

赤泥化学分析方法 元素含量的测定
X 射线荧光光谱法

编制说明
(预审稿)

中铝检测科技（郑州）有限公司

2024 年 12 月

一、工作简况

（一）任务来源

2023年3月29日~4月1日全国有色金属标委会在湖南省衡阳市召开轻金属标准工作会议，与会专家和代表对《赤泥化学分析方法 元素含量的测定 X射线荧光光谱法》行业标准制定项目的可行性进行了充分地讨论。2023年4月24日~4月27日全国有色金属标委会在湖北省武汉市召开有色金属标准项目论证会暨标准制修订工作会议，中铝郑州有色金属研究院有限公司根据通知要求，在长期实践工作和前期调研的基础上，在会议上提出了本次行业标准制定项目计划。2024年3月18日~21日全国有色金属标委会在浙江省温州市召开有色金属标准工作会议，与会专家和代表再次对《赤泥化学分析方法 元素含量的测定 X射线荧光光谱法》行业标准制定项目进行讨论，在试验方法、样品选取和起草单位的选取等方面中提供了很多建议，对标准项目进行了落实，确定中铝郑州有色金属研究院有限公司为主编单位。2024年6月工业和信息化部下发《2024年第二批有色金属行业标准项目计划表》，本项目得到立项批准，项目编号：工信厅科函[2024]191号 2024-0732T-YS。2024年6月本单位提出更名申请，主编单位更名为中铝检测科技（郑州）有限公司。

（二）主要参加单位和工作成员及其所作的工作

2.1 主要参加单位情况

中铝检测科技（郑州）有限公司依托国家轻金属质量监督检验中心主要负责我国铝镁及其合金12类77种产品的质量监督检验、产品质量评价仲裁等工作，多年来一直为行业提供技术支持服务，承担了铝行业部分分析检测等基础技术标准的起草工作。

作为本次标准主编单位，中铝检测科技（郑州）有限公司在铝土矿分析检测方面积累了大量的实践经验，在标准编制过程中，积极主动与参编单位及广西华晟、山西华兴、中铝矿业有限公司等一些有代表性的企业联系调研，在广泛征求意见的基础上，确定了起草思路，牵头制定合适的技术方案，认真开展了前期试验研究，完成了项目建议书、立项报告、标准文本、编制说明的编写工作。

中铝山西新材料有限公司、中州铝业有限公司、陕西有色榆林新材料集团有限责任公司前期为项目提供了多种具有代表性的试验样品，并积极开展了试验研究及验证工作。岛津企业管理（中国）有限公司和国家电投集团山西铝业有限公司作为一验单位，参加了低铁赤泥和高铁赤泥两个部分的全部验证工作。陕西有色榆林新材料集团有限责任公司和中铝山西新材料有限公司为低铁赤泥和高铁赤泥的二验单位，为方法精密度的确定提供了详实、可靠的试验数据。中铝中州铝业有限公司参加了低铁赤泥的二验工作，为方法精密度的确定提供了

详实、可靠的试验数据，并针对验证过程中遇到的实际问题提出了合理的意见及建议，

2.2 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表 1。

表 1 主要起草人及工作职责

起草人	单位	工作职责
彭展	中铝检测科技（郑州）有限公司	主编人员，负责标准的工作指导、编写、试验方案的确定及组织协调。
刘静、白万里	中铝检测科技（郑州）有限公司	参编人员，负责验证样品的取样与收集，负责试验方案的实施，试验数据的汇总与整理。
赵伟	岛津企业管理（中国）有限公司	参编人员，完成了低铁赤泥和高铁赤泥两个部分的一验工作。
李玉琳、程亚娟	国家电投集团山西铝业有限公司	参编人员，完成了低铁赤泥和高铁赤泥两个部分的一验工作。
郝光云、王瑞	陕西有色榆林新材料集团有限责任公司	参编人员，完成了低铁赤泥和高铁赤泥两个部分的二验工作。
崔军峰	中铝山西新材料有限公司	参编人员，完成了低铁赤泥和高铁赤泥两个部分的二验工作。
贾音、童慧慧	中铝中州铝业有限公司	参编人员，完成了低铁赤泥的二验工作。

（三）主要工作过程

1、预研阶段：标准主编单位中铝检测科技（郑州）有限公司（国家轻金属质量监督检验中心），多年从事有色金属的 X 射线荧光光谱法检测及赤泥中多种化学成分的分析检测工作，主编人员在长期实践过程中积累了丰富的检测经验。主编单位有关技术人员，在前期检测工作的基础上，深入一线企业进行调研，了解赤泥中各元素含量分析方法应用情况及 X 射线荧光光谱法的适用性，先后与主要参编单位及广西华晟、山西华兴、中铝矿业有限公司等企业技术人员深入讨论了标准的技术路线与方案，并根据讨论情况，由主编单位整理与撰写，形成标准起草思路。

2、立项阶段：2023 年 4 月 24 日~4 月 27 日全国有色金属标委会在湖北省武汉市召开有色金属标准项目论证会暨标准制修订工作会议，中铝检测科技（郑州）有限公司向全体委员会提交了 YS/T XXX-XXX《赤泥化学分析方法 元素含量的测定 X 射线荧光光谱法》的标准制定建议，申请立项。2024 年 6 月工业和信息化部下发《2024 年第二批有色金属行业标准项目计划表》，本项目得到立项批准，项目编号：工信厅科函[2024]191 号 2024-0732T-YS。

3、起草阶段：

3.1 任务落实阶段

2024 年 3 月 18 日~21 日全国有色金属标委会在浙江省温州市召开有色金属标准工作会议，对项目进行了任务落实，确定由中铝检测科技（郑州）有限公司为标准主编单位，岛津企业管理（中国）有限公司、国家电投集团山西铝业有限公司、陕西有色榆林新材料集团有限责任公司、中铝山西新材料有限公司、中州铝业有限公司共 6 家单位为参编单位。之后主

编单位中铝检测科技（郑州）有限公司向标准使用单位发送了征求意见函，并将标准草案提交给各单位，在全国范围内广泛征集各企业单位对标准的意见和建议。根据征求意见反馈情况，主编单位进行了汇总整理，形成标准文本《征求意见稿》，并确定了技术路线及试验方案，启动试验验证工作。

3.2 预审阶段

4、征求意见阶段

4.1 标准征求意见会议

4.2 标准发函征求意见情况

5、审查阶段

6、报批阶段

二、标准编制原则

1) 根据国内外客户的检测要需求，以满足我国赤泥检测使用需要为原则，不断提高标准的适用性；

2) 根据赤泥分析检测的现状，借鉴现有技术方案进行优化，力求做到标准所规定的方法简便、快速、精密度高；

3) 完全按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》要求进行格式和结构编写。

修订后的标准在技术路线方面将更加完善，能够更好的适应当前铝工业的生产和使用需要，为我国铝工业的良好发展打下基础。

三、标准主要内容的确定及主要试验和验证情况分析

3.1 标准主要内容的确定

在前期调研和实践的基础上，确立了本标准的主要内容。

3.1.1 标准的适用范围的确定

对赤泥生产和使用单位进行了广泛的调研，并参考中铝检测近几年委托检测的赤泥样品检测数据，见表2。

表2 赤泥检测数据调研表

	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
山西新材料	5~27	18~25	4~6	3~5	/	3~11	16~48	/
中铝中州	13~20	3.6~8.7	48~67	/	/	1.12~2.9	1.40~2.41	/
山西国电	2~30	3~30	5~75	3~7	/	1~12	0.8~45	/

中铝检测	5~35	5~35	3~78	2~8	0.027~ 4.5	1.5~16	0.050~38	0.05~4.5
------	------	------	------	-----	---------------	--------	----------	----------

根据调研结果，确定赤泥中三氧化二铝、二氧化硅、氧化铁、二氧化钛、氧化钾、氧化钠、氧化钙、氧化镁含量的测定范围见表 3。

表 3 测定范围

组分	含量范围/%	组分	含量范围/%
Al ₂ O ₃	2.00~35.00	SiO ₂	2.00~35.00
Fe ₂ O ₃	2.00~80.00	TiO ₂	2.00~10.00
K ₂ O	0.020~5.00	Na ₂ O	1.00~20.00
CaO	0.020~50.00	MgO	0.020~5.00

3.1.2 制样方法的选择

X 射线荧光光谱法通常有两种制样方法：粉末压片法和玻璃熔片法。粉末压片法制样简单，但是受基体、物相和粒度影响较大，尤其赤泥来源较多，含量范围变化较大，粉末压片法不能很好的适应分析需求。玻璃熔片法通过熔剂高温熔融将样品稀释，减少了基体效应，由于形成了新的玻璃体，较好地消除了矿物效应和粒度效应，并且可以在缺少标准样品时通过添加不同的高纯物质来扩大测量范围。因此玻璃熔片法是成分复杂的赤泥比较适用的制样方法。

通过还原或者磁选的方式回收赤泥中的铁是现在主流研究方向之一，其氧化铁的含量可以高达 75%以上，最低含量也有 30%，由于高铁赤泥中铁是含量最高的元素，虽然通过高倍稀释降低了共存元素的吸收-增强作用，但是在基体极轻的玻璃体中，高含量铁辐射能量高，使荧光产生额产生了严重的几何（楔子效应）影响，从而影响铁元素的分析质量。为了解决轻基体中重元素测定的几何效应，可以向其中加入内标法来进行校正，Co 元素与 Fe 元素在元素周期表上相邻，其吸收限波长较为接近并互不发生干扰，因此 Co 元素是 Fe 元素理想的内标元素，而高铁赤泥（ $\omega\text{Fe}_2\text{O}_3 \geq 40\%$ ）选用了加入钴内标的玻璃熔片法来进行分析。

3.2 主要试验和验证情况分析

根据《赤泥化学分析方法 Al₂O₃、SiO₂、Fe₂O₃、TiO₂、K₂O、Na₂O、CaO、MgO 含量的测定波长色散 X 射线荧光光谱法》试验研究方案，开展了试验研究工作。我们根据赤泥的化学成分和物相组成，结合波长色散 X 射线荧光光谱法的特点，条件试验将分为高铁赤泥（ $\omega\text{Fe}_2\text{O}_3 < 40\%$ ）试验和高铁赤泥（ $\omega\text{Fe}_2\text{O}_3 \geq 40\%$ ）试验两个部分进行，开展了如下试验研究工作。

3.2.1 试验样品处理

将样品研磨，直到粒度小于 150 μm，在 105 °C ± 5 °C 的烘箱中干燥 2 h，置于干燥器中，冷却至室温后备用。

3.2.2 熔融温度和熔剂种类确定

熔融制样时经常选用的熔剂有两种，分别是 $m(\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7):m(\text{LiBO}_2)=12:22$ 和 $m(\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7):m(\text{LiBO}_2)=67:33$ ，使用两种熔剂进行试验，观察两种熔剂在不同温度下的熔样情况。

3.2.2.1 低铁赤泥试验

用所提供的样品 c-d-2 进行试验，考察样品在熔剂 A (12:22) 和熔剂 B (67:33) 混合熔剂中不同温度下的熔融情况。

试验方案：称取 $7.0000\text{g}\pm 0.0001\text{g}$ 熔剂和 $0.5000\text{g}\pm 0.0001\text{g}$ 样品于铂-黄金坩埚中，搅拌均匀，滴加 1 滴饱和溴化锂溶液，分别在 950°C 、 1000°C 、 1050°C 、 1070°C 、 1100°C 、 1150°C 于熔样机中预熔 5min，摇摆 8min，熔液倒入模具中，冷却成型后制备成待测玻璃样片。在玻璃片浇筑时应注意观察熔融后熔体的流动性情况，制备好的玻璃片于 X 射线荧光光谱仪中测量各元素的荧光计数率，各单位实验数据见表 4、表 5 和表 6。

表 4 低铁赤泥在不同熔剂及不同温度下的熔融情况（中铝检测）

熔剂种类	熔融温度/ $^\circ\text{C}$	元素种类								玻璃片状况
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	
熔剂 A (12:22)	950	/	/	/	/	/	/	/	/	严重析晶，熔液粘稠
	1000	/	/	/	/	/	/	/	/	部分析晶，熔液粘稠
	1050	2.446	7.609	138.897	10.642	0.649	1.871	97.723	2.171	无析晶，熔液流动性好
	1070	2.428	7.635	138.727	10.710	0.640	1.825	98.056	2.177	无析晶，熔液流动性好
	1100	2.435	7.618	139.324	10.592	0.646	1.862	98.380	2.172	无析晶，熔液流动性好
	1150	2.445	7.719	140.823	11.000	0.655	1.818	99.603	2.192	无析晶，熔液流动性好
熔剂 B (67:33)	950	/	/	/	/	/	/	/	/	严重析晶，熔液粘稠
	1000	/	/	/	/	/	/	/	/	析晶，熔液粘稠
	1050	2.478	7.733	140.466	10.715	0.651	1.884	99.224	2.178	无析晶，熔液流动性较好
	1070	2.473	7.735	140.417	10.859	0.664	1.830	99.275	2.185	无析晶，熔液流动性好
	1100	2.462	7.758	140.749	10.769	0.652	1.866	99.688	2.199	无析晶，熔液流动性好
	1150	2.515	7.877	142.921	11.128	0.666	1.866	101.332	2.214	无析晶，熔液流动性好

