

# 炉渣类（压片法）分析操作流程 SOP

## ■ 参考标准

《YBT 4177-2008 炉渣 X 射线荧光光谱分析方法》

## ■ 适应范围

本方法适用于压片法测定炉渣类样品中  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、TFe、CaO、MgO、MnO、 $\text{P}_2\text{O}_5$ 、 $\text{TiO}_2$ 、S、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$  等成分。

## ■ 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。X—射线荧光强度与被测元素含量成一定比例关系，通过这种比例关系可以对元素进行定量分析检测。

## ■ 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）

塑料环、硼酸打底等方法以确保压片样品牢固成型

## ■ 标准样品

挑选生产工艺过程中的炉渣样品，元素有一定含量梯度，经过化学法等其他方法准确定值后——作为制作工作曲线的标样，标样数量最少 5 个以上。

标样形状见图（可选塑料环、硼酸打底等方法），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—射线荧光光谱仪 X 光管是从上往下照射（上照式），可有效避免 X 光管被粉末压片样品的粉尘污染。



## ■ 方法的建立步骤

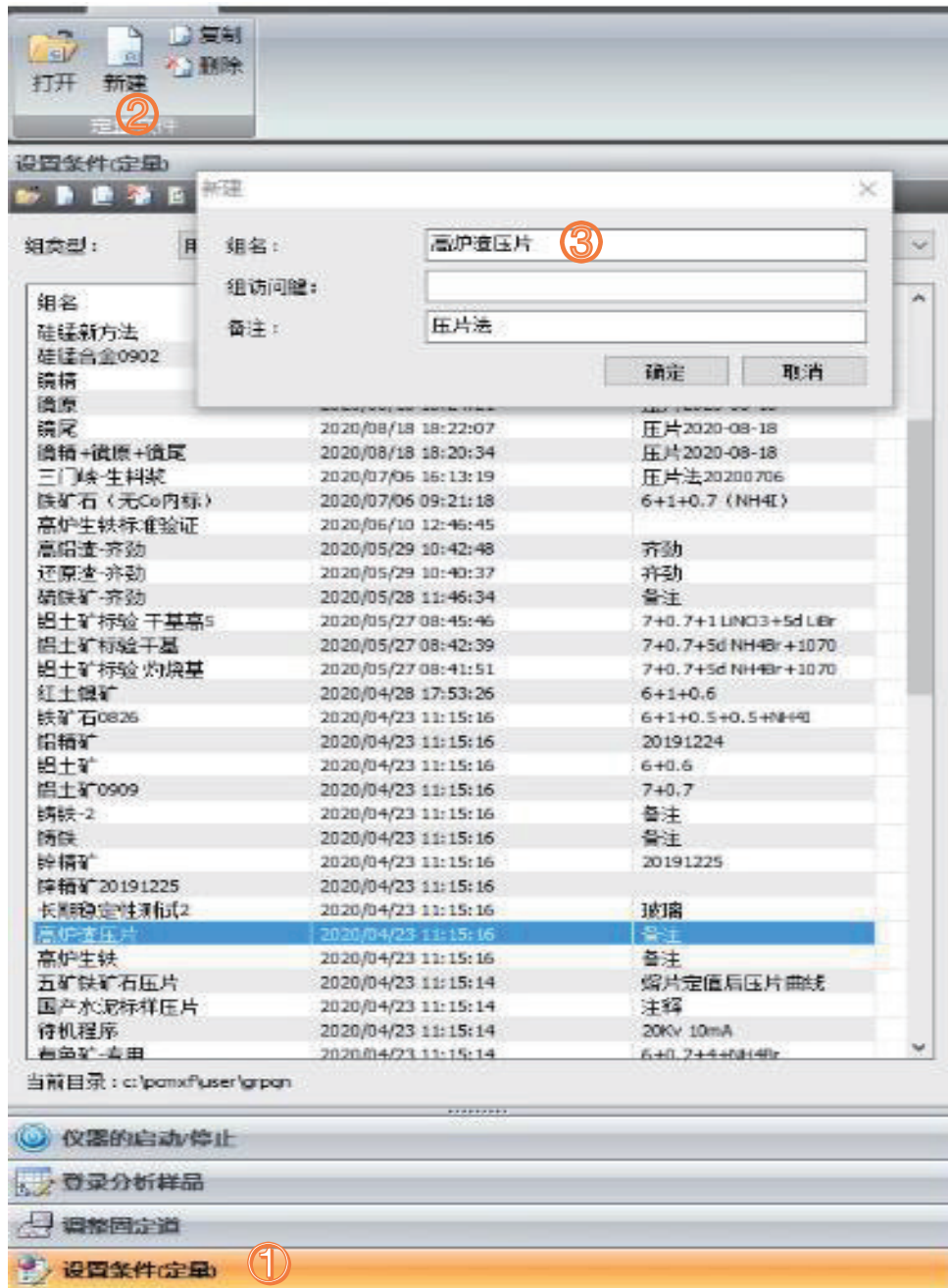
6.1 检查仪器环境，确认各状态正常；

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。

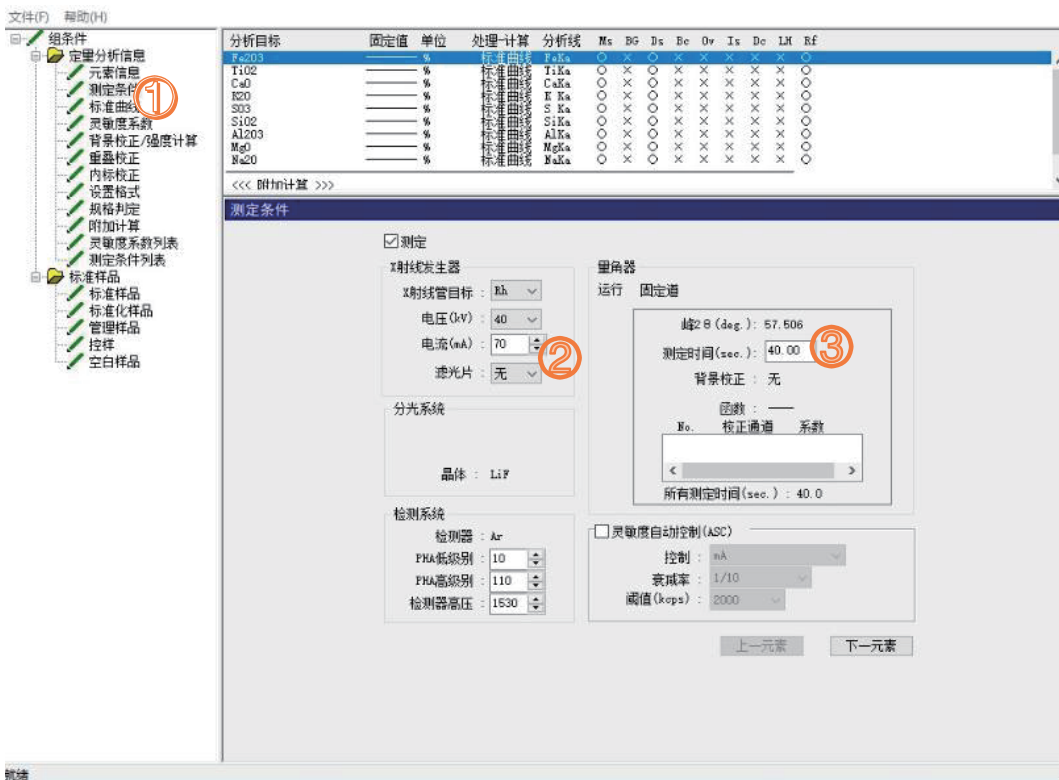


点击组条件，点击化合物形态（氧化物），点击元素周期表，选择要分析的元素并根据分析需要进行排序；设置需要添加的计算通道，并确定。



### 6.3.2 分析条件设定和确认（逐元素确认测量条件信息）

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（无需自动衰减）

### 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。



组条件: [定量]水泥2020

文件(F) 帮助(H)

