附件11

**JY**

ICS

Y

备案号

**中华人民共和国教育行业标准**

JY/T XXXX－201X

波长色散型X射线荧光光谱方法通则

General rules for wavelength dispersive

X-ray fluorescence spectrometry

（征求意见稿）

–XX–XX 发布 –XX–XX 实施

**中华人民共和国教育部** 发 布

目  次

[前言 IV](#_Toc429643134)

[1　范围 1](#_Toc429643135)

[2　规范性引用文件 1](#_Toc429643136)

[3　术语和定义 1](#_Toc429643137)

[4　方法原理 4](#_Toc429643177)

[5　试剂和材料 4](#_Toc429643178)

[5.1　试剂 4](#_Toc429643179)

[5.1.1　四硼酸锂（Li2B4O7） 4](#_Toc429643180)

[5.1.2　偏硼酸锂（LiBO2） 4](#_Toc429643181)

[5.1.3　四硼酸锂（Li2B4O7）与偏硼酸锂（LiBO2）的混合熔剂 4](#_Toc429643182)

[5.1.4　碳酸锂 （Li2CO3） 4](#_Toc429643183)

[5.1.5　硝酸锂（LiNO3） 4](#_Toc429643184)

[5.1.6　硝酸铵（NH4NO3） 4](#_Toc429643185)

[5.1.7　溴化锂（LiBr） 4](#_Toc429643186)

[5.1.8　碘化铵（NH4I） 4](#_Toc429643187)

[5.1.9　碘化锂（LiI） 4](#_Toc429643188)

5.1.10 氟化锂（LiF）………………………………………………………………………………… 4

[5.1.11　蒸馏水或去离子水 4](#_Toc429643189)

[5.1.12　助磨剂 4](#_Toc429643190)

[5.1.13　粘结剂 5](#_Toc429643191)

[5.1.14　其他试剂 5](#_Toc429643192)

[5.2　材料 5](#_Toc429643193)

[5.2.1　熔融坩埚与熔融成型模具 5](#_Toc429643194)

[5.2.2　塑料环 5](#_Toc429643195)

[5.2.3　铝环或铝杯 5](#_Toc429643196)

[5.2.4　钢环 5](#_Toc429643197)

[5.2.5　样品杯与薄膜 5](#_Toc429643198)

[5.2.6　滤纸或滤膜 5](#_Toc429643200)

[5.2.7　P10气体 5](#_Toc429643202)

[5.2.8　氦气 5](#_Toc429643203)

[6　仪器及设备 5](#_Toc429643204)

[6.1　仪器类型 5](#_Toc429643205)

[6.2　仪器组成 6](#_Toc429643206)

[6.2.1　X射线发生系统 6](#_Toc429643207)

[6.2.2　X射线分光系统 6](#_Toc429643208)

[6.2.3 检测和记录系统 6](#_Toc429643209)

[6.2.4 操控和数据处理系统 6](#_Toc429643210)

[6.3　制样设备 6](#_Toc429643211)

[6.3.1　研磨设备 6](#_Toc429643212)

[6.3.2　压片机 6](#_Toc429643213)

[6.3.3　熔样机 6](#_Toc429643214)

[6.3.4 表面加工设备 6](#_Toc429643215)

[6.3.5　超声波清洗仪 6](#_Toc429643216)

[6.3.6　分析天平 7](#_Toc429643217)

[6.4　仪器性能 7](#_Toc429643218)

[6.5　环境条件 7](#_Toc429643219)

[7　试样制备 7](#_Toc429643220)

[7.1　固体制样法 7](#_Toc429643221)

[7.2　粉末制样法 7](#_Toc429643222)

[7.3　液体制样法 7](#_Toc429643223)

[8　分析步骤 7](#_Toc429643224)

[8.1　开机 7](#_Toc429643225)

[8.2　测量前的准备 8](#_Toc429643226)

[8.3　定性分析和半定量分析 8](#_Toc429643227)

[8.3.1　定性分析 8](#_Toc429643228)