表 5 低铁赤泥在不同熔剂及不同温度下的熔融情况（岛津）

熔剂种类	熔融温度/ $^\circ\text{C}$	元素种类								玻璃片状况
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	
熔剂 A (12:22)	950	3.655	13.901	141.662	16.246	1.885	0.195	133.433	0.159	部分析晶，熔液粘稠
	1000	3.517	13.972	142.315	16.379	1.895	0.195	134.527	0.156	无析晶，熔液流动性好
	1050	3.463	13.938	142.208	16.292	1.885	0.196	134.545	0.155	无析晶，熔液流动性好
	1070	3.523	13.958	142.211	16.375	1.890	0.199	134.900	0.157	无析晶，熔液流动性好
	1100	3.466	13.920	142.275	16.300	1.888	0.192	134.660	0.155	无析晶，熔液流动性好
	1150	3.417	13.998	142.601	16.352	1.902	0.200	135.131	0.158	无析晶，熔液略粘稠
熔剂 B (67:33)	950	3.477	13.796	140.825	16.121	1.875	0.195	132.498	0.153	无析晶，熔液流动性较好
	1000	3.516	13.724	140.720	16.139	1.873	0.198	132.180	0.156	无析晶，熔液流动性好
	1050	3.508	13.742	140.679	16.098	1.886	0.192	132.200	0.150	无析晶，熔液流动性好
	1070	3.435	13.819	141.408	16.205	1.903	0.194	133.079	0.155	无析晶，熔液流动性好
	1100	3.393	13.795	141.076	16.162	1.895	0.196	132.865	0.152	无析晶，熔液流动性好
	1150	3.450	13.833	141.436	16.201	1.905	0.200	133.037	0.154	无析晶，熔液略粘稠

表 6 低铁赤泥在熔剂 B (67:33) 及不同温度下的熔融情况（山西国电）

熔剂种类	熔融温度/ $^\circ\text{C}$	元素种类								玻璃片状况
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	
熔剂 B (67:33)	950	10.465	35.810	209.881	9.645	2.824	0.731	397.130	1.532	无析晶，熔液流动性一般
	1000	10.502	36.038	211.491	9.691	2.838	0.795	399.145	1.533	无析晶，熔液流动性好
	1050	10.595	36.081	211.922	9.712	2.874	0.791	400.295	1.532	无析晶，熔液流动性好

	1070	10.662	36.117	211.967	9.767	2.853	0.794	400.645	1.548	无析晶, 熔液流动性好
	1100	10.770	36.351	213.214	9.795	2.854	0.798	401.544	1.551	无析晶, 熔液流动性好
	1150	10.640	36.404	214.014	9.815	2.873	0.801	403.223	1.547	无析晶, 较多气泡, 熔液流动性一般

结论: 从表 4 测量结果来, 中铝检测使用熔剂 A 和熔剂 B 在 950℃、1000℃下熔融时, 熔液流动性差, 析晶严重, 无法形成可测试的样片; 当温度在 1050℃时, 形成的样片无析晶, 但是由于熔剂 A (12:22) 中高熔点 (熔点 917℃) 无水四硼酸锂占比低, 低熔点 (熔点 849℃) 无水偏硼酸锂占比高, 因此相对于熔剂 B (67:33) 在此温度下也表现出更好的流动性; 当温度升至 1070℃以上时, 熔液的流动性两种熔剂相差不大, 流动性良好, 也都能形成可测试的透明玻璃样片。表 5 和表 6 数据显示岛津和山西国电两家单位使用两种熔剂在 1000℃~1100℃下时均能获得可测试玻璃片, 其中岛津和山西国电在 1150℃下熔融时, 由于温度太高, 熔液产生较多气泡, 流动性一般。另外从数据显示, 虽然随着温度的升高, 各元素的计数率整体都存在上升的趋势, 但高点与低点相比总体数值变化并不大。**因此综合考虑, 熔剂 A (12:22) 和熔剂 B (67:33) 都可作为高铁赤泥的熔剂使用, 综合考虑, 温度选择在 1070℃~1100℃之间均可。**

4.3.2.2 高铁赤泥试验

用所提供的样品 c-g-1 进行试验, 考察样品在熔剂 A (12:22) 和熔剂 B (67:33) 混合熔剂中不同温度下的熔融情况。

试验方案: 称取 6.0000g ± 0.0001g 熔剂、0.5000g ± 0.0001g 样品和 1.0000g ± 0.0001gCo 熔剂于铂-黄金坩埚中, 搅拌均匀, 滴加 1 滴饱和溴化锂溶液, 分别在 950℃、1000℃、1050℃、1070℃、1100℃、1150℃于熔样机中预熔 5min, 摇摆 8min, 熔液倒入模具中, 冷却成型后制备成待测玻璃样片。在玻璃片浇筑时应注意观察熔融后熔体的流动性情况, 制备好的玻璃片于 X 射线荧光光谱仪中测量各元素的**荧光计数率**。测量结果见表 7、表 8 和表 9。

表 7 高铁赤泥在不同熔剂及不同温度下的熔融情况 (中铝检测)

熔剂种类	熔融温度 /℃	元素种类									玻璃片状况
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps	
熔剂 A (12:22)	950	/	/	/	/	/	/	/	/	/	部分析晶, 熔液粘稠
	1000	5.787	1.987	775.164	17.585	0.656	1.703	13.642	0.961	362.335	无析晶, 熔液流动性一般
	1050	5.733	1.976	774.888	17.494	0.648	1.700	13.537	0.930	361.771	无析晶, 溶液流动性好
	1070	5.782	2.014	775.613	17.650	0.658	1.673	13.677	0.929	362.888	无析晶, 溶液流动性很好
	1100	5.674	1.965	776.745	17.608	0.653	1.670	13.431	0.956	362.924	无析晶, 溶液流动性很好
	1150	5.733	1.973	780.511	17.752	0.652	1.671	13.729	0.965	365.106	无析晶, 溶液流动性很好
熔剂 B (67:33)	950	/	/	/	/	/	/	/	/	/	析晶, 熔液粘稠
	1000	5.594	1.954	767.429	17.383	0.637	1.662	13.313	0.946	357.555	无析晶, 熔液粘稠
	1050	5.635	1.924	768.602	17.418	0.648	1.676	13.332	0.938	359.822	无析晶, 熔液流动性较好
	1070	5.739	2.012	770.805	17.496	0.653	1.698	13.399	0.918	359.353	无析晶, 熔液流动性很好
	1100	5.602	1.927	769.427	17.434	0.641	1.642	13.424	0.908	360.584	无析晶, 熔液流动性很好
	1150	5.523	1.934	771.238	17.558	0.656	1.631	13.446	0.924	361.286	无析晶, 熔液流动性很好

表 8 高铁赤泥在不同熔剂及不同温度下的熔融情况（岛津）

熔剂种类	熔融温度 /℃	元素种类									玻璃片状况
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps	
熔剂 A (12:22)	950	8.746	3.732	869.671	26.104	2.315	0.202	18.403	0.050	392.452	无析晶, 熔液粘稠
	1000	8.825	3.853	877.869	26.371	2.346	0.192	18.554	0.049	395.354	无析晶, 熔液流动好
	1050	8.795	3.790	877.781	26.289	2.346	0.193	18.490	0.049	395.191	无析晶, 溶液流动性好
	1070	8.714	3.795	879.666	26.436	2.353	0.196	18.636	0.049	396.647	无析晶, 溶液流动性很好
	1100	8.741	3.773	880.768	26.466	2.367	0.193	18.554	0.048	397.094	无析晶, 溶液流动性很好
	1150	8.644	3.782	878.669	26.367	2.358	0.192	18.576	0.047	396.481	无析晶, 溶液略粘稠
熔剂 B (67:33)	950	8.693	3.697	861.603	25.792	2.320	0.190	18.185	0.047	390.664	无析晶, 熔液粘稠
	1000	8.613	3.735	870.182	26.097	2.335	0.191	18.300	0.047	393.359	无析晶, 熔液流动好
	1050	8.603	3.709	872.070	26.127	2.357	0.193	18.369	0.049	393.644	无析晶, 溶液流动性好
	1070	8.567	3.715	869.434	26.015	2.350	0.188	18.286	0.049	392.884	无析晶, 溶液流动性很好
	1100	8.518	3.741	873.400	26.103	2.365	0.191	18.399	0.048	394.303	无析晶, 溶液流动性很好
	1150	8.507	3.726	875.781	26.223	2.378	0.189	18.471	0.048	395.178	无析晶, 溶液略粘稠

表 9 高铁赤泥在熔剂 B (67:33) 及不同温度下的熔融情况（山西国电）

熔剂种类	熔融温度 /℃	元素种类									玻璃片状况
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps	
熔剂 B (67:33)	950	/	/	/	/	/	/	/	/	/	析晶, 熔液粘稠
	1000	25.385	8.965	1182.662	15.895	3.362	0.866	48.66	0.573	655.561	无析晶, 熔液粘稠
	1050	25.405	9.168	1183.543	15.923	3.366	0.878	48.60	0.586	657.232	无析晶, 熔液流动性较好
	1070	25.474	9.344	1183.886	16.017	3.378	0.881	49.77	0.514	659.114	无析晶, 熔液流动性很好
	1100	25.397	9.175	1182.693	15.956	3.372	0.823	49.80	0.523	661.232	无析晶, 熔液流动性很好
	1150	25.269	8.946	1182.063	16.112	3.380	0.855	49.82	0.572	658.324	无析晶, 熔液流动性较好

结论：从表 7 测量结果来, 中铝检测使用熔剂 A 和熔剂 B 在 950℃ 下熔融时, 熔液流动性差, 析晶严重, 无法形成可测试的样片; 在 1000℃ 下熔融时, 虽然可以形成无析晶样片, 但是熔液粘稠, 流动性较差, 熔液倾倒后, 坩埚底部会存在大量粘稠液体, 不利于样品均匀混合。当温度在 1050℃ 时, 形成的样片无析晶, 熔剂 A (12:22) 相对于熔剂 B (67:33) 在此温度下也表现出更好的流动性; 当温度升至 1070℃ 以上时, 熔液的流动性两种熔剂相差不大, 流动性良好, 也都能形成可测试的透明玻璃样片。表 8 数据显示, 岛津在使用两种熔剂进行实验时, 在 1000℃~1100℃ 也能获得可测试玻璃片, 其中在 1150℃ 下熔融时, 由于温度太高, 熔液产生较多气泡, 流动性一般。表 9 数据显示山西国电的实验数据与中铝检测的结果基本一致。**因此综合考虑, 熔剂 A (12:22) 和熔剂 B (67:33) 都可作为高铁赤泥的熔剂使用, 综合考虑, 温度选择在 1070℃~1100℃ 之间均可。**

4.3.3 熔剂与样品比例选择试验

在选择样品与熔剂的稀释比时, 要考虑熔剂的饱和以及结晶等问题, 稀释比过高会影响微量元素和痕量元素的分析灵敏度; 稀释比过低使样品溶解不完全, 会产生析出或再结晶等问题。由于钴内标熔剂的加入, 同时也要考虑钴元素的加入量对铁元素测定的影响。

4.3.3.1 高铁赤泥试验

用所提供的样品 c-d-2 进行试验, 考察样品在熔剂 A (12:22) 和熔剂 B (67:33) 混

合熔剂中不同比例下的熔融情况。

试验方案：称取 $7.0000\text{g} \pm 0.0001\text{g}$ 熔剂于铂-黄金坩埚中，再分别称取 0.1000g 、 0.3000g 、 0.5000g 、 0.7000g 和 0.9000g 样品，搅拌均匀，滴加 1 滴饱和溴化锂溶液，在 1070°C 下预熔 5min，摇摆 8min，熔液倒入模具中，冷却成型后制备成待测玻璃样片。制备好的玻璃片于 X 射线荧光光谱仪中测量各元素的**荧光计数率**，测量结果见表 10、表 11 和表 12。

表 10 低铁赤泥与熔剂不同比例熔融试验结果（中铝检测）

熔剂种类	样品质量/g	样品质量/熔剂质量	元素种类							
			Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps
熔剂 A (12:22)	0.1	1:70	0.681	1.691	43.075	3.350	0.227	0.493	23.605	0.733
	0.3	1:23.33	1.593	4.763	101.011	7.759	0.448	1.168	64.331	1.469
	0.5	1:14	2.435	7.646	139.875	10.991	0.657	1.804	98.712	2.169
	0.7	1:10	3.245	10.213	167.387	13.380	0.829	2.391	127.324	2.830
	0.9	1:7.78	3.989	12.580	188.491	15.219	0.977	2.930	152.172	3.398
熔剂 B (67:33)	0.1	1:70	0.649	1.762	44.371	3.473	0.234	0.483	24.410	0.680
	0.3	1:23.33	1.664	4.928	102.812	8.012	0.463	1.182	65.752	1.500
	0.5	1:14	2.506	7.739	140.807	11.095	0.650	1.812	99.897	2.184
	0.7	1:10	3.344	10.349	168.956	13.560	0.835	2.406	129.252	2.847
	0.9	1:7.78	4.057	12.772	190.272	15.488	0.998	2.988	154.595	3.471

表 11 低铁赤泥与熔剂不同比例熔融试验结果（岛津）

熔剂种类	样品质量/g	样品质量/熔剂质量	元素种类							
			Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps
熔剂 A (12:22)	0.1	1:70	0.970	3.072	45.110	5.083	0.703	0.058	31.736	0.060
	0.3	1:23.33	2.336	8.783	103.745	11.705	1.340	0.129	87.482	0.110
	0.5	1:14	3.476	13.935	142.071	16.325	1.886	0.201	134.530	0.158
	0.7	1:10	4.704	18.866	173.012	19.971	2.408	0.265	174.968	0.194
	0.9	1:7.78	5.885	23.292	194.061	22.774	2.823	0.327	210.012	0.242
熔剂 B (67:33)	0.1	1:70	0.973	2.995	43.794	5.004	0.735	0.055	31.136	0.062
	0.3	1:23.33	2.304	8.633	101.595	11.473	1.355	0.129	85.854	0.109
	0.5	1:14	3.401	13.782	141.482	16.219	1.898	0.197	132.714	0.153
	0.7	1:10	4.623	18.546	170.349	19.744	2.391	0.260	172.814	0.199
	0.9	1:7.78	5.710	22.965	192.422	22.554	2.821	0.321	207.938	0.239

表 12 低铁赤泥与熔剂 B (67:33) 不同比例熔融试验结果（山西国电）

熔剂种类	样品质量/g	样品质量/熔剂质量	元素种类							
			Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps
熔剂 B (67:33)	0.1	1:70	2.604	7.983	62.784	2.686	0.738	0.194	95.519	0.578
	0.3	1:23.33	6.744	22.752	151.968	6.809	1.886	0.512	261.320	1.075
	0.5	1:14	10.558	36.232	212.491	9.785	2.861	0.790	401.096	1.544
	0.7	1:10	14.184	48.572	256.101	11.945	3.761	1.076	519.328	1.967
	0.9	1:7.78	17.523	59.923	288.816	13.706	4.547	1.325	622.528	2.377