组条件

- 定量分析信息
  - 元素信息
  - 测定条件
  - 标准曲线
  - 灵敏度系数
  - 背景校正/强度计算
  - 重叠校正
  - 内标校正
  - 设置格式
  - 规格判定
  - 附加计算
  - 灵敏度系数列表
  - 测定条件列表
- 标准样品
  - 标准样品
  - 标准化样品
  - 管理样品
  - 控样
  - 空白样品

分析目标	固定值	单位	处理-计算	分析线	Ms	BG	Ds	Be	Or	Is	De	LH	Rf
Fe2O3		%	标准曲线	FeKa	○	×	○	×	×	×	×	×	○
TiO2		%	标准曲线	TiKa	○	×	○	×	×	×	×	×	○
CaO		%	标准曲线	CaKa	○	×	○	×	×	×	×	×	○
K2O		%	标准曲线	K Ka	○	×	○	×	×	×	×	×	○
SO3		%	标准曲线	S Ka	○	×	○	×	×	×	×	×	○
SiO2		%	标准曲线	SiKa	○	×	○	×	×	×	×	×	○
Al2O3		%	标准曲线	AlKa	○	×	○	×	×	×	×	×	○
MgO		%	标准曲线	MgKa	○	×	○	×	×	×	×	×	○
Na2O		%	标准曲线	NaKa	○	×	○	×	×	×	×	×	○

<<< 附加计算 >>>

设置格式

显示名称

化合物名称: Fe2O3

使用别名 Fe2O3

转换单位  显示

计算单位: %

使用新单位

新单位

% = [%]

\* 1 + 0

显示位数

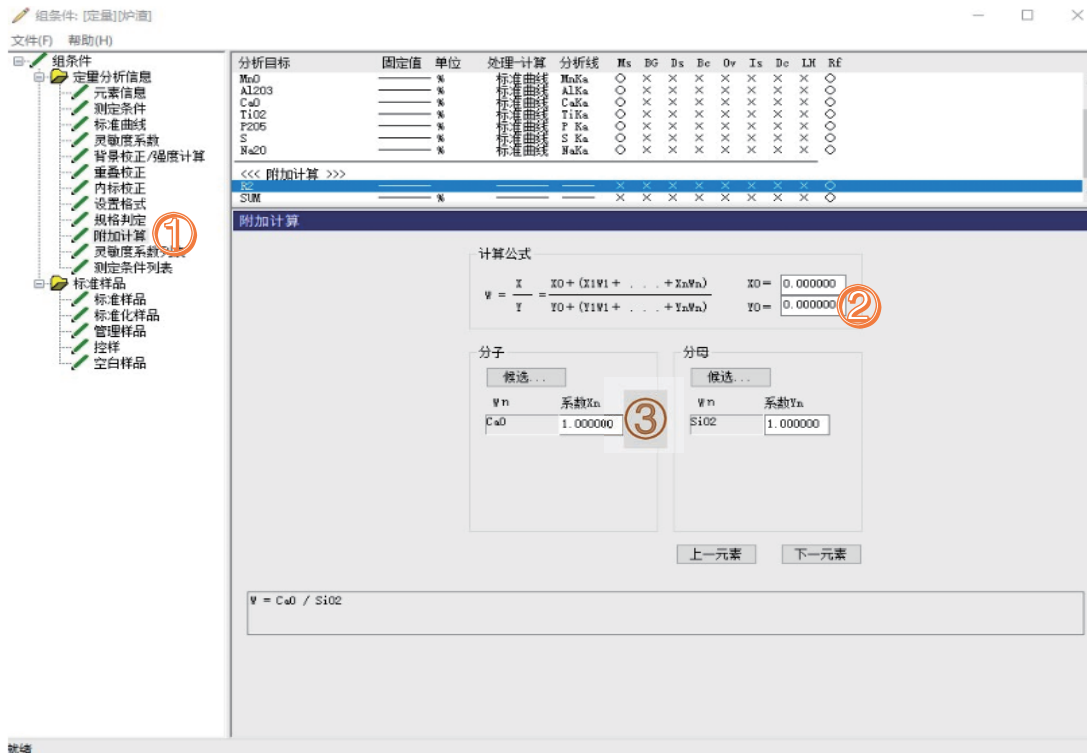
#.####

有效位数: 6 小数点后: 4

上一元素 下一元素

### 6.5 附件计算公式设定

根据设置的计算通道，编辑计算公式，自动计算生产工艺相关指标参数。



组条件: [定量]炉渣

文件(F) 帮助(H)