[8.3.2　半定量分析 8](#_Toc429643229)

[8.4　定量分析 8](#_Toc429643230)

[8.4.1　建立分析程序 8](#_Toc429643231)

[8.4.1.1　样品的准备工作 8](#_Toc429643232)

[8.4.1.2　测量条件的选择和设定 9](#_Toc429643232)

[8.4.2 建立漂移校正程序 9](#_Toc429643233)

[8.4.3　制作校准曲线 9](#_Toc429643235)

[8.4.3.1　建立浓度文件 9](#_Toc429643236)

8.4.3.2　校准曲线的制作 9

8.4.3.3 谱线干扰和[基体效应校正 9](#_Toc429643236)

[8.4.4　试样分析 10](#_Toc429643238)

[8.5　其他分析方法 10](#_Toc429643239)

[9 定量分析方法的评价 10](#_Toc429643240)

9.1 方法的准确度．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．10

9.2 方法的精密度．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．10

9.3 方法的不确定度．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．．10

[10　分析结果的表述 10](#_Toc429643241)

[10.1　定性分析结果 10](#_Toc429643242)

[10.2　定量分析和半定量分析结果 10](#_Toc429643243)

[11　安全注意事项 11](#_Toc429643244)

前  言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准代替JY/T 016-1996。除编辑性修改外，本标准主要技术变化如下：

——扩充了适用范围；

——增加了规范性引用文件；

——增加了与本通则相关的术语和定义；

——补充了试剂和材料的内容；

——修改了仪器组成，补充了制样设备；

——修改了试样制备方法的分类及相应内容，增加了不宜加工样品、气体中分散颗粒物等的处理方法；

——修改并完善了分析步骤；

——增加了定量分析方法的评价内容；

——修改了分析结果的表述。

——修改了安全注意事项内容

本标准由中华人民共和国教育部提出。

本标准由全国教育装备标准化技术委员会[化学](http://baike.sogou.com/lemma/ShowInnerLink.htm?lemmaId=263130&ss_c=ssc.citiao.link)分技术委员会（SAC/TC 125/SC5）归口。

 标准JY/T 016-1996起草单位：原国家教育委员会。

标准JY/T 016-1996主要起草人：毛惠新、陈观铨、张孟群、刘笛、张伟东。

本标准起草单位：华南理工大学分析测试中心、北京化工大学分析测试中心、西南科技大学分析测试中心、山东理工大学分析测试中心。

本标准主要起草人：曾小平、程斌、刘海峰、王志国。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——JY/T 016-1996。

波长色散型X射线荧光光谱方法通则

1. 范围

本标准规定了用波长色散型X射线荧光光谱仪对试样中元素进行定性、定量分析的一般方法。

本标准适用于分析试样中4Be～92U之间除惰性气体外的所有元素，质量分数范围10-5 %～100 %。

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 6379.2-2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 27411-2012 检测实验室中常用不确定度评定方法与表示

JJG(教委)016 波长色散型X射线荧光光谱仪检定规程

1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

* 1.

 波长色散 wavelength dispersion

利用色散元件将X射线束按其波长在空间展开。

* 1.

 X射线荧光 X-ray fluorescence

物质受原级X射线或其它光子源照射，受激产生的次级特征X射线。

* 1.

 分光晶体 analyzing crystal

将X射线荧光束进行波长色散的元件，又称为晶体分光器或单色器。

* 1.

 *θ*角和2*θ*角 angle *θ* and angle 2*θ*

*θ*角为布喇格衍射角，即：入射线与晶体衍射面之间的夹角。2*θ*角为衍射线与非偏转入射线之间的夹角。

* 1.

 分析线 analytical lines

选作定性、定量分析的特征X荧光线。一般选择强度大、干扰少、背景低的特征谱线作为定量分析的分析线。

* 1.

 X射线强度 X-ray intensity

指荧光谱线的强度，以单位时间内仪器测量的计数表示。本标准中的强度、谱线强度均指荧光谱线强度。

* 1.

 净强度 net intensity

分析线强度除去叠加背底后的强度。

* 1.