结论：从表 10、表 11 和表 12 的测量结果来看，各元素的荧光计数率随着称样量的增加而增加。当称样量为 0.1g 和 0.3g ，稀释比为 1:70 和 1:23.33 时，由于稀释比例太大，造成微量元素的荧光计数率比较低，尤其是 K、Na 等轻元素。当称样量在 0.7g 和 0.9g 时，

虽然样品也可熔成透明玻璃片，由于赤泥比重较小，样品称样量过多时，不易操作，因此最终确定称样量为 0.5g，熔剂称取质量为 7g。

4.3.3.2 高铁赤泥试验

用所提供的样品 c-g-1 进行试验，考察样品在熔剂 A（12:22）和熔剂 B（67：33）混合熔剂及 Co 熔剂中不同比例下的熔融情况。

试验方案 1：称取 6.0000g±0.0001g 熔剂于铂-黄金坩埚中，再分别称取 0.1000g、0.3000g、0.5000g、0.7000g 和 0.9000g 样品，1.0000g±0.0001gCo 熔剂，搅拌均匀，滴加 1 滴饱和溴化锂溶液，在 1070℃下预熔 5min，摇摆 8min，熔液倒入模具中，冷却成型后制备成待测玻璃样片。制备好的玻璃片于 X 射线荧光光谱仪中测量各元素的**荧光计数率**，测量结果见表 13、表 14 和表 15。

表 13 高铁赤泥和熔剂不同比例熔融试验结果（中铝检测）

熔剂种类	样品质量/g	熔剂质量/g	Co 熔剂质量/g	元素种类								
				Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
熔剂 A (12:22)	0.1	6	1	1.439	0.477	212.560	4.454	0.230	0.489	3.305	0.513	478.697
	0.3			3.756	1.282	539.288	11.500	0.458	1.151	8.840	0.781	413.041
	0.5			5.833	1.997	776.482	17.544	0.653	1.726	13.518	0.971	361.239
	0.7			7.733	2.634	959.398	22.639	0.850	2.256	17.727	1.181	322.633
	0.9			9.423	3.252	1109.848	27.243	0.998	2.755	21.271	1.340	292.428
熔剂 B (67:33)	0.1	6	1	1.418	0.501	211.748	4.480	0.223	0.455	3.281	0.487	476.593
	0.3			3.658	1.307	535.287	11.607	0.433	1.109	8.819	0.730	410.772
	0.5			5.739	2.012	770.805	17.496	0.653	1.704	13.399	0.918	359.353
	0.7			7.568	2.647	955.416	22.729	0.818	2.216	17.579	1.171	321.251
	0.9			9.344	3.241	1098.960	27.000	1.008	2.706	21.301	1.310	289.872

表 14 高铁赤泥和熔剂不同比例熔融试验结果（岛津）

熔剂种类	样品质量/g	熔剂质量/g	Co 熔剂质量/g	元素种类								
				Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
熔剂 A (12:22)	0.1	6	1	2.154	0.871	226.260	6.730	0.831	0.054	4.469	0.032	516.186
	0.3			5.644	2.430	595.833	17.464	1.631	0.127	12.020	0.041	449.460
	0.5			8.752	3.777	880.417	26.382	2.366	0.198	18.580	0.052	396.932
	0.7			11.778	4.961	1092.812	33.538	2.948	0.250	23.939	0.059	352.013
	0.9			14.283	6.109	1293.175	40.662	3.548	0.309	29.401	0.065	323.295
熔剂 B (67:33)	0.1	6	1	2.047	0.866	225.372	6.713	0.840	0.055	4.446	0.030	510.493
	0.3			5.536	2.414	589.241	17.223	1.655	0.128	11.916	0.041	444.887
	0.5			8.592	3.717	872.067	26.108	2.354	0.189	18.358	0.049	393.443
	0.7			11.375	4.934	1097.735	33.709	2.974	0.246	24.078	0.055	353.115
	0.9			14.046	6.042	1282.926	40.363	3.548	0.302	29.188	0.065	320.960

表 15 高铁赤泥和熔剂 B（67:33）不同比例熔融试验结果（山西国电）

熔剂种类	样品质量/g	熔剂质量/g	Co 熔剂质量/g	元素种类								
				Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
熔剂 B (67:33)	0.1	6	1	6.082	2.303	323.637	3.681	0.926	0.248	12.422	0.266	880.599
	0.3			15.949	6.163	786.456	10.202	2.366	1.043	32.277	0.372	754.432
	0.5			20.431	9.566	1131.908	15.603	3.649	1.447	49.040	0.468	660.561
	0.7			32.992	12.088	1405.243	20.409	4.418	1.171	64.348	0.606	591.822

	0.9			40.355	14.688	1774.991	24.443	5.350	1.434	77.714	0.697	533.035
--	-----	--	--	--------	--------	----------	--------	-------	-------	--------	-------	---------

试验方案 2：分别称取 6.9000g、6.5000g、6.3000g、6.1000g、6.0000g、5.8000g、5.6000g、5.4000g、5.2000g、5.0000g 熔剂于铂-黄合金坩埚中，各称取 0.5000g±0.1000g 样品，和 0.1000g、0.3000g、0.5000g、0.7000g、0.9000g、1.0000g、1.2000g、1.4000g、1.6000g、1.8000g 和 2.0000gCo 试剂，搅拌均匀，滴加 1 滴饱和溴化锂溶液，在 1070℃下预熔 5min，摇摆 8min，熔液倒入模具中，冷却成型后制备成待测玻璃样片。制备好的玻璃片于 X 射线荧光光谱仪中测量各元素的**荧光计数率**，测量结果见表 16、表 17 和表 18。

表 16 高铁赤泥、熔剂和 Co 熔剂不同比例熔融试验结果（中铝检测）

熔剂种类	样品质量/g	熔剂质量/g	Co 熔剂质量/g	元素种类								
				Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
熔剂 A (12:2 2)	0.5	6.9	0.1	5.874	2.051	816.926	17.861	0.668	1.728	13.843	0.930	42.483
		6.7	0.3	5.860	2.030	806.790	17.808	0.662	1.727	13.881	0.963	117.754
		6.5	0.5	5.902	2.038	797.057	17.866	0.663	1.729	13.765	0.973	190.324
		6.3	0.7	5.862	2.021	790.512	17.829	0.652	1.765	13.837	0.966	261.595
		6.1	0.9	5.795	2.049	778.257	17.661	0.651	1.732	13.603	0.945	327.803
		6.0	1.0	5.833	1.997	776.482	17.544	0.653	1.726	13.518	0.971	361.239
		5.8	1.2	5.777	1.992	764.889	17.485	0.639	1.697	13.477	0.974	425.612
		5.6	1.4	5.723	1.957	758.315	17.495	0.651	1.741	13.460	0.994	489.799
		5.4	1.6	5.789	1.985	751.852	17.355	0.656	1.703	13.240	1.007	551.052
		5.2	1.8	5.697	1.942	740.156	17.153	0.640	1.696	13.085	0.999	606.071
		5.0	2.0	5.773	1.948	732.068	17.234	0.644	1.702	13.190	0.994	664.370
熔剂 B (67:3 3)	0.5	6.9	0.1	5.862	2.028	810.777	17.843	0.654	1.693	13.826	0.904	42.371
		6.7	0.3	5.809	2.043	798.599	17.605	0.675	1.709	13.638	0.934	116.871
		6.5	0.5	5.746	2.035	792.842	17.609	0.666	1.700	13.620	0.935	189.105
		6.3	0.7	5.770	2.014	787.264	17.717	0.656	1.720	13.522	0.936	260.296
		6.1	0.9	5.712	2.053	774.240	17.512	0.660	1.699	13.603	0.947	327.239
		6.0	1.0	5.739	2.012	770.805	17.496	0.653	1.704	13.399	0.918	359.353
		5.8	1.2	5.703	1.997	763.005	17.408	0.653	1.683	13.350	0.954	425.090
		5.6	1.4	5.708	1.977	753.332	17.452	0.631	1.661	13.214	0.956	487.596
		5.4	1.6	5.703	1.990	750.586	17.342	0.657	1.678	13.281	0.983	548.688
		5.2	1.8	5.704	1.982	740.973	17.246	0.652	1.663	13.024	0.962	605.216
		5.0	2.0	5.616	1.951	734.910	17.078	0.643	1.659	13.187	0.969	663.846

表 17 高铁赤泥、熔剂和 Co 熔剂不同比例熔融试验结果（岛津）

熔剂种类	样品质量/g	熔剂质量/g	Co 熔剂质量/g	元素种类								
				Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
熔剂 A (12:2 2)	0.5	6.9	0.1	8.9919	3.9699	942.1179	27.5172	2.4370	0.2000	19.4653	0.0508	48.6959
		6.7	0.3	8.9989	3.9376	932.5425	27.4698	2.4101	0.1978	19.3501	0.0504	130.6681
		6.5	0.5	8.9784	3.8793	917.4796	27.2018	2.4053	0.1957	19.1555	0.0514	209.9918
		6.3	0.7	8.9385	3.9166	914.6724	27.2842	2.4106	0.1983	19.2071	0.0512	289.5794
		6.1	0.9	8.9144	3.8729	898.5607	26.9106	2.3946	0.1994	19.0127	0.0499	364.7520
		6.0	1.0	8.9167	3.8501	893.6845	26.8292	2.3833	0.1993	18.8867	0.0493	402.2359
		5.8	1.2	8.8559	3.8484	884.6161	26.7814	2.3941	0.1948	18.8070	0.0482	475.6713
		5.6	1.4	8.7108	3.7888	876.5241	26.6015	2.3776	0.1936	18.6762	0.0481	549.4078
		5.4	1.6	8.7291	3.7619	865.1709	26.2696	2.3625	0.1967	18.4422	0.0483	582.2679
		5.2	1.8	8.7435	3.7491	853.9722	26.1948	2.3441	0.1924	18.3484	0.0475	684.7652
		5.0	2.0	8.6364	3.7102	844.4756	26.0853	2.3426	0.1892	18.3115	0.0469	751.3540

熔剂 B (67:33)	0.5	6.9	0.1	8.8361	3.8177	914.5728	26.6856	2.3682	0.1903	18.7562	0.0486	47.7213
		6.7	0.3	8.7647	3.7849	902.2260	26.4709	2.3820	0.1934	18.6342	0.0484	127.4863
		6.5	0.5	8.7695	3.7993	898.4885	26.5086	2.3698	0.1956	18.6653	0.0502	206.7238
		6.3	0.7	8.7985	3.7826	887.9042	26.3372	2.3814	0.1928	18.5462	0.0503	282.6927
		6.1	0.9	8.7692	3.7436	877.9899	26.2348	2.3465	0.1935	18.3929	0.0487	357.3169
		6.0	1.0	8.6934	3.7434	872.9548	26.1210	2.3664	0.1904	18.3802	0.0501	394.2953
		5.8	1.2	8.7056	3.7455	868.9834	26.0965	2.3431	0.1928	18.3473	0.0492	468.0799
		5.6	1.4	8.5984	3.7041	857.5722	25.9473	2.3401	0.1864	18.2370	0.0460	537.4305
		5.4	1.6	8.5065	3.6983	850.8648	25.8582	2.3254	0.1851	18.1206	0.0455	607.9857
		5.2	1.8	8.5315	3.6815	842.8319	25.6805	2.3473	0.1850	18.0267	0.0475	675.5828
		5.0	2.0	8.5192	3.6726	836.9714	25.6642	2.3123	0.1880	17.9720	0.0480	744.9179

表 18 高铁赤泥、熔剂 B (67:33) 和 Co 熔剂不同比例熔融试验结果 (山西国电)

熔剂种类	样品质量/g	熔剂质量/g	Co 熔剂质量/g	元素种类								
				Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
熔剂 B (67:33)	0.5	6.9	0.1	26.074	9.899	1232.381	16.034	3.690	0.915	51.059	0.528	77.912
		6.7	0.3	25.838	9.783	1213.870	15.982	3.705	0.924	50.365	0.545	214.902
		6.5	0.5	25.558	9.813	1205.120	15.914	3.694	0.919	50.299	0.546	347.726
		6.3	0.7	25.665	9.667	1196.641	15.738	3.646	0.930	49.937	0.546	478.632
		6.1	0.9	25.407	9.564	1176.845	15.734	3.626	0.918	50.236	0.553	601.727
		6.0	1.0	25.527	9.585	1171.624	15.640	3.601	0.921	49.483	0.536	660.778
		5.8	1.2	25.367	9.584	1159.768	15.609	3.624	0.910	49.302	0.557	781.655
		5.6	1.4	25.389	9.486	1145.065	15.526	3.585	0.898	48.799	0.558	896.592
		5.4	1.6	25.367	9.578	1140.891	15.603	3.582	0.907	49.047	0.574	1008.927
		5.2	1.8	25.371	9.748	1126.279	15.624	3.584	0.899	48.098	0.562	1112.871
		5.0	2.0	24.980	9.517	1117.063	15.416	3.539	0.897	48.700	0.566	1220.680

结论: 从表 13、表 14 和表 15 的测量结果来看, 当固定熔剂与 Co 熔剂质量时, 各元素的荧光计数率随着称样量的增加而增加, 由于称样量增大 Co 元素所占比例变小, Co 的计数率在不断下降。当称样量为 0.1g 和 0.3g, 稀释比为 1:70 和 1:23.33 时, 由于稀释比例太大, 造成微量元素的荧光计数率比较低, 尤其是 K、Na 等轻元素。当称样量在 0.7g 和 0.9g 时, 虽然样品也可熔成透明玻璃片, 由于赤泥比重较小, 样品称样量过多时, 不易操作, 同时铁含量越高时, 溶液的粘稠度越大, 在摇摆时越不容易均匀, 因此较低的称样量是合适的。综合考虑, 此时称样量为 0.5g 是合适的。