组条件

- 定量分析信息
  - 元素信息
  - 测定条件
  - 标准曲线
  - 灵敏度系数
  - 背景校正/强度计算
  - 重叠校正
  - 内标校正
  - 设置格式
  - 规格判定
  - 附加计算
  - 灵敏度系数列表
  - 测定条件列表
- 标准样品
  - 标准样品
  - 标准化样品
  - 管理样品
  - 控样
  - 空白样品

分析目标	固定值	单位	处理-计算	分析线	Ms	BG	Ds	Be	Or	Is	De	LH	Rf
MeO		%	标准曲线	MnKa	○	×	×	×	×	×	×	×	○
Al2O3		%	标准曲线	AlKa	○	×	×	×	×	×	×	×	○
CaO		%	标准曲线	CaKa	○	×	×	×	×	×	×	×	○
TiO2		%	标准曲线	TiKa	○	×	×	×	×	×	×	×	○
P2O5		%	标准曲线	P Ka	○	×	×	×	×	×	×	×	○
S		%	标准曲线	S Ka	○	×	×	×	×	×	×	×	○
Na2O		%	标准曲线	NaKa	○	×	×	×	×	×	×	×	○

<<< 附加计算 >>>

附加计算

计算公式

$$W = \frac{X}{Y} = \frac{X_0 + (Y_1V_1 + \dots + Y_nV_n)}{Y_0 + (Y_1V_1 + \dots + Y_nV_n)}$$