 基体及基体效应 matrix and matrix effect

多元素试样的X射线荧光光谱分析中，分析元素谱线强度受其它元素影响，这些其它元素的总和称为分析元素的基体。多元素试样中，元素之间互为基体。

基体对分析元素荧光X射线强度的影响称为基体效应。基体效应有两类：一，基体中的化学元素间吸收-增强的影响；二，试样表面结构、颗粒度和不均匀性(物理特征效应)的影响以及分析元素化学状态差异对谱峰位、谱形和强度的变化（化学效应）所产生的影响。

* 1.

 标准样品 reference samples

用于绘制校准曲线或进行校正的一套已知组成和含量的试样。标准样品可以是有证国家标准物质，或是可靠方法赋值的与被测试样组成相近的物质

* 1.

 标准化样品 standardization samples

用于校正仪器强度漂移的试样。要求试样的元素分析线有适当的强度并可长时间保持稳定。

* 1.

 基本参数法 fundamental parameter method

以初级X射线的光谱分布、质量吸收系数、荧光产额、吸收突变比、仪器几何因子等基本参数计算出纯元素分析线的理论强度，将测量强度代入基本参数法数学模型中，用迭代法计算至达到所要求的精度，得到分析元素含量的理论计算方法。

* 1.

 理论α系数法 theoretical α coefficient method

在直接利用基本参数方程的基础上，选取特定浓度范围的设定标样，由二元或三元体系，应用一定的模型计算理论校正系数的方法。

* 1.

 经验系数法 empirical coefficient method

采用一定的数学校正公式，依靠标样，用多重回归等方法，同时求取基体校正系数和校准曲线常数的方法。

 内标法 internal standard method

选择某元素的特征谱线或其他与分析线性质非常相近的谱线作为内标线，并以分析线的强度*I*i与内标线的强度*I*内比和分析元素含量*C*i制取校准曲线的方法。

 ……………………………………………（1）

 标准加入法 standard addition method

该法是在试样内加入已知含量的分析元素△*C*i，通过差值计算方法利用加入前后荧光强度*I*1和*I*2来求得未知含量*C*i值。

……………………………………………（2）

 基体稀释法 matrix-dilution method

当共存元素影响较大时，采用适当的物质作稀释剂稀释样品，减少基体组分的变化带来基体影响的变化。

 薄膜和多层膜分析法 thin film and multilayer method

对于厚度没有达到无限厚的单层和多层试样的定量分析，包括测定薄膜的组成和厚度。

* 1.

 散射比法 Scattering ratio method

以波长和分析线相近的散射靶线和背景作为比较线，以分析线与散射线的强度比对分析浓度做校准曲线，测量未知样品的分析浓度。

 准直器 collimator

波长色散型X射线荧光光谱仪中截取X射线荧光，使其中近于平行的射线进入分光晶体或探测器。分光晶体前的准直器，称为初级准直器。分光晶体与探测器之间的准直器，称为次级准直器。

 探测器 detector

将X射线光子转换成电脉冲的装置。

 参比谱线 reference spectral line

X射线荧光光谱分析中，所用的校准曲线的纵坐标的值，可以是分析谱线净强度与参比谱线强度的比值。在外参比方法中参比谱线是指参比试样中与分析谱线波长相同的谱线(参比谱线)。在内参比方法中参比谱线可改用内标线或X射线管靶的散射线。

 顺序型X射线荧光光谱仪 sequential X-ray fluorescence spectrometer

它是一种单通道、扫描型、晶体色散型X射线荧光光谱仪。

 同时型X射线荧光光谱仪 simultaneous X-ray fluorescence spectrometer

又称多通道（multichannel）X射线荧光光谱仪。它基本上相当于一系列单通道仪器的组合，每一个通道都有自己的晶体、准直器和探测器。这些通道环绕一个共用的X射线管(端窗型)和试样，呈辐射状排列。每一个探测器都有单独的放大器、脉高分析器、计数器和定标器。测量通道基本上是固定的，被设定在指定的2*θ*角度分析线上。但有些谱仪也配有1～2个扫描通道。