从表 16、表 17 和表 18 的数据来看, 当固定称样质量时, 随着 Co 熔剂比例的提高, Co 元素的计数率上升, 其它元素的计数率有下降的趋势, 但高点与低点相比总体数值变化并不大。由于高铁赤泥采用的是钴内标法, 其使用的是 Fe 元素和 Co 元素的计数率之比作为纵坐标, Co 熔剂称样量少, Co 元素的计数率低, 其比值受到影响时误差越大, 不利于工作曲线的绘制; Co 熔剂称样量太大时, 不利于操作, 综合考虑, **最终确定样品质量为 0.5g, 熔剂质量为 6g, Co 熔剂质量为 1g。**

4.3.4 熔融时间选择试验

通过试验观察，熔剂 A（12:22）和熔剂 B（67:33）在 1070℃~1150℃ 下一般 3min 左右完全融成液体状态，为了使熔融充分，预熔时间定为 5min，通过改变摇摆时间，对总熔融时间进行考察。

4.3.4.1 低铁赤泥试验

用所提供的样品 c-d-2 进行试验，考察样品在熔剂 A（12:22）和熔剂 B（67:33）混合熔剂中不同时间下的熔融情况。

试验方案：称取 7.0000g±0.0001g 熔剂和 0.5000g±0.0001g 样品于铂-黄合金坩埚中，搅拌均匀，滴加 1 滴饱和溴化锂溶液，在 1070℃ 下预熔 5min，分别在摇摆时间为 2min、5min、8min、11min、15min 下各熔 4 个样片，熔液倒入模具中，冷却成型后制备成待测玻璃样片。制备好的玻璃片于 X 射线荧光光谱仪中测量各元素的**荧光计数率**，测量结果见表 19~表 23。

表 19 低铁赤泥使用熔剂 A（12:22）熔融时间试验结果（中铝检测）

预熔时间 /min	摇摆时间 /min	熔样次数	元素种类							
			Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps
5	2	1	1.588	4.731	100.398	7.816	0.439	1.170	63.915	1.483
		2	2.458	7.534	140.498	10.992	0.641	1.798	97.953	2.197
		3	2.495	7.555	138.929	10.992	0.658	1.804	97.906	2.181
		4	2.485	7.546	138.711	10.954	0.644	1.803	97.273	2.175
		标准偏差	0.446	1.407	19.507	1.582	0.105	0.316	16.901	0.351
5	5	1	2.457	7.551	139.844	11.068	0.650	1.826	98.375	2.197
		2	2.490	7.545	139.346	10.959	0.654	1.834	97.897	2.181
		3	2.429	7.566	139.343	11.031	0.636	1.845	97.712	2.182
		4	2.429	7.582	139.101	10.973	0.647	1.838	98.167	2.179
		标准偏差	0.029	0.017	0.312	0.051	0.008	0.008	0.292	0.008
5	8	1	2.437	7.630	138.714	10.641	0.639	1.860	97.818	2.173
		2	2.436	7.617	138.933	10.647	0.647	1.880	97.745	2.171
		3	2.455	7.585	138.835	10.654	0.651	1.872	97.660	2.166
		4	2.454	7.605	139.105	10.626	0.659	1.871	97.672	2.173
		标准偏差	0.010	0.019	0.165	0.012	0.008	0.008	0.073	0.003
5	11	1	2.406	7.547	139.376	11.029	0.657	1.786	98.735	2.128
		2	2.416	7.578	140.061	11.073	0.653	1.788	98.909	2.143
		3	2.403	7.580	139.306	11.087	0.649	1.778	98.916	2.141
		4	2.381	7.596	139.090	11.087	0.643	1.794	99.487	2.150
		标准偏差	0.015	0.020	0.420	0.027	0.006	0.006	0.328	0.009
5	15	1	2.414	7.602	139.792	11.089	0.656	1.803	99.160	2.147
		2	2.361	7.618	139.918	11.090	0.647	1.806	99.193	2.153
		3	2.400	7.587	139.839	11.115	0.658	1.816	98.870	2.149
		4	2.371	7.554	139.660	11.078	0.656	1.810	98.987	2.140
		标准偏差	0.025	0.027	0.108	0.015	0.005	0.006	0.151	0.006

表 20 低铁赤泥使用熔剂 B（67:33）熔融时间试验结果（中铝检测）

预熔时间 /min	摇摆时间 /min	熔样次数	元素种类							
			Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps
5	2	1	2.433	7.479	138.717	10.998	0.651	1.815	97.556	2.188
		2	2.446	7.438	138.200	10.905	0.652	1.793	97.182	2.157
		3	2.404	7.456	138.342	10.983	0.636	1.756	97.480	2.147
		4	2.434	7.417	138.089	10.855	0.646	1.784	97.144	2.169
		标准偏差	0.018	0.026	0.274	0.067	0.007	0.025	0.208	0.018
5	5	1	2.444	7.465	138.598	11.030	0.646	1.774	97.167	2.124

		2	2.370	7.503	139.105	11.011	0.645	1.802	97.651	2.131
		3	2.345	7.488	138.281	10.944	0.642	1.782	97.413	2.118
		4	2.352	7.492	138.543	11.017	0.649	1.771	97.777	2.104
		标准偏差	0.045	0.016	0.345	0.039	0.003	0.014	0.270	0.011
5	8	1	2.464	7.550	139.173	11.052	0.660	1.792	97.703	2.147
		2	2.359	7.509	138.384	11.029	0.649	1.774	98.057	2.118
		3	2.373	7.516	138.617	11.028	0.648	1.774	97.852	2.119
		4	2.346	7.514	138.538	11.033	0.648	1.770	97.721	2.128
		标准偏差	0.053	0.019	0.344	0.011	0.006	0.010	0.163	0.013
5	11	1	2.394	7.520	138.835	10.944	0.652	1.807	97.859	2.129
		2	2.382	7.550	138.800	10.961	0.648	1.793	98.027	2.133
		3	2.370	7.560	138.699	10.970	0.647	1.804	97.910	2.130
		4	2.392	7.523	138.565	10.984	0.656	1.807	97.856	2.137
		标准偏差	0.011	0.020	0.121	0.017	0.004	0.007	0.080	0.004
5	15	1	2.375	7.555	139.430	11.043	0.654	1.803	98.313	2.129
		2	2.336	7.515	138.611	10.996	0.644	1.780	98.177	2.129
		3	2.342	7.544	138.808	10.992	0.648	1.793	97.899	2.122
		4	2.382	7.507	139.101	10.997	0.649	1.796	98.205	2.124
		标准偏差	0.023	0.023	0.357	0.024	0.004	0.009	0.176	0.004

表 21 低铁赤泥使用熔剂 A (12:22) 熔融时间试验结果(岛津)

预熔时间 /min	摇摆时间 /min	熔样次数	元素种类							
			Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps
5	2	1	3.742	13.899	141.378	16.193	1.882	0.202	133.838	0.157
		2	3.654	14.064	142.816	16.421	1.890	0.201	134.641	0.157
		3	3.826	13.870	141.227	16.191	1.891	0.196	132.591	0.158
		4	3.786	13.879	141.653	16.249	1.873	0.205	133.194	0.160
		标准偏差	0.074	0.091	0.720	0.108	0.008	0.004	0.879	0.001
5	5	1	3.784	14.172	143.605	16.461	1.914	0.205	135.909	0.159
		2	3.824	14.250	144.093	16.538	1.914	0.201	136.048	0.162
		3	3.683	14.071	142.815	16.372	1.901	0.201	134.607	0.160
		4	3.699	14.116	143.214	16.484	1.906	0.201	135.097	0.159
		标准偏差	0.068	0.077	0.546	0.069	0.006	0.002	0.683	0.001
5	8	1	3.655	14.247	144.569	16.601	1.924	0.203	136.555	0.161
		2	3.679	14.425	147.363	16.661	1.926	0.202	137.064	0.162
		3	3.731	14.232	144.085	16.541	1.914	0.203	136.181	0.163
		4	3.680	14.324	145.002	16.628	1.920	0.203	137.073	0.157
		标准偏差	0.032	0.089	1.455	0.051	0.005	0.001	0.432	0.003
5	11	1	3.664	14.217	144.379	16.551	1.913	0.199	136.614	0.159
		2	3.601	14.356	145.061	16.621	1.918	0.199	137.218	0.163
		3	3.627	14.267	144.458	16.576	1.935	0.203	136.769	0.157
		4	3.602	14.289	145.122	16.675	1.920	0.199	137.173	0.160
		标准偏差	0.030	0.058	0.391	0.054	0.010	0.002	0.298	0.002
5	15	1	3.593	14.313	144.789	16.638	1.958	0.203	136.945	0.160
		2	3.591	14.353	145.135	16.641	1.922	0.206	137.560	0.163
		3	3.608	14.275	144.654	16.620	1.974	0.204	137.257	0.155
		4	3.587	14.312	145.032	16.644	1.981	0.200	137.219	0.162
		标准偏差	0.009	0.032	0.220	0.011	0.026	0.002	0.252	0.004

表 22 低铁赤泥使用熔剂 B (67:33) 熔融时间试验结果(岛津)

预熔时间 /min	摇摆时间 /min	熔样次数	元素种类							
			Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps
5	2	1	3.522	13.640	140.327	16.037	1.862	0.197	131.334	0.154
		2	3.670	13.669	140.660	16.074	1.859	0.201	131.516	0.152
		3	3.570	13.734	140.717	16.081	1.858	0.196	131.829	0.157
		4	3.653	13.717	140.727	16.109	1.864	0.195	131.735	0.154

		标准偏差	0.070	0.043	0.189	0.029	0.002	0.003	0.223	0.002
5	5	1	3.634	13.682	140.257	16.061	1.878	0.195	131.353	0.151
		2	3.609	13.753	140.928	16.126	1.863	0.199	131.755	0.155
		3	3.558	13.725	140.884	16.131	1.894	0.197	132.141	0.149
		4	3.633	13.756	141.023	16.123	1.870	0.198	131.969	0.155
		标准偏差	0.035	0.034	0.349	0.033	0.013	0.002	0.340	0.003
5	8	1	3.492	13.715	140.634	16.118	1.887	0.196	132.314	0.156
		2	3.545	13.765	141.279	16.168	1.875	0.196	132.483	0.156
		3	3.547	13.781	141.273	16.223	1.870	0.199	132.483	0.155
		4	3.487	13.761	141.228	16.195	1.898	0.192	132.673	0.155
		标准偏差	0.033	0.029	0.314	0.045	0.012	0.003	0.147	0.000
5	11	1	3.476	13.806	141.531	16.228	1.901	0.196	132.542	0.154
		2	3.491	13.846	141.990	16.248	1.900	0.197	132.893	0.154
		3	3.425	13.763	141.082	16.168	1.904	0.193	132.617	0.154
		4	3.455	13.815	141.437	16.183	1.879	0.197	132.594	0.157
		标准偏差	0.028	0.035	0.374	0.038	0.011	0.002	0.158	0.001
5	15	1	3.379	13.849	141.245	16.185	1.909	0.195	132.877	0.153
		2	3.437	13.851	141.730	16.267	1.884	0.198	132.960	0.155
		3	3.376	13.874	141.882	16.273	1.908	0.197	133.382	0.153
		4	3.443	13.866	141.961	16.291	1.891	0.192	133.344	0.156
		标准偏差	0.036	0.012	0.321	0.047	0.012	0.003	0.259	0.001

表 23 低铁赤泥使用熔剂 B (67:33) 熔融时间试验结果 (山西国电)

预熔时间 /min	摇摆时间 /min	熔样次数	元素种类							
			Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps
5	2	1	10.821	36.175	211.997	9.739	2.864	0.798	400.874	1.557
		2	10.780	36.105	212.138	9.774	2.862	0.798	400.827	1.545
		3	10.926	35.934	212.129	9.652	2.848	0.801	400.583	1.570
		4	10.800	36.100	212.184	9.752	2.888	0.800	400.097	1.545
		标准偏差	0.065	0.102	0.080	0.053	0.017	0.002	0.356	0.012
5	5	1	10.722	36.423	213.619	9.804	2.898	0.875	402.525	1.553
		2	10.785	36.364	212.886	9.822	2.892	0.874	402.702	1.554
		3	10.800	36.341	213.110	9.763	2.905	0.885	402.686	1.554
		4	10.729	36.404	213.256	9.762	2.947	0.916	402.554	1.553
		标准偏差	0.039	0.037	0.308	0.030	0.025	0.020	0.090	0.001
5	8	1	10.633	36.428	213.712	9.844	2.865	0.882	401.948	1.558
		2	10.659	36.388	213.632	9.771	2.880	0.888	401.643	1.555
		3	10.642	36.313	213.748	9.781	2.859	0.884	401.792	1.545
		4	10.635	36.411	213.385	9.793	2.931	0.907	401.743	1.557
		标准偏差	0.012	0.051	0.164	0.032	0.033	0.011	0.127	0.006
5	11	1	10.560	36.519	214.957	9.873	2.854	0.878	404.076	1.528
		2	10.582	36.663	215.100	9.804	2.857	0.873	403.949	1.548
		3	10.556	36.451	215.069	9.875	2.902	0.876	403.997	1.521
		4	10.511	36.500	214.994	9.858	2.838	0.883	403.887	1.542
		标准偏差	0.030	0.091	0.066	0.033	0.027	0.004	0.080	0.012
5	15	1	10.482	36.431	214.043	9.849	2.904	0.877	404.353	1.536
		2	10.504	36.424	213.945	9.819	2.899	0.884	404.363	1.538
		3	10.526	36.400	214.114	9.855	2.909	0.884	404.423	1.536
		4	10.509	36.418	213.807	9.885	2.866	0.888	404.294	1.525
		标准偏差	0.018	0.013	0.133	0.027	0.019	0.005	0.053	0.006

结论: 从表 19 数据来看, 中铝检测在使用熔剂 A (12:22), 摇摆时间在 2min 时, 出现了数据标准偏差较大; 当摇摆时间在 5min~15min 时可以获得比较满意的结果。从表 20 数据显示来看, 中铝检测在使用熔剂 B (67:33), 摇摆时间在 2min~15min 时可以获得比较满意的结果。从表 21~表 23 数据来看, 其他单位在使用熔剂 A (12:22) 和熔剂 B (67:33), 当摇摆时间在 2min~15min 时都可以获得比较满意的结果。考虑到后续各单位使用的高温炉