X0 = 0.000000 Y0 = 0.000000

分子

Yn 系数Xn

CaO 1.000000

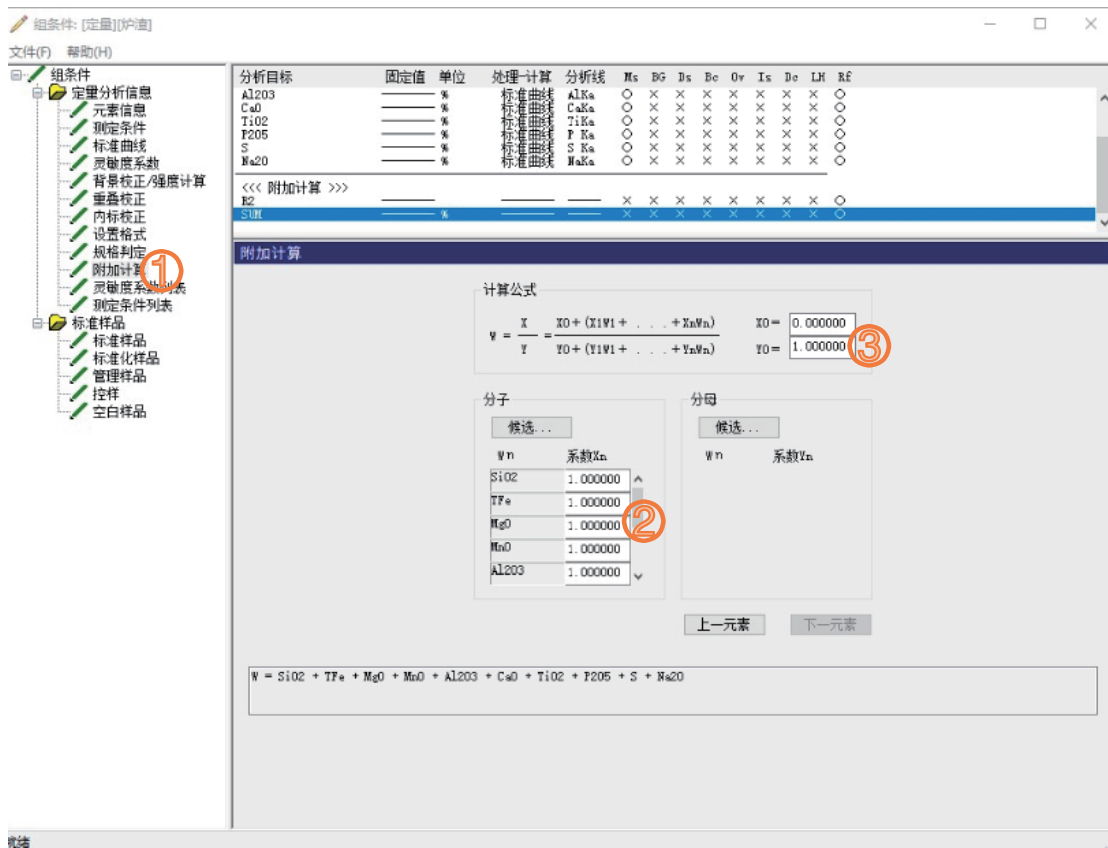
分母

Yn 系数Yn

SiO2 1.000000

W = CaO / SiO2

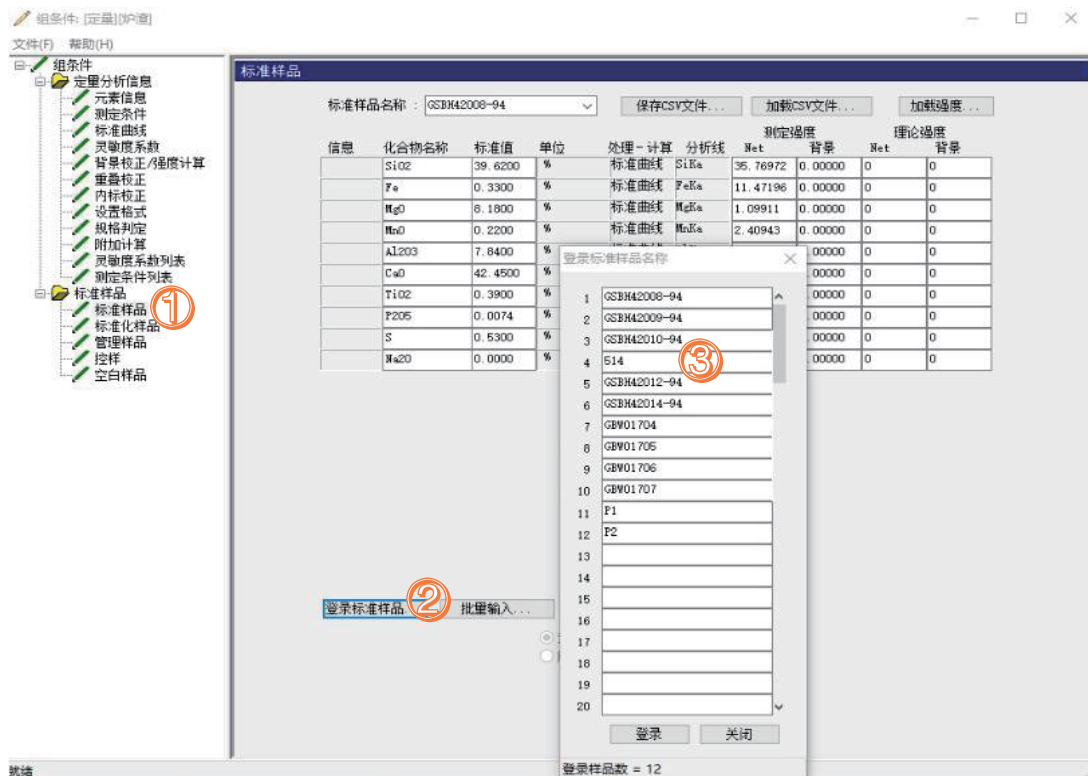
上一元素 下一元素



注意：若计算公式中有分母项，就需要把③项 Y0 改为 0；再编辑分母项。

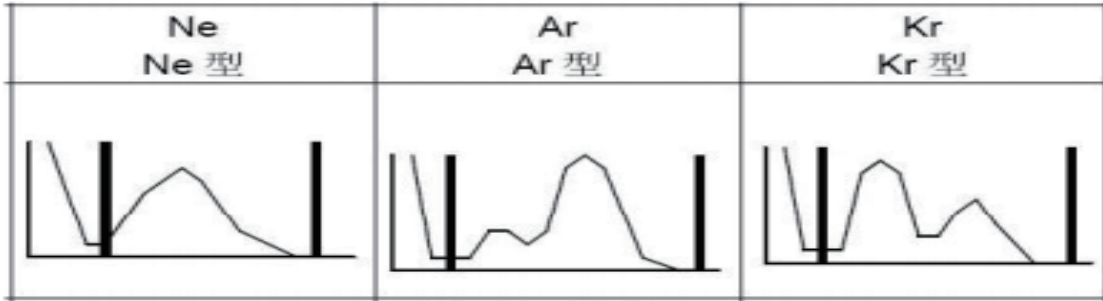
### 6.5 标准样品登记输入（名称及含量）

点击标准样品，输入标准样品名称及标准化学值。





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，便于绘制相应元素标准工作曲线。

**分析情报表**

No.	样品名称	操作者	班组	备注	其他	分析组	分析种类	转盘位置	重复次数	分析时间
1	GSBH42008-94	[Supervisor]		6+1+0.6		炉渣	标准样品分析(强度)	1	1	1.7
2	GSBH42009-94	[Supervisor]		6+1+0.6		炉渣	标准样品分析(强度)	2	1	1.7
3	GSBH42010-94	[Supervisor]		6+1+0.6		炉渣	标准样品分析(强度)	3	1	1.7
4	S14	[Supervisor]		6+1+0.6		炉渣	标准样品分析(强度)	4	1	1.7
5	GSBH42012-94	[Supervisor]		6+1+0.6		炉渣	标准样品分析(强度)	5	1	1.7
6	GSBH42014-94	[Supervisor]		6+1+0.6		炉渣	标准样品分析(强度)	6	1	1.7
7	GBW01704	[Supervisor]		6+1+0.6		炉渣	标准样品分析(强度)	7	1	1.7

