



中华人民共和国国家标准

GB/T 17416.1~17416.2—1998

锆矿石化学分析方法

Methods for chemical analysis of
Zirconium ores

1998-06-17 发布

1999-01-01 实施

国家质量技术监督局 发布

GB/T 17416.1~17416.2—1998

目 次

GB/T 17416.1—1998	锆矿石化学分析方法	二甲酚橙光度法测定锆(铪)量	1
GB/T 17416.2—1998	锆矿石化学分析方法	X射线荧光光谱法测定锆量和铪量	5

前 言

近年来,地质矿产部实验系统对稀有、稀土元素的测试,做了大量工作,积累了极其丰富的经验,不少方法的质量水平已达到标准要求。

本标准在现有分析方法中,按准确、先进、简便、实用原则筛选制订。

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部沈阳综合岩矿测试中心技术归口。

本标准起草单位:地质矿产部沈阳综合岩矿测试中心。

本标准主要起草人:王家圻。

中华人民共和国国家标准

锆矿石化学分析方法 二甲酚橙光度法测定锆(铪)量

GB/T 17416.1—1998

Method for chemical analysis of Zirconium ores—
Determination of Zirconium (Hafnium) content—
xylenol orange photometric method

1 范围

本标准规定了锆矿石中锆(铪)含量的测定方法。

本标准适用于锆矿石,也适用于其他稀有金属矿石中锆(铪)含量的测定。测定范围: $0.01 \times 10^{-2} \sim 2.0 \times 10^{-2}$ 二氧化锆(二氧化铪)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成的本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效,所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 14505—93 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

3 方法提要

在 0.6 mol/L 盐酸介质中,锆与二甲酚橙生成红色络合物,加入阳离子表面活性剂溴化十六烷基三甲基铵(CTMAB)后,可降低酸度的影响且起到增敏作用,最大吸收峰为 560 nm 。在显色体系中,毫克量的碱金属、碱土金属、铜、铅、镍、锌、镉、锰(Ⅱ)、铁(Ⅱ)、铝和稀土等元素不干扰测定。

铁(Ⅲ)干扰测定,试样经碱熔,三乙醇胺提取后,残余铁在铜盐存在下,用硫脲还原可得到满意结果。

4 试剂

4.1 过氧化钠。

4.2 盐酸 $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/L}$ 。

4.3 盐酸 $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/L}$ 。

4.4 硫酸(1+1)。

4.5 氢氟酸($\rho 1.13 \text{ g/mL}$)。

4.6 三乙醇胺溶液 $\varphi[\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3] = 5\%$ 。

4.7 三乙醇胺氢氧化钠溶液:在盛有 1 升三乙醇胺溶液的烧杯中(4.6),加入 40 g 固体氢氧化钠,搅匀溶解。

4.8 氢氧化钠溶液 $\rho(\text{NaOH}) = 10 \text{ g/L}$ 。

4.9 氯化镁溶液 $\rho(\text{MgCl}_2) = 80 \text{ g/L}$ 。

4.10 氯化铜溶液 $\rho(\text{CuCl}_2)=20 \text{ g/L}$ 。

4.11 硫脲溶液 $\rho[\text{CS}(\text{NH}_2)_2]=100 \text{ g/L}$ 。

4.12 二甲酚橙溶液 $\rho(\text{C}_{31}\text{H}_{28}\text{O}_{13}\text{N}_2\text{SNa}_4)=1 \text{ g/L}$ 。

4.13 溴化十六烷基三甲基胺溶液 $\rho(\text{CTMAB})=2 \text{ g/L}$ 。

4.14 二氧化锆标准溶液。

4.14.1 称取 0.100 0 g 二氧化锆(光谱纯)于铂坩埚中,加 10 滴硫酸(4.4)及 5~7 mL 氢氟酸(4.5),在电热板上蒸至冒浓白烟时取下,冷后沿坩埚壁用少量水淋洗一次,继续至冒白烟,重复处理一次,冷后用盐酸(4.3)提取,将溶液煮沸,放置冷却后用盐酸(4.3)稀至 1 000 mL 容量瓶,摇匀。此溶液每毫升含 100 μg 二氧化锆。

4.14.2 吸取 20.00 mL 二氧化锆标准溶液(4.14.1)于 200 mL 容量瓶中,用盐酸(4.3)稀释至刻度,摇匀,此溶液每毫升含 10 μg 二氧化锆。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