摇摆方式各有不同，摇摆时间越长，混合越均匀，最终确定摇摆时间为 8min~15min，总熔融时间为 13min~20min。

4.3.4.2 高铁赤泥试验

用所提供的样品 c-g-1 进行试验，考察样品在熔剂 A (12:22) 和熔剂 B (67: 33) 混合熔剂及 Co 熔剂中不同时间下的熔融情况。

试验方案：称取 6.0000g ± 0.0001g 熔剂、0.5000g ± 0.0001g 样品和 1.0000g ± 0.0001g Co 熔剂于铂-黄金坩埚中，搅拌均匀，滴加 1 滴饱和溴化锂溶液，在 1070℃ 下预熔 5min，分别在摇摆时间为 2min、5min、8min、11min、15min 下各熔 4 个样片，熔液倒入模具中，冷却成型后制备成待测玻璃样片。制备好的玻璃片于 X 射线荧光光谱仪中测量各元素的荧光计数率，测量结果见表 24~表 28。

表 24 高铁赤泥使用熔剂 A (12:22) 熔融时间试验结果 (中铝检测)

预熔时间 /min	摇摆时间 /min	熔样次数	元素种类								
			Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
5	2	1	5.791	1.996	773.778	17.374	0.648	1.672	13.374	0.958	359.677
		2	5.801	2.031	775.389	17.416	0.646	1.713	13.441	0.965	360.319
		3	5.774	1.976	772.552	17.375	0.646	1.690	13.274	0.978	359.108
		4	5.851	2.027	773.170	17.481	0.655	1.700	13.425	0.969	359.915
		标准偏差	0.033	0.026	1.219	0.050	0.004	0.017	0.075	0.008	0.506
5	5	1	5.851	1.989	776.325	17.522	0.645	1.678	13.383	0.966	360.559
		2	5.821	2.018	773.689	17.417	0.668	1.683	13.337	0.969	359.764
		3	5.755	2.012	773.863	17.544	0.653	1.684	13.389	0.965	359.825
		4	5.831	2.010	774.616	17.494	0.644	1.700	13.422	0.946	359.861
		标准偏差	0.042	0.012	1.204	0.055	0.011	0.009	0.035	0.010	0.373
5	8	1	5.851	2.036	777.571	17.644	0.657	1.710	13.533	0.957	362.967
		2	5.900	2.070	774.329	17.563	0.663	1.709	13.479	1.017	362.365
		3	5.794	2.083	774.644	17.676	0.673	1.720	13.605	1.000	361.615
		4	5.992	2.095	775.713	17.568	0.651	1.724	13.373	1.053	362.139
		标准偏差	0.084	0.025	1.463	0.056	0.009	0.007	0.098	0.040	0.560
5	11	1	5.741	2.009	778.598	17.712	0.668	1.705	13.608	0.959	365.366
		2	5.741	2.033	778.503	17.713	0.659	1.720	13.624	0.952	365.033
		3	5.774	1.944	777.428	17.651	0.640	1.678	13.678	0.953	364.102
		4	5.742	1.974	776.060	17.687	0.658	1.683	13.529	0.945	364.376
		标准偏差	0.017	0.039	1.184	0.029	0.012	0.019	0.062	0.006	0.582
5	15	1	5.750	1.970	775.960	17.508	0.654	1.653	13.418	0.947	361.564
		2	5.745	2.030	776.298	17.597	0.665	1.690	13.561	0.919	361.514
		3	5.790	2.030	774.985	17.454	0.652	1.685	13.413	0.944	361.068
		4	5.725	2.015	775.975	17.506	0.649	1.683	13.461	0.937	360.413
		标准偏差	0.027	0.028	0.568	0.060	0.007	0.017	0.069	0.012	0.533

表 25 高铁赤泥使用熔剂 B (67:33) 熔融时间试验结果 (中铝检测)

预熔时间 /min	摇摆时间 /min	熔样次数	元素种类								
			Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
5	2	1	5.670	1.992	769.390	17.444	0.655	1.670	13.434	0.953	359.978
		2	5.710	2.022	771.703	17.478	0.652	1.671	13.377	0.967	360.404
		3	5.777	1.985	768.910	17.445	0.645	1.651	13.371	0.949	359.206

		4	5.739	2.011	766.475	17.436	0.655	1.650	13.444	0.948	359.756
		标准偏差	0.045	0.017	2.144	0.018	0.005	0.011	0.038	0.009	0.499
5	5	1	5.803	1.993	769.478	17.377	0.643	1.666	13.285	0.962	360.020
		2	5.800	1.990	772.986	17.377	0.656	1.698	13.498	0.955	360.936
		3	5.748	1.971	771.128	17.483	0.658	1.690	13.507	0.949	360.829
		4	5.783	1.997	770.063	17.455	0.657	1.694	13.348	0.958	359.467
		标准偏差	0.025	0.012	1.541	0.054	0.007	0.014	0.111	0.006	0.697
5	8	1	5.764	1.995	769.854	17.398	0.651	1.675	13.425	0.951	359.261
		2	5.776	2.027	769.343	17.372	0.656	1.652	13.288	0.970	359.183
		3	5.722	2.024	769.112	17.344	0.641	1.678	13.307	0.950	359.192
		4	5.725	1.968	769.870	17.321	0.633	1.697	13.105	0.944	358.348
		标准偏差	0.027	0.027	0.378	0.034	0.010	0.018	0.132	0.011	0.434
5	11	1	5.620	1.953	770.934	17.445	0.651	1.673	13.371	0.929	359.689
		2	5.613	1.949	769.272	17.480	0.640	1.668	13.470	0.924	359.747
		3	5.568	1.965	769.766	17.528	0.642	1.657	13.567	0.913	359.967
		4	5.611	1.959	767.671	17.474	0.658	1.671	13.523	0.906	359.237
		标准偏差	0.024	0.007	1.353	0.034	0.008	0.007	0.085	0.010	0.306
5	15	1	5.702	1.967	772.247	17.482	0.645	1.659	13.344	0.926	360.384
		2	5.775	2.009	771.867	17.478	0.655	1.674	13.419	0.946	360.313
		3	5.666	1.992	771.614	17.448	0.645	1.665	13.378	0.938	359.330
		4	5.727	1.987	769.568	17.487	0.660	1.662	13.406	0.932	359.625
		标准偏差	0.046	0.017	1.199	0.018	0.008	0.007	0.033	0.009	0.518

表 26 高铁赤泥使用熔剂 A (12:22) 熔融时间试验结果 (岛津)

预熔时间/min	摇摆时间/min	熔样次数	元素种类								
			Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
5	2	1	9.0233	3.8079	885.9583	26.5701	2.3569	0.1930	18.7446	0.0482	399.1356
		2	9.0102	3.8337	886.8895	26.6772	2.3729	0.1978	18.7501	0.0479	399.2933
		3	9.0474	3.8027	881.1687	26.4860	2.3637	0.1934	18.7460	0.0497	397.9239
		4	9.0211	3.8179	883.2634	26.5219	2.3681	0.1943	18.7733	0.0488	398.8988
		标准偏差	0.0157	0.0136	2.6034	0.0831	0.0068	0.0022	0.0134	0.0008	0.6144
5	5	1	8.9799	3.7729	879.9519	26.4041	2.3568	0.1931	18.5800	0.0514	397.4615
		2	8.9983	3.8048	884.8191	26.5215	2.3524	0.1938	18.6957	0.0475	398.0602
		3	8.9898	3.7952	880.3890	26.4888	2.3637	0.1991	18.6318	0.0503	396.8382
		4	8.9652	3.8200	888.8101	26.7182	2.3744	0.1942	18.8383	0.0481	400.7025
		标准偏差	0.0142	0.0197	4.1715	0.1329	0.0096	0.0028	0.1118	0.0018	1.6995
5	8	1	8.9178	3.7940	883.3581	26.5417	2.3743	0.1969	18.6780	0.0502	398.9729
		2	8.9402	3.8170	888.4298	26.7101	2.3726	0.1944	18.8086	0.0494	396.3066
		3	8.9139	3.7912	882.2684	26.4996	2.3800	0.1945	18.6480	0.0477	398.8703
		4	8.9226	3.8045	886.0069	26.5998	2.3730	0.1967	18.7117	0.0490	400.1443
		标准偏差	0.0116	0.0117	2.7649	0.0913	0.0034	0.0014	0.0697	0.0011	1.6180
5	11	1	8.8433	3.8018	884.4530	26.5474	2.3549	0.1942	18.6527	0.0505	398.9515
		2	8.9185	3.8017	886.5000	26.5614	2.3406	0.1991	18.7085	0.0496	400.1526
		3	8.8214	3.8041	882.0440	26.4748	2.3773	0.1929	18.6052	0.0462	398.4357
		4	8.8889	3.8128	887.9813	26.6553	2.3413	0.1957	18.6765	0.0511	399.6904
		标准偏差	0.0438	0.0052	2.5779	0.0742	0.0172	0.0027	0.0435	0.0022	0.7632
5	15	1	8.7306	3.8225	889.6203	26.7068	2.3803	0.1912	18.7900	0.0470	401.8229
		2	8.7742	3.8097	891.9563	26.7909	2.3624	0.1910	18.8054	0.0462	401.6126
		3	8.7364	3.7948	886.7554	26.6414	2.3831	0.1911	18.7451	0.0485	400.2178
		4	8.8551	3.8522	896.4867	26.9717	2.3687	0.2006	18.9414	0.0485	403.8116
		标准偏差	0.0574	0.0244	4.1138	0.1431	0.0097	0.0047	0.0846	0.0011	1.4797

表 27 高铁赤泥使用熔剂 B (67:33) 熔融时间试验结果 (岛津)

预熔时间/min	摇摆时间/min	熔样次数	元素种类								
			Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
5	2	1	8.7238	3.6900	864.2890	25.7844	2.3183	0.1934	18.2095	0.0476	391.1853
		2	8.7956	3.7113	868.0403	25.9466	2.3163	0.1931	18.2041	0.0504	391.9721
		3	8.8162	3.6670	861.1987	25.6962	2.3397	0.1901	18.1549	0.0480	390.5375
		4	8.8269	3.7240	867.1950	25.9313	2.3188	0.1950	18.1945	0.0499	391.6016

		标准偏差	0.0464	0.025	3.103	0.1204	0.011	0.002	0.0247	0.0014	0.6151
5	5	1	8.7583	3.7122	868.0928	25.9637	2.3299	0.1947	18.2083	0.0469	391.7996
		2	8.7611	3.7230	870.1611	25.9767	2.3224	0.1921	18.246	0.0503	392.6677
		3	8.7760	3.7048	868.3336	25.8776	2.3406	0.1890	18.2106	0.0483	391.9686
		4	8.7932	3.6928	869.0165	25.9113	2.3262	0.1916	18.2134	0.0508	392.0612
		标准偏差	0.016	0.0127	0.9267	0.0461	0.0078	0.0023	0.0178	0.0018	0.3781
5	8	1	8.6549	3.7226	869.6396	25.9872	2.3569	0.1892	18.2874	0.0504	392.6158
		2	8.7160	3.7418	875.7671	26.1860	2.3554	0.1948	18.3551	0.0470	394.4117
		3	8.6470	3.6986	870.1627	25.9324	2.3493	0.1899	18.2042	0.0483	392.5014
		4	8.6991	3.7493	873.1319	26.1430	2.3386	0.1925	18.2811	0.0477	394.2350
		标准偏差	0.0335	0.0226	2.8459	0.1215	0.0083	0.0026	0.0617	0.0015	1.0225
5	11	1	8.5115	3.7173	873.0340	26.1751	2.3497	0.1893	18.4263	0.0493	394.3866
		2	8.5814	3.7581	876.3766	26.2526	2.3313	0.1929	18.4109	0.0481	395.5774
		3	8.5633	3.7172	872.2336	26.0552	2.3517	0.1861	18.2750	0.0488	393.8074
		4	8.6031	3.6941	874.5300	26.1469	2.3336	0.1910	18.3724	0.0487	394.5048
		标准偏差	0.0391	0.0266	1.8234	0.0815	0.0106	0.0029	0.068	0.0005	0.7381
5	15	1	8.4925	3.7146	875.3421	26.1918	2.3513	0.1892	18.3963	0.0478	394.9147
		2	8.5316	3.7164	877.6361	26.2314	2.3426	0.1875	18.4496	0.0483	395.8520
		3	8.5427	3.7235	872.2160	26.0730	2.3676	0.1849	18.3626	0.0483	393.6465
		4	8.5394	3.7394	877.6194	26.2543	2.3541	0.1919	18.4989	0.0484	395.6732
		标准偏差	0.0232	0.0113	2.5625	0.0807	0.0104	0.0029	0.0599	0.0003	1.0027

表 28 高铁赤泥使用熔剂 B (67:33) 熔融时间试验结果 (山西国电)