 X射线管 X-ray tube

又称X光管。一般用钨丝作为阴极，可用铑、钼、铬、铂、金、钨等金属作为阳极靶。在靶附近的管壁上或管的端部开一孔，用金属铍膜封口，称为铍窗。X光管可有端窗型和侧窗型两类。当X射线管的两极间加上高电压时，从灯丝发射的热电子得到加速，轰击阳极靶，产生X射线，称为初级X射线。这种射线是由连续波谱和靶的特征波谱组成的。它们从铍窗射出，到达分析试样。在X射线荧光光谱仪中，X射线管是激发源，用于发射初级X射线。

4 方法原理

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射线照射分析试样，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，按照布喇格定律(*nλ*＝2dsin*θ*)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(2*θ*)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。

5 试剂和材料

5.1 试剂

下述试剂均为分析纯或以上。

5.1.1 四硼酸锂（Li2B4O7）

使用前，在600-700 ℃下灼烧4h，冷却、密封备用。

5.1.2 偏硼酸锂（LiBO2）

 使用前处理方法与四硼酸锂相同。

5.1.3 四硼酸锂（Li2B4O7）与偏硼酸锂（LiBO2）的混合熔剂

 使用前处理方法与四硼酸锂相同。

5.1.4 碳酸锂 （Li2CO3）

5.1.5 硝酸锂（LiNO3）

5.1.6 硝酸铵（NH4NO3）

5.1.7 溴化锂（LiBr）

5.1.8 碘化铵（NH4I）

5.1.9 碘化锂（LiI）

5.1.10 氟化锂（LiF）

5.1.11 蒸馏水或去离子水

5.1.12 助磨剂

可选用纤维素、硬脂酸、酒精、正乙烷、乙二醇、三乙醇胺等。

5.1.13 粘结剂

可选用甲基纤维素、微晶纤维素、硼酸、石蜡、淀粉、低压聚乙烯、硬脂酸、聚乙烯醇、聚苯乙烯等。

5.1.14 其他试剂

视分析任务而定，如氧化物、盐类或酸类。

5.2 材料

5.2.1 熔融坩埚与熔融成型模具

选用铂黄金(95 ％Pt＋5 ％Au)材质的坩埚与模具。坩埚与模具的内表面应保持光洁，成型模具内底面平整。

5.2.2 塑料环

在粉末压片法制样过程中，用于粉末试样的成型。

5.2.3 铝环或铝杯

其作用与塑料环相同。

5.2.4 钢环

其作用与塑料环相同。

5.2.5 样品杯与薄膜

用于放置液体、粉末或小型试样，薄膜可选用聚酯、聚丙烯、聚酰亚胺等材质。

5.2.6 滤纸或滤膜

 用于液体或气体中分散颗粒物等的分析。

5.2.7 P10气体

氩气（Ar）和甲烷（CH4）的混合气体，其中Ar占90 %、CH4占10 %，纯度大于99.9 %，用作流气式正比检测器中X射线的探测气体。

5.2.8 氦气/氮气

纯度大于99.9 %。

6 仪器

6.1 仪器类型

波长色散型X射线荧光光谱仪主要分为顺序型（扫描型） 、多元素同时分析型（多道）谱仪和固定道与顺序型相结合的组合型谱仪三大类。

6.2 仪器组成

仪器一般由四部分组成：X射线发生系统、X射线分光系统、检测和记录系统、操控和数据处理系统。

6.2.1 X射线发生系统

X射线发生系统由X射线管、高压发生器及冷却部分等组成，其作用是发射出稳定的、有足够能量和强度的初级X射线。

6.2.2 X射线分光系统

X射线分光系统由准直器、分光晶体、晶体转换器、定位装置、样品室和换气系统组成。