试样粒度应小于 74 μm ,并于 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。按表 1 称取试样。

表 1 称取试样量

二氧化锆(二氧化铪)含量 $\times 10^{-2}$	试料 g
0.01~0.30	0.200 0 $\pm$ 0.000 3
>0.30~2.00	0.100 0 $\pm$ 0.000 3

6.2 空白试验

随同试料进行不少于 2 份空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

6.3 校正试验

随同试料进行同类型标准试样的分析。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于高铝坩埚或石墨坩埚中,加(3~4) g 过氧化钠(4.1),拌匀后,上面再覆盖 1 g,于 700 $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中熔融 20 min,(锆矿石属于难熔矿石,因此,熔矿务必注意完全),中间摇动(1~2)次。

6.4.2 取出坩埚,冷却后置于 250 mL 烧杯中,熔融物用 100 mL 热三乙醇胺溶液(4.6)或三乙醇胺氢氧化钠溶液(4.7)提取(用三乙醇胺浸取熔融物时应注意所得溶液的碱度,尤其对于含硅量较高的样品或取样量较多时,可用三乙醇胺氢氧化钠溶液提取,这样可使绝大部分二氧化硅以硅酸形式留在溶液中与沉淀分离,以免在显色时加入 CTMAB 后出现浑浊现象),待作用停止后,洗出坩埚,视沉淀多少加入(1~2) mL 氯化镁溶液(4.9),加入少许纸浆,煮沸 15 min 以驱除过氧化氢。

6.4.3 冷却后,用快速滤纸过滤,用热的氢氧化钠溶液(4.8)洗涤烧杯和沉淀 8~10 次,水各洗一次,用移液管吸取 38 mL 热盐酸(4.2)溶解沉淀于原烧杯中,将溶液置电热板上加热煮沸,经原滤纸将溶液过滤入 100 mL 容量瓶中(如试料中 ZrO_2 含量较低,可取 19 mL 热盐酸(4.2)溶解沉淀后过滤入 50 mL 容量瓶中),烧杯和滤纸用热水洗净,冷却后,用水稀释至刻度,摇匀备用。

6.4.4 分取 10 mL 试液(6.4.3)于 25 mL 容量瓶中[如分取 5 mL 试液,可补加 3.75 mL 盐酸(4.3)],加入 2 滴氯化铜溶液(4.10),2 mL 硫脲溶液(4.11),摇匀,放置片刻,加入 1.5 mL 二甲酚橙溶液(4.12),2 mL 溴化十六烷基三甲基胺溶液(4.13),用水稀释至刻度,摇匀。10 min 后,在波长 560 nm

处,1 cm 比色皿测定吸光度,从工作曲线上查得相应的 ZrO_2 量。

6.5 工作曲线的绘制

取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00,7.00 mL 二氧化锆标准溶液(4.14.2)分别置于一系列 25 mL 容量瓶中,补加盐酸(4.3)至 7.5 mL,滴加 2 滴氯化铜溶液(4.10),以下按分析步骤(6.4.4)进行测定,以二氧化锆量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算二氧化锆(铪)的含量:

$$w[\text{ZrO}_2(\text{HfO}_2)]/10^{-2} = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6} \times V}{m \times V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得试料溶液的二氧化锆量, μg ;

m_0 ——从工作曲线上查得空白试验(6.2)的二氧化锆量, μg ;

V_1 ——分取试料溶液体积, mL;

V ——试料溶液总体积, mL;

m ——试料量, g。

8 精密度

表 2 精密度

含量范围, $\times 10^{-6}$	重复性 r	再现性 R
534~118 00	$r = -9.232 + 0.099 m$	$R = -19.52 + 0.197 m$

本精密度数据是在 1995~1996 年,由六个实验室对六个水平的试样所作的试验中确定的。

前 言

近年来,地质矿产部实验系统对稀有、稀土元素的测试,做了大量工作,积累了极其丰富的经验,不少方法的质量水平已达到标准要求。

本标准在现有分析方法中,按准确、先进、简便、实用原则筛选制订。

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部沈阳综合岩矿测试中心技术归口。

本标准起草单位:地矿部沈阳综合岩矿测试中心。

本标准主要起草人:才书林。

中华人民共和国国家标准

锆矿石化学分析方法 X 射线荧光光谱法测定锆量和铪量

GB/T 17416.2—1998

Method for chemical analysis of Zirconium ores—
Determination of Zirconium and Hafnium contents—
X-ray fluorescence spectrometric method