预熔时间 /min	摇摆时间 /min	熔样次数	元素种类								
			Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
5	2	1	25.148	9.741	1164.253	15.611	3.619	1.433	48.691	0.500	664.319
		2	25.168	9.731	1164.285	15.600	3.701	1.462	48.708	0.505	664.308
		3	25.148	9.743	1164.314	15.601	3.598	1.429	48.688	0.509	664.207
		4	25.129	9.725	1163.882	15.603	3.633	1.449	48.583	0.504	664.312
		标准偏差	0.0159	0.008	0.203	0.005	0.045	0.015	0.057	0.004	0.053
5	5	1	27.867	9.745	1169.043	15.657	3.599	1.426	48.820	0.495	673.742
		2	27.787	9.780	1168.219	15.642	3.620	1.429	48.788	0.499	674.319
		3	28.007	9.791	1168.301	15.615	3.612	1.424	48.664	0.499	673.742
		4	27.807	9.691	1168.471	15.609	3.557	1.417	48.694	0.492	674.319
		标准偏差	0.099	0.045	0.371	0.023	0.028	0.005	0.074	0.003	0.333
5	8	1	25.168	9.767	1168.023	15.656	3.596	1.417	48.873	0.494	664.319
		2	25.148	9.734	1167.998	15.745	3.618	1.434	48.889	0.494	663.742
		3	25.148	9.656	1169.163	15.681	3.637	1.429	48.856	0.504	664.607
		4	25.148	9.677	1168.435	15.656	3.611	1.418	48.800	0.490	664.742
		标准偏差	0.010	0.051	0.544	0.042	0.017	0.008	0.039	0.006	0.444
5	11	1	26.448	9.646	1172.343	15.687	3.592	1.412	48.896	0.494	654.896
		2	26.507	9.732	1172.873	15.722	3.623	1.422	48.956	0.491	654.319
		3	26.507	9.608	1172.162	15.684	3.592	1.411	48.873	0.489	654.386
		4	26.507	9.808	1172.676	15.709	3.573	1.419	48.925	0.494	654.742
		标准偏差	0.030	0.090	0.321	0.018	0.021	0.005	0.036	0.002	0.278
5	15	1	25.828	9.637	1172.730	15.737	3.642	1.432	48.784	0.493	671.386
		2	25.828	9.661	1172.757	15.719	3.621	1.398	48.820	0.491	671.540
		3	25.828	9.654	1172.610	15.749	3.655	1.421	48.936	0.486	671.386
		4	25.848	9.614	1172.692	15.665	3.624	1.404	48.943	0.488	671.453
		标准偏差	0.010	0.021	0.064	0.037	0.016	0.016	0.081	0.003	0.073

结论：从表 24~表 28 数据来看，各单位在使用熔剂 A (12:22) 和熔剂 B (67:33)，在摇摆时间为 2min~15min 时可以获得比较满意的结果。考虑到铁含量越高，熔液越粘稠，越不容易混合均匀，而摇摆时间越长，混合越均匀，最终确定摇摆时间为 8min~15min，总熔融时间为 13min~20min。

4.3.5 脱模剂选择试验

在熔融法中，通常要加入一些碱金属的卤化物，它不仅增强熔体的流动性以便排除熔体中产生的气泡，而且解决了玻璃片与器皿的难剥离问题，但是加入量太大时，会使制成的玻璃片变形成月牙形从而影响测量。常用的脱模剂有 LiBr 和 NH₄I，试验考察了常用的两种脱模剂——饱和溴化锂溶液和碘化铵（300g/L）两者加入量对样片的影响。

4.3.5.1 低铁赤泥试验

用所提供的样品 c-d-2 进行试验，考察样品在熔剂 A（12:22）和熔剂 B（67:33）混合熔剂中不同脱模剂加入量下的熔融情况。

试验方案：称取 7.0000g±0.0001g 熔剂和 0.5000g±0.0001g 样品于铂-黄金坩埚中，搅拌均匀，滴加不同量饱和溴化锂溶液或者碘化铵溶液（300g/L），在 1070℃ 下预熔 5min，摇摆时间为 8min，熔液倒入模具中，冷却成型后制备成待测玻璃样片。制备好的玻璃片于 X 射线荧光光谱仪中测量各元素的荧光计数率，测量结果见表 29~表 34。

表 29 低铁赤泥使用溴化锂脱模剂试验结果（中铝检测）

熔剂种类	脱模剂加入量/滴	元素种类									熔体是否粘稠
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Br kcps	
熔剂 A (12:22)	0	2.300	7.682	141.140	11.252	0.649	1.793	100.638	2.075	25.919	是，析晶
	1	2.365	7.556	139.442	11.057	0.658	1.793	99.067	2.160	477.424	否
	2	2.495	7.439	137.802	10.901	0.638	1.807	96.861	2.201	990.235	否
	3	2.596	7.406	137.266	10.886	0.631	1.805	95.706	2.255	1360.930	否
熔剂 B (67:33)	0	2.283	7.647	140.098	11.077	0.657	1.784	99.770	2.062	29.610	是，析晶
	1	2.347	7.519	138.722	11.015	0.642	1.781	98.197	2.109	408.883	否
	2	2.394	7.416	137.660	10.896	0.635	1.788	96.951	2.160	696.169	否
	3	2.435	7.434	137.395	10.853	0.628	1.776	96.486	2.175	824.838	否

表 30 低铁赤泥使用溴化锂脱模剂试验结果（岛津）

熔剂种类	脱模剂加入量/滴	元素种类									熔体是否粘稠
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Br kcps	
熔剂 A (12:22)	0	3.400	14.449	146.731	16.831	1.941	0.199	139.534	0.161	/	是
	1	3.556	14.181	145.045	16.568	1.932	0.196	136.991	0.160	/	否
	2	3.813	14.204	144.613	16.514	1.871	0.202	136.795	0.164	/	否
	3	4.053	14.105	143.807	16.412	1.846	0.207	135.559	0.169	/	否
熔剂 B (67:33)	0	3.286	13.963	143.425	16.395	1.898	0.192	134.550	0.148	/	是
	1	3.339	13.731	141.766	16.168	1.892	0.192	132.604	0.157	/	否
	2	3.656	13.708	141.374	16.096	1.857	0.202	132.358	0.156	/	否
	3	3.850	13.638	140.552	16.022	1.842	0.197	131.385	0.164	/	否

表 31 低铁赤泥使用溴化锂脱模剂试验结果（山西国电）

熔剂种类	脱模剂加入量/滴	元素种类									熔体是否粘稠
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Br kcps	
熔剂 B (67:33)	0	10.992	35.913	212.439	9.706	2.867	0.907	400.353	1.542	/	是，析晶
	1	10.785	36.386	213.248	9.835	2.910	0.895	404.038	1.530	/	否
	2	10.700	36.124	211.977	9.697	2.860	0.878	401.919	1.546	/	否
	3	10.836	36.065	211.316	9.658	2.851	0.883	399.832	1.552	/	否

表 32 低铁赤泥使用碘化铵脱模剂试验结果（中铝检测）

熔剂种类	脱模剂加入量/滴	元素种类									熔体是否粘稠
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	I kcps	

熔剂 A (12:22)	0	2.267	7.466	139.035	11.104	0.639	1.744	100.470	2.093	56.058	是, 析晶
	1	2.267	7.495	139.213	11.119	0.634	1.732	99.816	2.092	54.147	是, 析晶
	3	2.244	7.499	138.640	11.112	0.647	1.724	99.967	2.090	51.306	是, 析晶
	5	2.262	7.486	139.308	11.102	0.639	1.741	100.508	2.103	54.637	是, 析晶
	7	2.305	7.535	139.300	11.292	0.642	1.718	100.922	2.086	55.656	是, 析晶
	10 (0.5mL)	2.281	7.481	139.269	11.139	0.643	1.726	100.216	2.096	57.629	否
	15 (0.75mL)	2.261	7.510	139.362	11.194	0.654	1.706	100.482	2.061	60.168	否
	20 (1.0mL)	2.232	7.508	139.188	11.228	0.642	1.722	100.523	2.095	64.146	否
	25 (1.25mL)	2.272	7.569	139.311	11.324	0.642	1.750	100.935	2.099	65.080	否
30 (1.5mL)	2.254	7.474	138.878	11.288	0.639	1.716	100.231	2.080	65.368	否	
熔剂 B (67:33)	0	2.222	7.404	139.732	11.103	0.643	1.720	99.230	2.091	51.844	是, 析晶
	1	2.198	7.430	140.020	11.159	0.640	1.737	99.736	2.085	54.525	是, 析晶
	3	2.216	7.360	139.524	11.078	0.639	1.700	99.029	2.088	52.738	是, 析晶
	5	2.215	7.368	139.536	11.046	0.643	1.695	99.132	2.064	52.048	是, 析晶
	7	2.247	7.390	139.563	11.025	0.633	1.666	98.647	2.028	55.377	是, 析晶
	10 (0.5mL)	2.227	7.389	139.619	11.052	0.628	1.679	98.617	2.005	58.977	否
	15 (0.75mL)	2.203	7.392	139.265	11.049	0.638	1.692	98.642	2.055	61.378	否
	20 (1.0mL)	2.219	7.374	139.145	11.136	0.630	1.669	98.604	2.084	68.651	否
	25 (1.25mL)	2.201	7.324	138.841	11.173	0.634	1.656	98.362	2.018	74.280	否
30 (1.55mL)	2.217	7.378	139.009	11.276	0.625	1.704	98.862	2.041	78.589	否	

表 33 低铁赤泥使用碘化铵脱模剂试验结果 (岛津)

熔剂种类	脱模剂加入量/滴	元素种类									熔体是否粘稠
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	I kcps	
熔剂 A (12:22)	0	3.405	14.552	146.779	16.907	1.961	0.199	140.207	0.155	/	是
	5	3.406	14.464	146.867	16.851	1.925	0.202	139.375	0.162	/	略粘
	10	3.386	14.475	146.593	16.889	1.903	0.203	140.086	0.165	/	否
	15	3.390	14.495	146.700	16.913	1.904	0.202	139.874	0.157	/	否
熔剂 B (67:33)	0	3.308	14.028	143.316	16.442	1.897	0.198	135.293	0.157	/	是
	5	3.277	14.074	143.934	16.458	1.889	0.195	134.941	0.156	/	略粘
	10	3.265	13.930	143.086	16.473	1.885	0.199	135.435	0.160	/	否
	15	3.276	13.949	142.196	16.644	1.854	0.193	135.500	0.160	/	否

表 34 低铁赤泥使用碘化铵脱模剂试验结果 (山西国电)

熔剂种类	脱模剂加入量/滴	元素种类									熔体是否粘稠
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	I kcps	
熔剂 B (67:33)	0	10.246	36.249	214.984	9.823	2.862	0.880	403.301	1.513	/	是, 析晶
	1	10.228	35.954	214.489	9.778	2.869	0.864	401.150	1.483	/	是
	3	10.204	36.060	215.295	9.813	2.867	0.884	401.954	1.496	/	是
	5	11.034	36.698	215.856	9.907	2.937	0.885	406.170	1.526	/	是
	7	10.671	36.546	214.770	9.853	2.940	0.907	405.230	1.506	/	是
	10 (0.5mL)	10.292	36.285	214.684	9.829	2.886	0.878	403.143	1.523	/	否
	15 (0.75mL)	10.260	36.253	213.434	9.836	2.861	0.872	402.822	1.511	/	否
	20 (1.0mL)	10.565	36.682	213.043	9.955	2.932	0.889	405.310	1.548	/	否
	25 (1.25mL)	10.442	36.612	213.215	9.968	2.895	0.883	405.076	1.517	/	否
	30 (1.55mL)	10.632	36.383	210.788	10.167	2.948	0.920	404.006	1.515	/	否

结论: 从表 29~表 31 数据可看出, 在未加溴化锂脱模剂之前, 样片析晶, 而且熔液粘稠不易脱模, 但是加入脱模剂之后, 熔液流动性好, 样片易脱模, 无析晶, 随着脱模剂加入量的增加, 全部元素的计数率虽有上升或下降的趋势, 但总体变化不大。由于 Br 的 L α 线与 Al 的 K α 线有重叠, 加入量过多, 会超出仪器的测试量程, 也会对 Al 的荧光计数率产生一定影响, 赤泥中氧化铝含量一般在 5%以上, 但从数据上看, 在饱和溴化锂溶液加入量为 1 滴, 对 Al 元素影响可以通过仪器程序校正消除。

从表 32~表 34 数据来看, 使用碘化铵溶液 (300g/L) 作为脱模剂时, 10 滴的加入量即可达到效果, 但是在使用过程中发现, 碘化铵固体和配制后的溶液都较容易变质, 随着时间颜色逐渐发黄, 因此不仅需要避光保存, 配制溶液也需尽快使用。另外碘化铵在高温条件下相对易分解, 最终确定高铁赤泥加入的脱模剂为 1 滴饱和溴化锂溶液或者 20 滴 (1mL) 碘化铵 (300g/L) 溶液。

4.3.5.2 高铁赤泥试验

用所提供的样品 c-g-1 进行试验, 考察样品在熔剂 A (12:22) 和熔剂 B (67:33) 混合熔剂中不同脱模剂加入量下的熔融情况。

试验方案: 称取 $6.0000\text{g} \pm 0.0001\text{g}$ 熔剂、 $0.5000\text{g} \pm 0.0001\text{g}$ 样品和 $1.0000\text{g} \pm 0.0001\text{g}$ Co 熔剂于铂-黄合金坩埚中, 搅拌均匀, 滴加不同量饱和溴化锂溶液或者碘化铵溶液 (300g/L), 在 1070°C 下预熔 5min, 摇摆时间为 8min, 熔液倒入模具中, 冷却成型后制备成待测玻璃样片。制备好的玻璃片于 X 射线荧光光谱仪中测量各元素的荧光计数率, 测量结果见表 35~表 40。

表 35 高铁赤泥使用溴化锂脱模剂试验结果 (中铝检测)

熔剂种类	脱模剂加入量/滴	元素种类										熔体是否粘稠
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps	Br kcps	
熔剂 A (12:22)	0	5.694	2.032	781.213	17.835	0.641	1.677	13.722	0.915	364.231	16.112	是, 析晶
	1	5.782	2.014	775.613	17.650	0.658	1.673	13.677	0.929	362.888	212.859	否
	2	5.762	2.016	773.024	17.484	0.656	1.689	13.433	0.987	360.388	382.192	否
	3	5.834	1.992	767.239	17.321	0.640	1.702	13.285	1.017	357.642	583.434	否
熔剂 B (67:33)	0	5.587	2.017	777.559	17.682	0.659	1.672	13.626	0.896	361.920	19.599	是, 析晶
	1	5.727	2.007	770.900	17.365	0.651	1.698	13.363	0.941	359.649	269.766	否
	2	5.792	1.999	765.010	17.302	0.658	1.698	13.163	0.972	357.050	475.585	否
	3	5.859	1.940	758.552	17.041	0.641	1.682	13.085	1.010	353.710	694.858	否

表 36 高铁赤泥使用溴化锂脱模剂试验结果 (岛津)