试样受初级X射线激发后发射的次级X射线经初级准直器准直后，再经分光晶体衍射形成不同波长顺序排列的X射线荧光光谱。

换气系统包括真空系统、氦气/氮气系统，并有稳定的维持其压力的装置，其作用是减少大气对长波X射线的吸收。

6.2.3 检测和记录系统

检测和记录系统包括次级准直器、探测器、脉冲信号放大器、脉高分析器、定标器等组成。

探测器在不同的2*θ*角度上对荧光光谱进行探测，将X射线光子转换成电脉冲输出。经脉高分析器分离出来的脉冲，由定标器输出。

 常用的探测器有三种：流气式正比计数器、封闭式正比计数器、闪烁计数器。应用时根据被测元素波长、能量范围和仪器配置选择相应探测器，正比计数器经常用于波长大于0.15 nm的特征谱线的探测，闪烁计数器适用于波长范围为0.02-0.2 nm的重元素的分析。6.2.4 操控和数据处理系统

操控和数据处理系统包括仪器控制中心处理单元和计算机及其软件，用于仪器操控和数据处理。

6.3 制样设备

6.3.1 研磨设备

研磨设备包括粉碎机、球磨机、研钵等。根据分析试样的硬度和可能带入杂质的影响而选择不同的研磨设备及附件。

6.3.2 压片机

压片机可选用手动、半自动或自动型压片机。

6.3.3 熔样机

熔样机可选用电加热型、高频加热型或燃气型专用玻璃体熔样机，也可选择一般的马弗炉。

6.3.4 表面加工设备

表面加工设备可选用车床、铣床、砂带或砂纸抛光机、砂轮、锉刀等，主要用于金属试样的表面加工。

6.3.5 超声波清洗仪

用于清洗铂黄金坩埚、模具等。

6.3.6 分析天平

感量不低于0.1 mg。

6.4 仪器性能

仪器的计量指标应符合JJG 016波长色散型X射线荧光光谱仪检定规程的要求。

6.5 环境条件

环境温度：相对恒温，可设定在15 ℃～26 ℃范围内的任一温度上。

相对湿度：40 ％ ～70 ％ 。

电源电压：单相电源220 V±22 V，50 Hz±0.5 Hz；三相电源380 V±38 V，50 Hz±0.5 Hz。

7 试样制备

试样制备方法有：固体制样法、粉末制样法和液体制样法。

7.1 固体制样法

对于金属、合金、铸铁、镀层、矿石、玻璃、塑料、橡胶等块状试样，进行切割和表面处理使其测量面达到分析要求。

对于其他如丝、棒、片等各种材料的小型试样，可进行拼接、粉碎、熔融、镶嵌或转化成溶液等处理。

对于宝玉石、贵金属饰品等不宜进行加工处理的试样，可置于合适的容器中进行测量。

7.2 粉末制样法

对于颗粒、粉末以及组成不均匀的块状试样，应预先进行粉碎、研磨、干燥使其达到分析要求。必要时可适量添加助磨剂或粘结剂等。

处理后的试样，选择合适的模具及材料（塑料环、铝环、钢环等），用压片机压制成片，得到表面平整的分析试样。

 为降低或消除颗粒及矿物效应的影响，可采用四硼酸锂等作为熔剂将试样制备成玻璃体熔片。必要时再对玻璃体熔片粉碎加压成型。

气体中分散颗粒物等物质，可用特殊的滤膜吸附、收集。

7.3 液体制样法

液体试样可直接装入样品杯中进行测量，应避免试样挥发、产生气泡及沉淀。对于元素含量低、直接分析困难的液体试样，可滴加在滤纸等基片上并干燥。

8 分析步骤

8.1 开机

按照仪器操作说明书规定的开机程序进行，并老化光管，待预热2～3小时后才进行分析测量。

仪器在维护、检修等特殊情况下才进行整机停机；平时应处在分析等待状态。但为了延长X射线管及X射线管冷却部分的使用寿命，在检测分析结束后，应降低电压电流至20 kV、10 mA或仪器厂家指导的电压电流状态。