1 范围

本标准规定了锆矿石中锆含量和铪含量的测定方法。

本标准适用于锆矿石,也适用于其他稀有金属矿石中锆含量和铪含量的测定。测定范围: $16 \times 10^{-6} \sim 8.7 \times 10^{-2}$ 二氧化锆; $34 \times 10^{-6} \sim 3.0 \times 10^{-2}$ 二氧化铪。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成的本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效,所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 14505—93 岩石和矿石化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法提要

试样用四硼酸锂、氟化锂混合熔剂以 1:5 的样品熔剂比熔融成玻璃片,用 X 射线荧光光谱法测定。用国家级标准物质和光谱纯试剂按适当比例配制的标准样品以及国家级标准物质作为校准标准,用理论影响系数法校正元素间的吸收-增强效应。

4 试剂

4.1 ZrO_2 , HfO_2 光谱纯,在 105°C 烘 4 h。

4.2 Na_2CO_3 , MgO , Al_2O_3 , SiO_2 , KH_2PO_4 , CaCO_3 , TiO_2 , MnO_2 , Fe_2O_3 , ZrO_2 , HfO_2 , SrCO_3 分析纯,在 105°C 烘 4 h。

4.3 无水四硼酸锂 X 射线荧光光谱分析专用试剂,在 700°C 灼烧 2 h。

4.4 氟化锂 优级纯,在 105°C 烘 4 h。

4.5 混合熔剂 称取 200 g 无水四硼酸锂(4.3),12 g 氟化锂(4.4)于大玻璃乳钵中,轻轻仔细混匀,分装于若干个 300 mL 烧杯中,在 105°C 烘 4 h,置于干燥器中冷却,备用。

5 仪器

5.1 X 射线荧光光谱仪。

5.2 熔样机 温度不低于 1150°C 。

5.3 铂-金合金坩埚(95%Pt+5%Au)30 mL。

国家质量技术监督局 1998-06-17 批准

1999-01-01 实施

5.4 铂-金合金铸模(95%Pt+5%Au)上端内径 36 mm,下端内径 33 mm,深 3 mm,底厚(1~1.5) mm。

6 分析步骤

6.1 工作曲线的建立

6.1.1 向计算机输入测量条件。使用日本 Rigaku 3080 型 X 射线荧光光谱仪测定锆量和铪量的参考测量条件见表 1。

表 1 锆量和铪量的参考测量条件

元素	谱线	波长 (nm)	晶体	探测器	2 θ (°)		计数时间(s)					狭缝	衰减器	干扰谱线
					谱线	背景 1	背景 2	谱线	背景 1	背景 2				
Na	K α	1.1909	TAP	F-PC	55.13		56.30	100		20		粗	1	Zr-La1(2)
Mg	K α	0.9889	TAP	F-PC	45.17		47.00	40		20		粗	1	
Al	K α	0.8339	PET	F-PC	144.60	140.00	148.00	20	10	10		粗	1	
Si	K α	0.7126	RX-4	F-PC	144.52	140.00	148.00	20	10	10		粗	1/3	
P	K α	0.6155	Ge	F-PC	140.91	140.00		40	10			粗	1	Zr-La1(2)
K	K α	0.3744	LiF200	F-PC	136.60	134.00	139.00	20	10	10		粗	1	
Ca	K α	0.3360	LiF200	F-PC	113.06	110.00		20	10			粗	1/3	
Ti	K α	0.2750	LiF200	SC	86.12	85.00		20	10			粗	1	Hf-L β 1(2)
Mn	K α	0.2103	LiF200	SC	62.97	61.60	65.00	40	10	10		粗	1	Zr-K β 1,3(3)
Fe	K α	0.1937	LiF200	SC	57.52	55.00	60.00	20	10	10		粗	1/3	
Zr	K α	0.0788	LiF200	SC	22.55	20.70	23.20	20	10	10		细	1/3	Sr-K β
Hf	L β 1	0.1374	LiF200	SC	39.91		41.20	40		40		细	1	
Sr	K α	0.0877	LiF200	SC	25.15	24.50	25.70	20	10	10		粗	1	