熔剂种类	脱模剂加入量/滴	元素种类										熔体是否粘稠
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps	Br kcps	
熔剂 A (12:22)	0	8.654	3.852	902.060	27.169	2.439	0.196	19.176	0.047	405.704	/	是, 析晶
	1	8.745	3.796	890.874	26.837	2.411	0.195	18.894	0.047	402.057	/	否
	2	9.014	3.818	890.034	26.702	2.354	0.197	18.845	0.047	400.304	/	否
	3	9.172	4.316	879.268	26.328	2.317	0.198	18.606	0.048	396.322	/	否
熔剂 B (67:33)	0	8.481	3.784	885.313	26.604	2.390	0.188	18.724	0.046	396.805	/	是, 析晶
	1	8.465	3.733	876.748	26.277	2.411	0.192	18.493	0.047	395.522	/	否
	2	8.713	3.706	869.047	26.000	2.357	0.193	18.325	0.049	391.237	/	否
	3	8.798	3.688	866.187	25.903	2.337	0.188	18.26	0.051	390.097	/	否

表 37 高铁赤泥使用溴化锂脱模剂试验结果 (山西国电)

熔剂种类	脱模剂加入量/滴	元素种类										熔体是否粘稠
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps	Br kcps	
熔剂 B	0	23.546	9.939	1174.910	15.693	3.621	0.874	49.193	0.488	646.797	/	是, 析晶
	1	21.637	9.582	1173.448	15.647	3.613	0.855	48.906	0.485	658.224	/	否

(67:33)	2	21.637	9.612	1166.987	15.542	3.559	0.873	48.751	0.500	649.082	/	否
	3	24.819	9.550	1165.545	15.533	3.571	0.891	48.775	0.504	658.224	/	否

表 38 高铁赤泥使用碘化铵脱模剂试验结果（中铝检测）

熔剂种类	脱模剂加入量/滴	元素种类										熔体是否粘稠
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps	I kcps	
熔剂 A (12:22)	0	5.686	1.992	780.531	17.717	0.646	1.705	13.734	0.915	364.190	45.920	是, 析晶
	1	5.680	1.985	780.351	17.812	0.661	1.698	13.661	0.910	363.680	45.994	是, 析晶
	3	5.628	2.003	782.664	17.795	0.670	1.725	13.709	0.912	365.411	47.163	是, 析晶
	5	5.555	2.028	778.799	17.684	0.664	1.685	13.674	0.916	363.883	45.638	是, 析晶
	7	5.706	2.074	781.983	17.911	0.664	1.718	13.743	0.912	365.207	47.116	是, 析晶
	10 (0.5mL)	5.670	2.000	780.827	17.854	0.665	1.728	13.720	0.891	363.926	49.289	否
	15 (0.75mL)	5.716	2.010	780.606	17.790	0.651	1.703	13.739	0.907	364.906	52.111	否
	20 (1.0mL)	5.582	2.002	775.628	17.762	0.643	1.691	13.682	0.909	363.000	52.866	否
	25 (1.25mL)	5.603	2.024	775.919	17.793	0.669	1.683	13.656	0.913	362.965	54.416	否
30 (1.5mL)	5.585	1.999	775.693	17.790	0.658	1.678	13.664	0.895	361.650	55.443	否	
熔剂 B (67:33)	0	5.601	1.988	774.706	17.486	0.652	1.693	13.438	0.903	362.186	45.719	是, 析晶
	1	5.544	1.944	772.616	17.657	0.663	1.653	13.552	0.881	361.469	44.502	是, 析晶
	3	5.559	1.995	774.479	17.634	0.657	1.646	13.499	0.883	362.369	45.295	是, 析晶
	5	5.554	1.946	774.063	17.629	0.664	1.655	13.418	0.907	362.089	46.497	是, 析晶
	7	5.654	1.983	775.911	17.696	0.655	1.664	13.597	0.897	363.779	47.798	是, 析晶
	10 (0.5mL)	5.571	1.985	774.001	17.688	0.660	1.707	13.547	0.898	360.911	49.439	否
	15 (0.75mL)	5.491	1.993	770.450	17.718	0.652	1.623	13.585	0.866	359.800	55.265	否
	20 (1.0mL)	5.591	1.9955	765.505	17.699	0.653	1.661	13.5880	0.891	358.768	61.040	否
	25 (1.25mL)	5.601	1.955	767.923	17.888	0.648	1.661	13.618	0.872	358.910	63.106	否
30 (1.55mL)	5.551	1.963	766.658	17.806	0.642	1.627	13.568	0.867	358.008	64.854	否	

表 39 高铁赤泥使用碘化铵脱模剂试验结果（岛津）

熔剂种类	脱模剂加入量/滴	元素种类										熔体是否粘稠
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps	I kcps	
熔剂 A (12:22)	0	8.657	3.858	902.438	27.164	2.428	0.195	19.187	0.048	405.712	/	是
	5	8.657	3.874	902.787	27.255	2.411	0.197	19.143	0.047	405.641	/	是
	10	8.681	3.841	900.475	27.146	2.402	0.194	19.082	0.047	405.351	/	略粘
	15	8.638	3.864	899.267	27.195	2.369	0.193	19.106	0.047	404.847	/	否
	20	8.644	3.864	900.385	27.276	2.411	0.205	19.189	0.049	405.312	/	否
熔剂 B (67:33)	0	8.446	3.773	884.408	26.488	2.401	0.200	18.632	0.045	395.716	/	是
	5	8.446	3.738	880.543	26.414	2.368	0.187	18.549	0.048	396.966	/	是
	10	8.401	3.740	879.928	26.478	2.374	0.190	18.586	0.047	396.425	/	略粘
	15	8.396	3.740	876.309	26.618	2.352	0.192	18.646	0.047	394.826	/	否
	20	8.377	3.743	874.535	26.629	2.264	0.188	18.623	0.046	393.526	/	否

表 40 高铁赤泥使用碘化铵脱模剂试验结果（山西国电）

熔剂种类	脱模剂加入量/滴	元素种类										熔体是否粘稠
		Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps	I kcps	
熔剂 B (67:33)	0	23.686	9.686	1180.701	15.836	3.668	1.436	49.641	0.520	657.744	/	是, 析晶
	1	23.686	9.879	1179.899	15.895	3.701	1.438	49.822	0.526	653.112	/	是, 析晶
	3	25.660	9.824	1179.410	15.845	3.660	1.419	49.843	0.519	667.008	/	是, 析晶
	5	23.686	9.874	1179.788	15.800	3.668	1.409	49.681	0.513	657.744	/	是, 析晶
	7	24.344	9.725	1181.260	15.824	3.691	1.423	49.794	0.521	662.376	/	是, 析晶
	10 (0.5mL)	23.028	9.539	1174.638	15.733	3.626	1.396	49.467	0.513	646.164	/	否
	15 (0.75mL)	25.002	9.677	1177.253	15.830	3.620	1.411	49.857	0.523	664.692	/	否
	20 (1.0mL)	23.028	9.762	1173.614	15.851	3.601	1.408	49.735	0.521	641.532	/	否
	25 (1.25mL)	25.002	9.863	1173.977	15.920	3.671	1.425	49.856	0.519	639.216	/	否
30 (1.55mL)	22.370	9.638	1173.569	15.851	3.630	1.419	49.514	0.520	655.428	/	否	

结论：从表 35~表 37 数据可看出，在未加溴化锂脱模剂之前，样片析晶，而且熔液

粘稠不易脱模，但是加入脱模剂之后，熔液流动性好，样片易脱模，无析晶，随着脱模剂加入量的增加，全部元素的计数率虽有上升或下降的趋势，但总体变化不大。由于 Br 的 $L\alpha$ 线与 Al 的 $K\alpha$ 线有重叠，加入量过多，会超出仪器的测试量程，也会对 Al 的荧光计数率产生一定影响，赤泥中氧化铝含量一般在 5% 以上，但从数据上看，在饱和溴化锂溶液加入量为 1 滴，对 Al 元素影响可以通过仪器程序校正消除。

从表 38~表 40 数据来看，使用碘化铵溶液（300g/L）作为脱模剂时，中铝检测和山西国电实验时 10 滴的加入量即可达到效果，而岛津的实验时需要加入 15 滴才能达到效果，在使用过程中发现，碘化铵固体和配制后的溶液都较容易变质，随着时间颜色逐渐发黄，因此不仅需要避光保存，配制溶液也需尽快使用。另外碘化铵在高温条件下相对易分解，**最终确定低铁赤泥加入的脱模剂为 1 滴饱和溴化锂溶液或者 20 滴（1mL）碘化铵（300g/L）溶液。**

4.3.6 预氧化条件试验

如果样品中含有单质硫、单质碳或者一些还原性物质时，当进行高温熔融时，会腐蚀铂金坩埚，使铂金坩埚光滑的表面变得粗糙，甚至熔穿，因此会在熔融步骤之前进行样品低温预氧化以降低风险。常用的氧化剂有硝酸铵等，但是硝酸铵属于管制试剂，市场上难以购买。赤泥由于是生产氧化铝的过程产物，经过高温处理和流程反应，样品本身中还原性物质含量相对较少。

试验选取了三个进入流程之前不同硫含量的高硫铝土矿样品 G1# ($S \geq 8\%$)，G2# ($S \leq 0.5\%$)，G3# ($S \geq 40\%$) 作为试验对象，来考察了不同预氧化条件下进行对样品的影响。

试验方案 1: 分别称取 0.5g 左右样品放入两组干净的瓷坩埚内，其中一组加入 2mL 硝酸铵溶液（500g/L）并在 700℃ 下灼烧 5min，另外一组直接在 700℃ 下灼烧 5min，观察颜色的变化，结果见表 41 和图 1。

表 41 预氧化试验结果（中铝检测）

	G1# ($S \geq 8\%$)	G2# ($S \leq 0.5\%$)	G3# ($S \geq 40\%$)
原样	深褐色	浅褐色	黑褐色
加入硝酸铵，并在 700℃ 灼烧 5min	红色	浅红色	深红色
在 700℃ 灼烧 5min	红色	浅红色	表面样品深红色，底部样品黑色

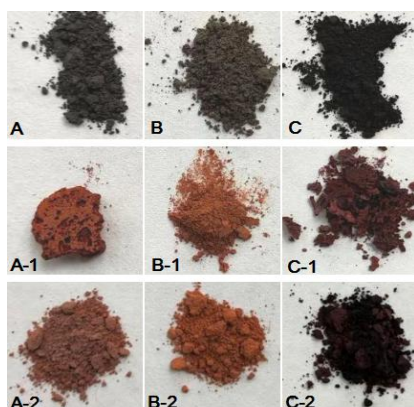


图1 高硫铝土矿灼烧前后对比图

A: G1# ($S \geq 8\%$) 原始样品; B: G2# ($S \leq 0.5\%$) 原始样品; C: G3# ($S \geq 40\%$) 原始样品; A-1: G1#加入硝酸铵在 700℃灼烧后样品; B-1: G1#加入硝酸铵在 700℃灼烧后样品; C-1: G1#加入硝酸铵在 700℃灼烧后样品; A-2: G1#在 700℃灼烧后样品; B-2: G1#在 700℃灼烧后样品; C-2: G1#在 700℃灼烧后样品

试验选取低铁赤泥 c-d-2 和高铁赤泥 c-g-1 作为试验对象, 考察在 700℃下预氧化后对结果的影响。

试验方案 2 称取两组 $7.0000g \pm 0.0001g$ 熔剂 A (12:22) 和 $0.5000g \pm 0.0001g$ 样品 c-d-2 于铂-黄合金坩埚中, 两组 $6.0000g \pm 0.0001g$ 熔剂 A (12:22)、 $0.5000g \pm 0.0001g$ 样品和 $1.0000g \pm 0.0001g$ Co 熔剂于铂-黄合金坩埚中, 搅拌均匀, 将一组放入 700℃下灼烧 5min, 取出, 冷至室温后, 在两组坩埚中各滴加一滴饱和溴化锂溶液, 在 1070℃下预熔 5min, 摇摆时间为 8min, 熔液倒入模具中, 冷却成型后制备成待测玻璃样片。制备好的玻璃片于 X 射线荧光光谱仪中测量各元素的荧光计数率, 测量结果见表 42 和表 43。

表 42 低铁赤泥和高铁赤泥预氧化前后对比 (中铝检测)

		熔剂种类	Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
c-d-2	原样	熔剂 A (12:22)	2.453	7.595	139.751	11.108	0.651	1.813	98.781	2.178	/
	700℃下预氧化 5min		2.409	7.548	139.332	11.014	0.690	1.907	98.619	2.171	/
c-g-1	原样	熔剂 A (12:22)	5.880	2.001	777.815	17.569	0.675	1.708	13.515	0.961	362.993
	700℃下预氧化 5min		5.874	2.062	778.145	17.707	0.655	1.681	13.646	1.008	362.802

表 43 低铁赤泥和高铁赤泥预氧化前后对比 (山西国电)

		熔剂种类	Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
c-d-2	原样	熔剂 B (67:33)	10.608	36.503	213.983	9.821	2.889	0.891	404.017	1.540	/
	700℃下预氧化 5min		10.678	36.479	212.586	9.817	2.891	0.888	402.889	1.550	/
c-g-1	原样	熔剂 B (67:33)	24.898	9.321	1177.902	15.804	3.450	0.923	49.506	0.507	662.980
	700℃下预氧化 5min		24.578	9.128	1177.732	15.796	3.544	0.933	49.471	0.514	663.973

结论: 从表 41 和图 1 可以看出, 两种试验条件都可以将高硫物质氧化成可以熔融的样品, 所不同的是加入硝酸铵再进行 700℃灼烧, 氧化能力更强一些, 对硫含量大于 40%的样品效果更好, 但是当硫含量在 8%以下时, 仅使用 700℃灼烧 5min 即可达到预氧化效果。由

于从表 42 和表 43 的结果也可得知, 预氧化前后, 对各元素的计数率基本无影响, 可以使用同一条工作曲线进行分析。考虑到赤泥本身还原性物质含量相对较低, **最终确定预氧化条件为在 700℃下灼烧 5min。**

4.3.7 重复测量对结果的影响

日常工作中, 在使用 X 射线荧光光谱法对赤泥进行分析时, 根据分析需求通常要制作多条工作曲线, 因此对同一个片要进行多次测量, 需要考察一下多次测量对同一样片中各个元素的影响。

