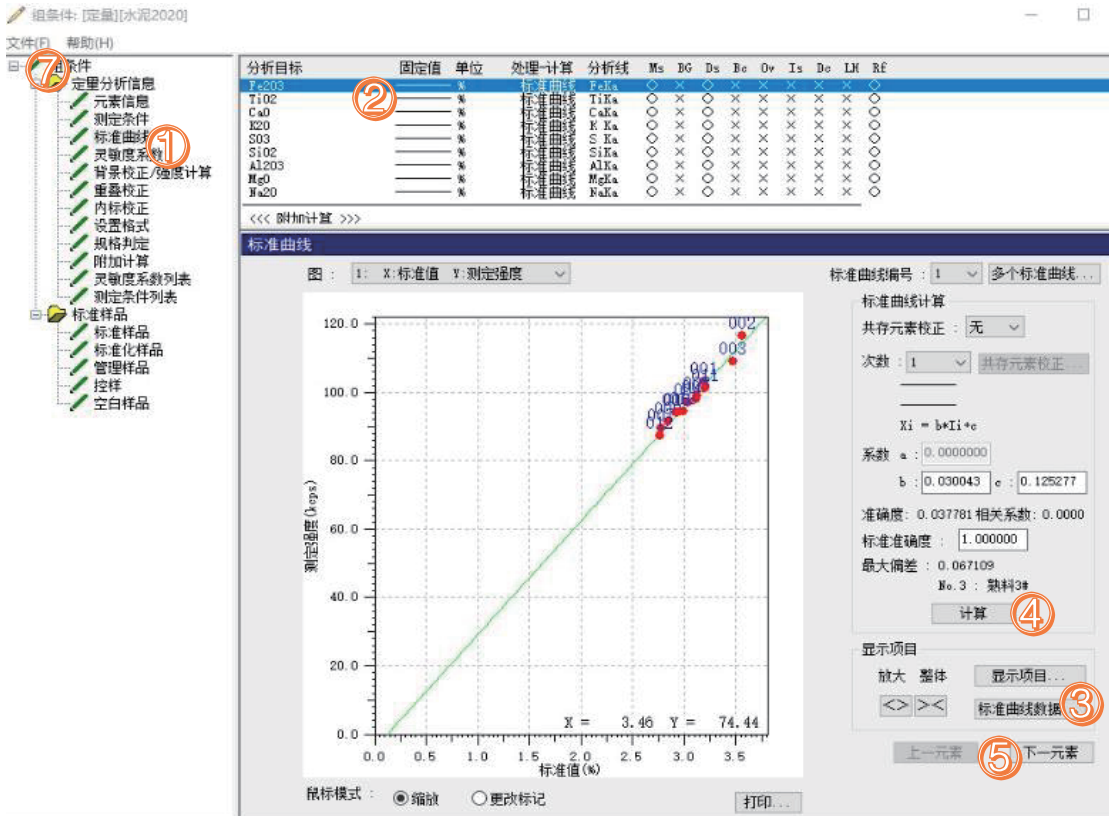
### 6.7 工作曲线标样的强度值测试

按照如下步骤登录标准样品，并按照正确样品盒位置依次测试标样，采集相应标样强度值，自动录入分析情报中，便于绘制相应元素工作曲线。



### 6.8 分析元素工作曲线绘制

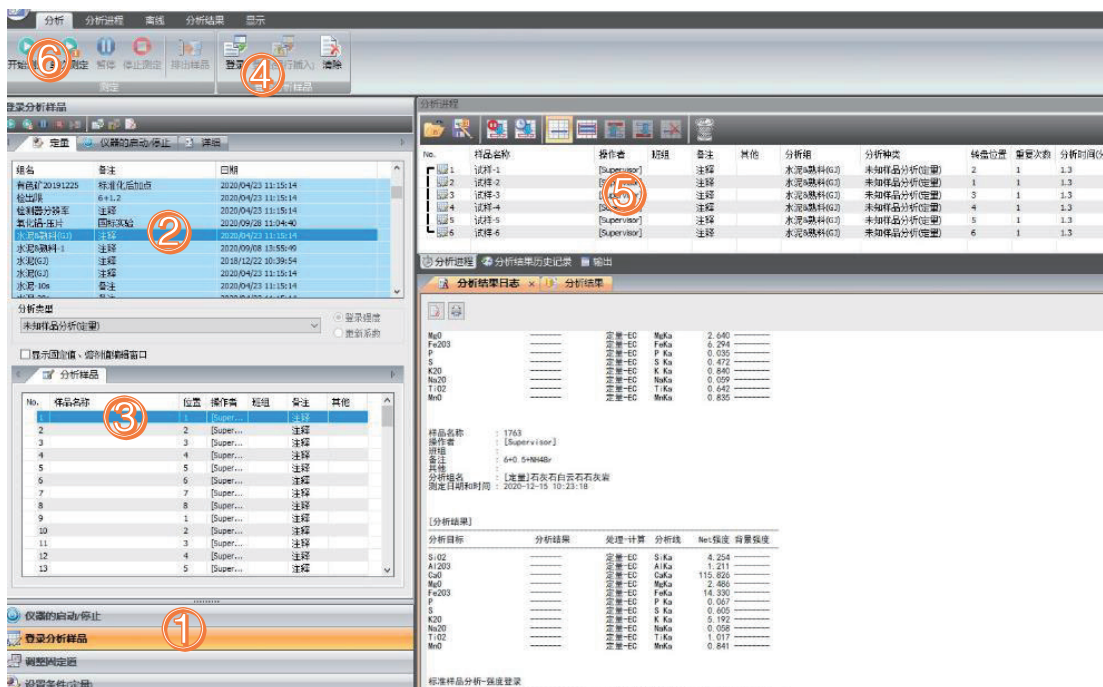
点击标准曲线，依次对元素的标准化学值为 0 的点去掉，进行绘制工作曲线



依次完成各元素的工作曲线制作，最后总检查，保存。建议绘制好每个元素点击文件保存曲线情报，及时将建好的分析条件组备份到非本机妥善位置。

### 6.9 样品测试分析

制备好的样品放入样品盒中，放置在相应位置上。按以下步骤设定并分析。



到此，一整套步骤：设定条件，建立曲线，未知样品含量分析整个流程完毕。

岛津应用云