注

- 1 Rh 靶端窗 X 射线管,50 kV,50 mA。
- 2 F-PC:流气正比计数器,SC:闪烁计数器。
- 3 2 θ 角以实测值为准。
- 4 粗狭缝箔片间距 450 μ m,细狭缝箔片间距 150 μ m

6.1.2 “标准化”样片的制备

6.1.2.1 用化学试剂(4.2)配制一个“标准化”试样,含量见表 2。“标准化”试样也在 105℃烘 4 h。

表 2 “标准化”试样

试剂	Na ₂ CO ₃	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	KH ₂ PO ₄	CaCO ₃	TiO ₂	MnO ₂	Fe ₂ O ₃	ZrO ₂	HfO ₂	SrCO ₃	总和
含量 ($\times 10^{-2}$)	17.0	9.0	14.0	25.0	2.0	13.0	3.0	1.36	7.0	6.5	1.14	1.0	100

6.1.2.2 称取 4.500 0 $\pm$ 0.000 5 g 混合熔剂(4.5),0.900 0 $\pm$ 0.000 1 g“标准化”试样(6.1.2.1),置于铂-金合金坩埚(5.3)中,用玻棒仔细混匀,盖上坩埚盖,置熔样机(5.2)上,于(1 200~1 250)℃熔融(10~15) min。开始时先用小火慢慢预熔,待熔融物成暗红色的半熔状,开始加大火焰。熔融过程中要不时摇动坩埚,使粘在坩埚壁上的小熔珠、熔剂或样品进入熔体中,同时驱赶气泡,并使熔融物混匀。熔好后立即将熔融物浇铸到已预热至 800℃的铸模(5.4)中,迅速移离高温热源,并用压缩空气从下面冷却铸模底部,玻璃样片即与铸模自动剥离(样片也可在铂-金坩埚中直接冷却成型)。

6.1.3 标准样品

6.1.3.1 人工标样的配制

首先称取 ZrO₂ 8.500 0 g,HfO₂ 1.500 0 g(4.1),仔细混匀,作为储备标准。人工标样配制方案见

表 3, 人工标样含量见表 4。

表 3 人工标样配制方案

样号	称储备标准 g	称 GSR-7 g	合计 g
ZH1	5.000 0	20.000 0	25.000 0
ZH2	2.500 0	22.500 0	25.000 0
ZH3	1.250 0	23.750 0	25.000 0
ZH4	0.625 0	24.375 0	25.000 0
ZH5	0.312 5	24.687 5	25.000 0
ZH6	0.156 3	24.843 7	25.000 0

表 4 人工标样含量表($\times 10^{-2}$)

样号	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	TiO ₂	MnO	Fe ₂ O ₃	ZrO ₂	HfO ₂
ZH1	5.73	0.52	14.18	43.58	0.014 4	5.98	1.11	0.38	0.096	5.93	17.17	3.003 2
ZH2	6.44	0.58	15.95	49.03	0.016 2	6.73	1.25	0.43	0.108	6.67	8.69	1.503 6
ZH3	6.80	0.62	16.83	51.76	0.017 1	7.11	1.32	0.456	0.114	7.04	4.45	0.753 8
ZH4	6.98	0.63	17.28	53.12	0.017 6	7.29	1.36	0.468	0.117	7.22	2.33	0.378 9
ZH5	7.07	0.64	17.50	53.80	0.017 8	7.39	1.37	0.474	0.118	7.32	1.27	0.191 4
ZH6	7.12	0.65	17.61	54.14	0.017 9	7.43	1.38	0.477	0.119	7.36	0.74	0.097 8

6.1.3.2 除了六个以国家级标准物质 GSR-7(GBW07109)为基体的人工标样(6.1.3.1)以外,还选用了 13 个国家级标准物质 GSD-4(GBW07304), GSD-8(GBW07308), GSD-11(GBW07311), GSR-1(GBW07103), GSR-2(GBW07104), GSR-3(GBW07105), GSR-4(GBW07106), GSR-6(GBW07108), GSR-7(GBW07109), GSR-9(GBW07111), GSR-10(GBW07112), GSR-12(GBW07114), GSS-7(GBW07407)作为校准标准。