8.2 测量前的准备

检测开始前检查室内环境和仪器状态面板上各种显示值是否处于正常状态（包括P10气和氦气的气流量、机内温度、室内温度和湿度、内外循环水流量、内循环水电导率等），必要时对仪器进行漂移校正或按照JJG 016对仪器各项性能指标进行检定。

8.3 定性分析和半定量分析

8.3.1 定性分析

8.3.1.1 按照需要检测试样中是否存在某个指定元素或对未知试样中全元素进行定性分析的要求，确定测量条件（X射线管电压和电流、分光晶体、光路介质、过滤片、准直器、探测器）和扫描条件（2*θ*角度、速度、步长等），编制扫描程序。对带有定性半定量分析程序软件的仪器，无需再编制扫描程序。

8.3.1.2 对制备好的试样进行扫描，并获得谱线强度与2*θ*角度扫描图。

8.3.1.3 根据谱线峰值处的2*θ*角度值，在X射线光谱表上，查出试样中所含元素。再根据各谱线强度，估计样品中存在的主量、次量和微量元素。分析步骤如图1所示。

鉴别最强峰

（Kα或其它谱线）

鉴别X射线管产生的谱线及其康普顿散射线

确定伴随谱线

(Kβ、Lα、Lβ…)

有

 无

剩余谱线

鉴别次强峰

确定伴随谱线

图1 定性分析步骤

8.3.2 半定量分析

将定性分析得到的元素净强度用基本参数法进行半定量分析。在进行数据处理时关注所用熔剂、粘接剂的种类和稀释比、已知浓度组分（如Li2O、B2O3、烧失量等其他分析手段测得的浓度）和试样厚度，平衡量以及是否使用支撑膜和氦气系统，是否将浓度总和归一化等。对试样了解越多，处理时信息越全，分析结果越可靠。

8.4 定量分析

定量分析的整个操作过程，可分以下四步进行：建立分析程序、建立漂移校正程序、制作校正曲线、试样分析。如果只做一次定量分析，可以不建立漂移校正程序。

8.4.1 建立分析程序

8.4.1.1 样品的准备工作

a） 准备好试样制备所需的试剂和材料(见5“试剂和材料”)；

b） 制备试样和标准样品(见7“试样制备”)。

根据试样和标准样品的化学组成、物理形态、表面结构及对分析精度的要求，决定采用何种制样方法。标准样品浓度范围需覆盖试样范围。

8.4.1.2 测量条件的选择和设定

需要设定的测量条件有：X射线管的电压与电流、分光晶体、过滤片、样品杯面罩、测量谱线、准直器、探测器、峰位及背景、计数时间、脉冲高度分布的基线和窗宽等。

8.4.2 建立漂移校正程序

在标准样品测试前，按照8.4.1.2的条件，用标准化样品建立仪器的漂移校正程序，校正仪器X射线强度的漂移。

测量标准化样品，获得第一次测量值。以后每次测量值与第一次测量值进行比较，求出当次的漂移校正因子，以使未知样测量时，补偿到初始测量标样时的强度水平。

标准化样品必须含有所有的待测元素，具有足够的浓度，且不随时间而变化。

8.4.3 制作校准曲线

8.4.3.1 建立浓度文件

建立标准样品各元素的浓度文件，用于建立校准曲线。包括Li2O、B2O3、烧失量等分析程序中定义过的手工输入浓度。

8.4.3.2 校准曲线的制作

测量一组标准样品，获得分析线谱峰强度，建立其强度和浓度的回归分析校准曲线。

校准曲线的数学表达式为 ：

 （3）

式中 ：

*Ci*——分析元素的含量；

*Ri*——分析线强度，可以是谱线净强度与参比线强度的比值；

a、b、c、d——校准曲线的系数，用标准试样进行测量而求得(当a、b为0时，校准曲线为一直线)。

8.4.3.3 谱线干扰和基体效应校正

当存在分析谱线重叠时，为获得谱线的净强度，需通过解谱或拟合来消除干扰，或用比例法计算干扰系数，扣除干扰。基体效应可通过经验系数法、理论α系数法、基本参数法等数学校正法进行校正。烧失量可作为组分之一参加基体效应的校正。校正模式见公式4、公式5。