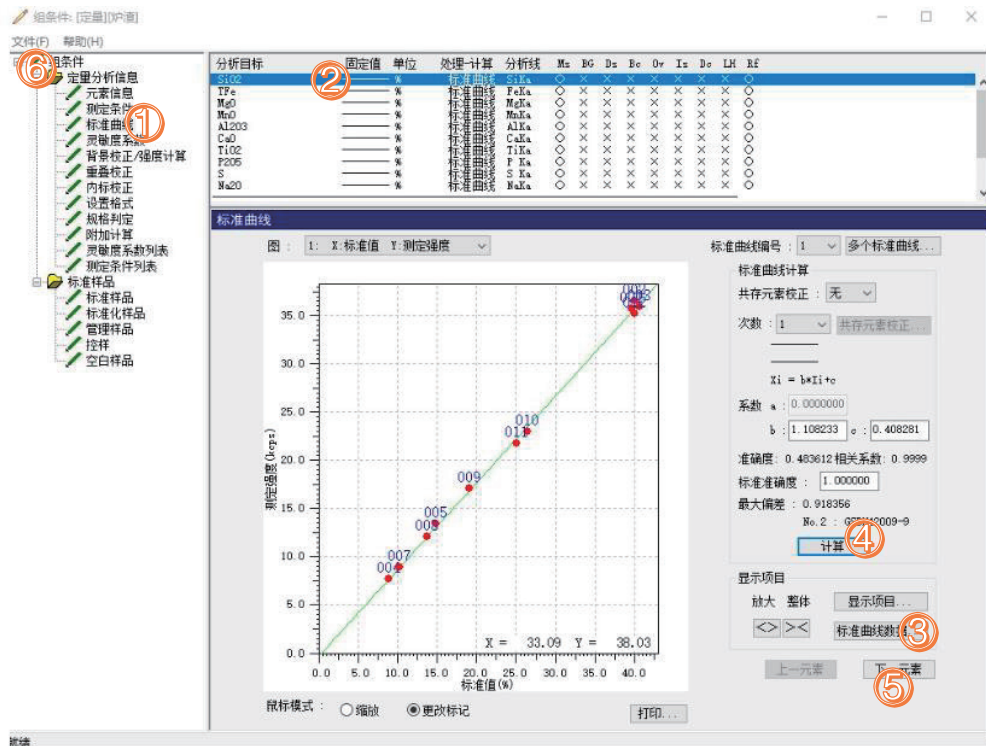
  

**分析结果表**

分析目标	分析结果	处理-计算	分析线	Net强度	背景强度
SiO2	---	定量-ED	SiKa	0.980	---
Al2O3	---	定量-ED	AlKa	0.763	---
CaO	---	定量-ED	CaKa	217.736	---
MgO	---	定量-ED	MgKa	0.160	---
Fe2O3	---	定量-ED	FeKa	4.410	---
P	---	定量-ED	P Ka	0.541	---
S	---	定量-ED	S Ka	0.411	---
K2O	---	定量-ED	K Ka	1.022	---
Na2O	---	定量-ED	NaKa	0.044	---
MnO	---	定量-ED	MnKa	0.693	---

### 6.8 分析元素工作曲线绘制

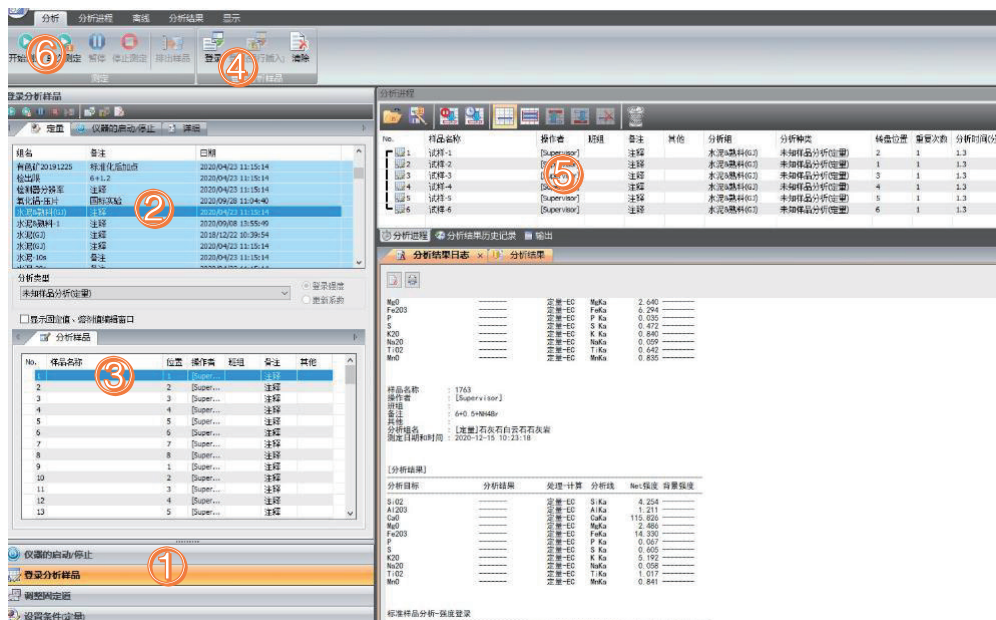
点击标准曲线，依次对元素的标准化学值为 0 的点去掉，进行绘制元素标准工作曲线，并保存到当前分析条件组。



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。按以下步骤设定并选择分析组，选未知样品分析（含量分析），输入样品编号，登录样品，点击分析就，分析结束结果自动显示。



到此，炉渣类（压片法）标准分析方法的一整套步骤：设定条件，建立曲线，未知样品含量分析整个流程完毕。