将 19 个标准样品(6.1.3.1 和 6.1.3.2)在 105℃ 烘 4 h, 放入干燥器中, 冷却至室温。

6.1.3.3 按照 6.1.2.2 的熔融方法将标准样品(6.1.3.1 和 6.1.3.2)熔融成玻璃样片。

6.1.4 “标准化”样片的测量

6.1.4.1 按照测量条件(6.1.1)上机(5.1)测量“标准化”样片(6.1.2.2)。

6.1.4.2 用一点法或两点法扣除背景(6.1.1)。

6.1.4.3 根据“标准化”样片扣除背景后的净强度, 计算仪器漂移校正系数 α , 存入计算机。此后, 每当测量标样或未知试样前, 均需要再测量“标准化”样片, 求新的 α , 存入计算机。

$$\alpha = \frac{I_{S1}}{I_S}$$

式中: I_{S1} ——“标准化”样片第一次测量强度(CPS);

I_S ——“标准化”样片当前的测量强度(CPS)。

6.1.5 标准样片的测量

6.1.5.1 按照测量条件(6.1.1)上机(5.1)测量标准样片(6.1.3.3)。

6.1.5.2 用一点法或两点法扣除背景(6.1.1)。

6.1.5.3 进行仪器漂移校正: 由计算机按下式对标准样片的净强度自动进行仪器漂移校正:

$$I_o = \alpha I_n$$

式中: I_o ——校正仪器漂移后的强度(CPS);

I_n ——校正仪器漂移前的强度(CPS)。

6.1.6 计算理论影响系数

利用 NBSGSC 程序计算 Lachance 方程 $W_i = R_i(1 + \sum \alpha_{ij} W_j)$ 的理论影响系数 α_{ij} (熔融系统), 存入计

算机。理论影响系数见表 5。

表 5 消去烧失量的理论影响系数

分析 组分	谱线	平均	基 体 组 分											
		含量 (10 ⁻²)	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	CaO	TiO ₂	MnO	Fe ₂ O ₃	ZrO ₂	HfO ₂
Na ₂ O	Kα	5.00	0.1202	0.1531	0.1776	0.1983	0.2132	0.2595	0.2938	0.3558	0.5475	0.5797	0.4022	0.3991
MgO	Kα	10.00	0.5647	0.1748	0.1914	0.2129	0.2291	0.2638	0.2980	0.3602	0.5559	0.5883	0.4590	0.4829
Al ₂ O ₃	Kα	15.00	0.5669	0.6214	0.2231	0.2331	0.2510	0.2680	0.3018	0.3642	0.5633	0.5960	0.5326	0.5858
SiO ₂	Kα	60.00	0.5691	0.6242	0.6921	0.2768	0.2820	0.2731	0.3063	0.3682	0.5696	0.6025	0.6243	1.5323
P ₂ O ₅	Kα	1.00	0.5699	0.6255	0.6941	0.7562	0.3396	0.2756	0.3082	0.3698	0.5741	0.6071	0.7341	1.6267
K ₂ O	Kα	5.00	0.5568	0.6138	0.6842	0.7482	0.8347	0.5478	0.3334	0.3266	0.4542	0.4869	2.1479	2.4806
CaO	Kα	20.00	0.5629	0.6204	0.6915	0.7562	0.8436	2.5388	0.6088	0.3730	0.4764	0.5010	2.1654	2.5487
TiO ₂	Kα	4.00	0.5596	0.6179	0.6899	0.7557	0.8446	2.5671	2.5568	0.7487	0.4757	0.4860	2.1644	2.6544
MnO	Kα	1.00	0.5387	0.5972	0.6697	0.7361	0.8257	2.5616	2.5539	2.7694	1.3085	1.1212	2.0863	2.7996
Fe ₂ O ₃	Kα	13.00	0.5503	0.6094	0.6825	0.7495	0.8400	2.5915	2.5846	2.8037	1.3299	1.3590	2.0781	2.9258
ZrO ₂	Kα	5.00	0.5712	0.6347	0.7137	0.7868	0.8856	2.7930	2.7953	3.0541	5.4053	5.4247	5.8522	14.7533
HfO ₂	Lβ ₁	1.50	0.5650	0.6262	0.7020	0.7719	0.8662	2.6901	2.6865	2.9220	5.1315	5.1400	1.8191	4.7037