 (4)

其中:

(5)

式中：

*Ci* ——工作曲线的浓度；

*Cj* ——干扰元素j的含量；

*Di* ——工作的截距；

*Ei* ——工作曲线的斜率；

*Ri* ——谱线强度；

*Lij* —— 干扰元素j对分析元素i的谱线重叠校正系数；

*α、β、γ、δ* —— 基体校正因子；

*j、k* —— 校正元素。

经过基体校正，标样中某一分析元素的含量*Ci*就可从X射线的强度*Ii*转换得到，制得的校准曲线即可存在计算机中备用。

8.4.4 试样分析

每次试样测试前先测量标准化样品，进行仪器漂移校正，检查校准曲线漂移情况。

将制备好的分析试样，装入样品杯并送入样品室，在与校准曲线制作时相同的工作条件下进行激发、测量。

测量完毕，计算机进行数据处理，打印出分析结果。

8.5 其它分析方法

除上述常用的校准法外，为了有效地降低和消除基体效应的影响，还采用内标法、标准加入法、基体稀释法、薄膜和多层膜分析法、散射比法等实验校正方法。

9 定量分析方法的评价

9.1 方法的准确度

用浓度水平和基体条件相似的标准物质评价分析方法准确度，对多次分析结果的平均值和标准值进行相对误差的统计分析，若两者无显著性差异，则说明分析方法无明显系统误差。

9.2 方法的精密度

精密度反映试样制备和仪器的误差。按照GB/T 6379.2-2004要求，由同一人，在同一个实验室同一台仪器上，用选定的测量条件对制备的多个（通常为10个以上）试样各测量一次，并对其中一个试样重复测量10次以上，统计计算试样中各元素的相对标准偏差。

9.3 方法的不确定度

引起X射线荧光光谱定量分析方法不确定度的因素主要有取样、样品前处理、强度测量、数据处理过程以及标准物质的不确定度。找出影响因素后按照GB/T 27411-2012《检测实验室中常用不确定度评定方法与表示》计算方法的不确定度。

10 分析结果的表述

10.1 定性分析结果

 将试样中各检出元素按主量（质量分数大于1 %）、次量（质量分数介于0.1 %与1 %之间）、微量（质量分数小于0.1 %）及其高低顺序依次列在分析报告中，必要时附上X射线谱线强度和2*θ*角度扫描图。

10.2 定量分析和半定量分析结果

分析试样为固体时，分析结果以质量分数(*w*)表示，其单位符号为μg/g、mg/g、％等。

分析试样为液体时，分析结果以质量浓度(*ρ*)表示，其单位符号为μg/L、mg/L、g/L等。

测量数值按照GB/T 8170-2008《数值修约规则与极限数值的表示和判定》的修约规则修约。

半定量分析结果，保留两位有效数值，并应注明结果为半定量分析所得。

定量分析结果，对于质量分数大于0.01 ％的主次量元素，精确至小数点后2位，对于以μg/g单位表示的微量元素，修约至整数位。

根据需要对定量分析结果给出扩展不确定度、包含因子及相应的置信概率。

11 安全注意事项

11.1 X射线是一种高能辐射，会危害人体健康。在仪器显著位置应贴有辐射警告标志：

警告——X射线荧光光谱仪使用了对人体有危险的放射性辐射，使用该仪器时必须遵守仪器生产商申明的和当地规定的安全指令，而且使用该设备的人员必须进行上机前安全培训和定期安全检查。

11.2 实验时应严格执行国家辐射防护规定中有关环境与个人的安全防护规则。

此外还需注意下述事项：

——使用高压钢瓶应遵守相应安全规范；

——真空泵从样品室抽出的气体应排到室外；

——为防止X射线管高压发生器的电击，仪器的接地电阻应小于10欧姆或遵从仪器厂商规定，并接

触良好；

——实验前应对试样的性质有所了解，避免磁性、酸性、腐蚀性样品直接上机测试，对仪器造成损害。