样品 0.900 0 g, Li₂B₄O₇ 4.245 3 g, 氟化锂 0.254 7 g, 铯靶端窗 X 射线管, 50 kV, 入射角 63°, 出射角 40°。

6.1.7 计算工作曲线系数

根据理论影响系数(6.1.6)和标样(6.1.3)推荐值, 计算标样的“表观含量”:

$$R_i = W_i / (1 + \sum \alpha_{ij} W_j)$$

式中: R_i ——表观含量;

W_i, W_j ——标样推荐值;

α_{ij} ——理论影响系数。

通过标样的表观含量和扣除背景并经仪器漂移校正的分析线净强度(6.1.5.2 和 6.1.5.3), 用回归法计算工作曲线系数 a, b, c 和经验的谱线重叠校正系数 β_{ij} , 存入计算机。工作曲线是:

$$R_i = aI_i^2 + bI_i + c + \sum \beta_{ij} I_j$$

式中: I_i ——分析线强度, 已经扣除了背景, 但仍包含谱线重叠干扰的合强度(CPS);

I_j ——干扰组分已经扣除了背景的强度(CPS);

a, b, c ——工作曲线系数;

β_{ij} ——经验的谱线重叠校正系数。

6.2 试样分析

6.2.1 试样粒度应小于 74 μm, 并于 105℃ 预干燥 2~4 h, 置于干燥器中, 冷却至室温。

6.2.2 称取 4.500 0±0.000 5 g 混合熔剂(4.5), 0.900 0±0.000 1 g 试样(6.2.1), 置于铂-金合金坩埚(5.3)中, 按 6.1.2.2 的方法熔融成玻璃样片。同一试样, 在同一实验室, 应由同一操作者在不同时间内, 熔(2~3)个样片, 并同时熔融(1~2)个国家级标准物质, 作为质量监控用。

6.2.3 按照测量条件(6.1.1)上机(5.1)测量“标准化”样片(6.1.2.2), 扣背景。

6.2.4 按照测量条件(6.1.1)上机(5.1)测量试样片(6.2.2), 扣背景, 进行仪器漂移校正(6.1.5.3), 得到分析线净强度。

7 分析结果的计算

由试样的扣除背景的分析线净强度(6.2.4),通过工作曲线计算试样的表观含量 $R_i = aI_i^2 + bI_i + c + \sum \beta_{ij}I_j$,同时校正谱线重叠干扰,再通过 Lachance 方程 $W_i = R_i(1 + \sum \alpha_{ij}W_j)$ 和理论影响系数 α_{ij} (6.1.8),用叠代法校正元素间的吸收-增强效应,计算出试样各组分的含量,打印分析结果。

注: Na_2O , MgO , Al_2O_3 , SiO_2 , P_2O_5 , K_2O , CaO , TiO_2 , MnO , Fe_2O_3 作为对 ZrO_2 和 HfO_2 进行元素间吸收-增强效应校正的组分, SrO 作为对 ZrO_2 进行谱线重叠校正的组分,可以不报出分析结果。

一旦工作曲线建立起来,在以后的例行分析中,只要进行 6.2 和 7 步骤即可。

8 精密度

表 6 精密度

组 分	含量范围, $\times 10^{-6}$	重复性 r	再现性 R
ZrO_2	1 890~698 00	$r = 10.16 + 0.019 m$	$R = 35.95 + 0.056 m$
HfO_2	45.0~283 0	$r = 27.81 + 0.014 m$	$R = 1.361 m^{0.84}$

本精密度数据是在 1995~1996 年,由六个实验室对九个水平的试样所作的试验中确定的。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锆 矿 石 化 学 分 析 方 法
GB/T 17416.1~17416.2—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

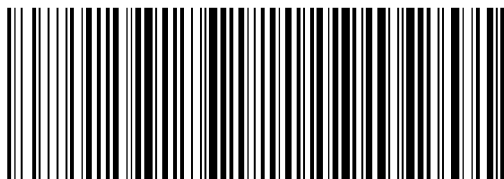
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 18 千字
1999 年 1 月第一版 1999 年 1 月第一次印刷
印数 1—600

*

书号: 155066·1-15440 定价 12.00 元

*

标 目 361—44



GB/T 17416.1-1998 H