试验方案: 将任一熔融后的玻璃片连续重复测量 11 次, 测量各元素的荧光计数率, 测量结果见表 44~表 53。

表 44 低铁赤泥使用熔剂 A (12:22) 重复测量对结果的影响 (中铝检测)

序号	Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps
1	2.360	7.588	139.546	11.089	0.656	1.818	99.095	2.133
2	2.372	7.574	139.541	11.099	0.654	1.801	98.836	2.118
3	2.354	7.568	139.585	11.106	0.659	1.813	99.086	2.144
4	2.368	7.563	139.507	11.076	0.653	1.803	99.005	2.136
5	2.370	7.569	139.815	11.157	0.660	1.790	99.073	2.151
6	2.366	7.577	139.720	11.062	0.654	1.783	99.020	2.147
7	2.364	7.618	139.730	11.114	0.653	1.803	99.067	2.151
8	2.376	7.585	139.710	11.092	0.647	1.805	98.981	2.134
9	2.367	7.604	139.647	11.077	0.647	1.812	98.958	2.132
10	2.379	7.589	139.652	11.049	0.653	1.810	99.031	2.145
11	2.351	7.587	139.492	11.062	0.652	1.807	99.075	2.145
平均值	2.366	7.584	139.631	11.089	0.653	1.804	99.021	2.140
标准偏差	0.007	0.012	0.088	0.022	0.003	0.007	0.055	0.008

表 45 低铁赤泥使用熔剂 B (67:33) 重复测量对结果的影响 (中铝检测)

序号	Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps
1	2.406	7.486	139.027	10.806	0.657	1.803	97.588	2.146
2	2.396	7.488	138.945	10.785	0.650	1.807	97.744	2.144
3	2.402	7.487	138.922	10.816	0.648	1.824	97.624	2.146
4	2.394	7.452	139.239	10.792	0.643	1.801	97.784	2.136
5	2.396	7.483	139.141	10.804	0.647	1.802	97.650	2.146
6	2.387	7.460	138.965	10.835	0.656	1.804	97.710	2.141
7	2.408	7.469	139.043	10.788	0.647	1.813	97.734	2.138
8	2.389	7.496	139.174	10.794	0.639	1.814	97.662	2.151
9	2.374	7.502	139.047	10.776	0.645	1.821	97.684	2.141
10	2.402	7.447	139.066	10.794	0.659	1.805	97.610	2.144
11	2.408	7.503	139.098	10.805	0.644	1.808	97.637	2.125
平均值	2.396	7.479	139.061	10.799	0.649	1.809	97.675	2.141
标准偏差	0.008	0.016	0.075	0.012	0.005	0.006	0.051	0.005

表 46 低铁赤泥使用熔剂 A (12:22) 重复测量对结果的影响 (岛津)

序号	Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps
1	3.584	14.308	145.296	16.648	1.921	0.203	137.475	0.159
2	3.584	14.290	145.048	16.623	1.930	0.203	137.374	0.160
3	3.594	14.312	145.127	16.624	1.929	0.203	137.398	0.159
4	3.574	14.297	145.186	16.674	1.922	0.204	137.302	0.157
5	3.595	14.298	145.108	16.654	1.922	0.201	137.371	0.157
6	3.578	14.295	145.248	16.634	1.923	0.204	137.278	0.160
7	3.590	14.330	145.169	16.631	1.919	0.204	137.295	0.161
8	3.592	14.316	145.137	16.640	1.921	0.200	137.457	0.161
9	3.606	14.288	145.222	16.644	1.918	0.203	137.374	0.161
10	3.580	14.286	145.257	16.609	1.916	0.204	137.316	0.162
平均值	3.588	14.302	145.180	16.638	1.922	0.203	137.364	0.160
标准偏差	0.010	0.014	0.077	0.018	0.004	0.002	0.067	0.002

表 47 低铁赤泥使用熔剂 B (67:33) 重复测量对结果的影响 (岛津)

序号	Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps
1	3.551	13.752	141.449	16.185	1.886	0.196	132.426	0.154
2	3.538	13.722	141.516	16.173	1.893	0.195	132.430	0.156
3	3.544	13.763	141.542	16.173	1.872	0.197	132.391	0.154
4	3.537	13.711	141.424	16.203	1.880	0.199	132.453	0.155
5	3.553	13.745	141.612	16.164	1.869	0.198	132.482	0.155
6	3.541	13.764	141.456	16.179	1.876	0.197	132.303	0.151
7	3.547	13.726	141.495	16.188	1.870	0.196	132.440	0.157
8	3.549	13.762	141.434	16.184	1.880	0.194	132.348	0.155
9	3.550	13.733	141.496	16.220	1.867	0.195	132.489	0.157
10	3.546	13.750	141.507	16.208	1.877	0.199	132.410	0.155
平均值	3.546	13.743	141.493	16.188	1.877	0.197	132.417	0.155
标准偏差	0.005	0.019	0.057	0.017	0.008	0.002	0.058	0.002

表 48 低铁赤泥使用熔剂 B (67:33) 重复测量对结果的影响 (山西国电)

序号	Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps
1	10.567	36.316	213.369	9.810	2.858	0.871	404.419	1.543
2	10.557	36.376	213.507	9.810	2.858	0.873	404.502	1.546
3	10.566	36.339	213.478	9.808	2.873	0.875	404.413	1.543
4	10.565	36.428	213.595	9.798	2.848	0.881	404.413	1.532
5	10.609	36.348	213.483	9.830	2.876	0.882	404.415	1.545
6	10.577	36.368	213.593	9.821	2.844	0.887	404.411	1.555
7	10.586	36.373	213.661	9.824	2.870	0.880	404.428	1.549
8	10.607	36.395	213.604	9.805	2.872	0.883	404.456	1.540
9	10.575	36.308	213.386	9.826	2.874	0.880	404.411	1.536
10	10.594	36.360	213.549	9.832	2.881	0.889	404.425	1.530
11	10.574	36.390	213.554	9.789	2.851	0.874	404.414	1.535
平均值	10.580	36.364	213.525	9.814	2.864	0.880	404.428	1.541
标准偏差	0.017	0.035	0.091	0.014	0.013	0.006	0.028	0.008

表 49 高铁赤泥使用熔剂 A (12:22) 重复测量对结果的影响 (中铝检测)

序号	Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
1	5.767	2.014	776.848	17.570	0.651	1.695	13.511	0.951	361.575
2	5.779	2.003	776.050	17.491	0.651	1.704	13.523	0.941	361.203
3	5.756	2.015	775.866	17.495	0.650	1.699	13.563	0.940	361.492
4	5.814	2.006	775.425	17.564	0.660	1.678	13.454	0.957	361.145
5	5.727	2.019	776.430	17.528	0.670	1.669	13.441	0.937	361.942
6	5.787	2.019	775.892	17.548	0.660	1.685	13.509	0.951	361.244
7	5.754	2.034	776.406	17.487	0.664	1.686	13.436	0.927	361.448
8	5.793	2.001	775.747	17.594	0.657	1.677	13.406	0.967	361.854
9	5.753	2.012	775.873	17.554	0.652	1.687	13.477	0.942	361.091
10	5.784	1.976	775.476	17.571	0.667	1.672	13.418	0.955	361.479
11	5.799	2.002	775.781	17.482	0.643	1.670	13.405	0.939	361.414
平均值	5.774	2.009	775.981	17.535	0.657	1.684	13.467	0.946	361.444
标准偏差	0.020	0.011	0.329	0.035	0.007	0.010	0.045	0.009	0.205

表 50 高铁赤泥使用熔剂 B (67:33) 重复测量对结果的影响 (中铝检测)

序号	Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
1	5.739	2.012	770.805	17.496	0.653	1.704	13.399	0.918	359.353
2	5.728	1.999	771.542	17.517	0.657	1.719	13.438	0.942	359.146
3	5.716	2.023	771.017	17.460	0.647	1.727	13.421	0.949	359.281
4	5.723	2.026	771.544	17.491	0.663	1.704	13.380	0.948	359.271
5	5.761	2.020	771.364	17.465	0.658	1.729	13.346	0.950	359.179
6	5.720	1.983	771.521	17.506	0.651	1.731	13.407	0.944	359.296
7	5.708	2.002	771.113	17.481	0.654	1.713	13.417	0.939	359.482
8	5.723	1.981	771.234	17.439	0.671	1.721	13.362	0.962	359.396
9	5.727	2.027	771.455	17.518	0.673	1.700	13.381	0.956	359.459
10	5.779	2.010	771.847	17.501	0.663	1.733	13.425	0.963	358.892
11	5.767	2.026	771.575	17.462	0.659	1.703	13.296	0.964	359.294
平均值	5.735	2.010	771.365	17.485	0.659	1.717	13.388	0.949	359.277
标准偏差	0.019	0.014	0.235	0.022	0.006	0.011	0.032	0.009	0.113

表 51 高铁赤泥使用熔剂 A (12:22) 重复测量对结果的影响 (岛津)

序号	Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
1	8.935	3.780	882.261	26.394	2.356	0.199	18.576	0.049	397.660
2	8.921	3.775	881.814	26.361	2.356	0.194	18.582	0.052	397.640
3	8.947	3.770	881.842	26.376	2.369	0.194	18.572	0.052	397.651
4	8.932	3.779	882.252	26.364	2.376	0.194	18.611	0.051	397.630
5	8.962	3.776	882.196	26.363	2.353	0.195	18.611	0.048	397.814
6	8.942	3.781	882.262	26.360	2.362	0.198	18.625	0.050	397.915
7	8.952	3.787	882.053	26.404	2.354	0.197	18.625	0.053	397.774
8	8.935	3.791	882.078	26.438	2.353	0.196	18.616	0.052	397.726
9	8.935	3.800	881.965	26.397	2.364	0.197	18.601	0.048	397.856
10	8.952	3.804	882.000	26.393	2.356	0.197	18.603	0.050	397.710

平均值	8.941	3.784	882.072	26.385	2.360	0.196	18.602	0.050	397.738
标准偏差	0.012	0.011	0.169	0.025	0.008	0.002	0.019	0.002	0.099

表 52 高铁赤泥使用熔剂 B (67:33) 重复测量对结果的影响 (岛津)

序号	Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
1	8.469	3.750	875.513	26.226	2.374	0.188	18.449	0.048	394.643
2	8.484	3.748	875.766	26.185	2.371	0.189	18.436	0.048	394.892
3	8.514	3.727	875.624	26.188	2.366	0.192	18.406	0.047	394.659
4	8.459	3.734	875.921	26.224	2.368	0.191	18.446	0.048	394.957
5	8.522	3.755	875.593	26.174	2.360	0.188	18.394	0.047	394.717
6	8.498	3.717	875.616	26.159	2.355	0.188	18.432	0.048	394.714
7	8.473	3.734	875.430	26.217	2.372	0.190	18.452	0.049	394.769
8	8.505	3.738	875.742	26.221	2.366	0.188	18.435	0.049	394.685
9	8.479	3.723	875.865	26.203	2.381	0.191	18.402	0.050	394.825
10	8.494	3.733	875.907	26.209	2.358	0.191	18.433	0.047	394.757
平均值	8.490	3.736	875.698	26.201	2.367	0.190	18.429	0.048	394.762
标准偏差	0.020	0.012	0.169	0.023	0.008	0.002	0.021	0.001	0.102

表 53 高铁赤泥使用熔剂 B (67:33) 重复测量对结果的影响 (山西国电)

序号	Al kcps	Si kcps	Fe kcps	Ti kcps	K kcps	Na kcps	Ca kcps	Mg kcps	Co kcps
1	24.945	9.247	1171.678	15.719	3.602	0.979	49.391	0.524	660.564
2	24.953	9.219	1171.872	15.696	3.583	0.972	49.352	0.519	661.009
3	24.923	9.231	1172.545	15.693	3.587	0.978	49.398	0.524	661.142
4	24.885	9.236	1172.823	15.699	3.623	0.998	49.319	0.525	661.827
5	24.656	9.247	1171.956	15.733	3.677	0.975	49.343	0.526	660.793
6	24.778	9.235	1172.778	15.666	3.592	0.965	49.469	0.514	661.549
7	24.786	9.235	1171.823	15.691	3.602	0.988	49.438	0.529	661.760
8	24.823	9.247	1171.332	15.713	3.701	0.978	49.387	0.518	660.482
9	24.902	9.238	1172.171	15.753	3.778	0.968	49.419	0.519	661.516
10	24.858	9.253	1171.756	15.745	3.692	0.958	49.362	0.527	660.549
11	24.878	9.252	1172.336	15.739	3.712	0.995	49.387	0.526	660.071
平均值	24.853	9.240	1172.097	15.713	3.650	0.978	49.388	0.523	661.024
标准偏差	0.088	0.010	0.447	0.027	0.065	0.012	0.043	0.005	0.584

结论：从测量结果来看，各元素的荧光计数率为在误差范围内的波动，没有呈现出规律性变化，因此重复测量对玻璃片影响较小。

4.4 样品分析

4.4.1 标准样品

GCN-1~GCN-8 八个赤泥标样，GLK-1、GLK-3、GLK-6 和 GLK-7 四个铝土矿标样、高纯物质 (SiO₂、Fe₂O₃、TiO₂、KCl、Na₂CO₃、CaCO₃和 MgO)。

4.4.2 玻璃片制备方法

根据标准文本熔好合适的玻璃片。

4.4.3 工作曲线的建立

将标准样品按 4.4.2 所述方法制备成玻璃片，根据 X 射线荧光光谱仪配置，选择合适的测量条件，建立工作曲线，其中高铁赤泥选择 Co 内标法，允许使用校准方程进行元素间的吸收增强效应校正（因熔融法可以较好的消除基体效应和粒度效应）。

4.4.4 方法准确性验证

以标准样品 GCN-3、GCN-6 和铁矿标准样品 (GSBD31005a) 作为未知样品验证方法的准确度情况，按 4.4.2 所述方法制备成玻璃片，使用 4.4.3 建立的工作曲线测量玻璃片，测量结果与标准值的结果对比见表 54~表 56。

表 54 准确度结果（中铝检测）

		Al ₂ O ₃ %	SiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %	TiO ₂ %	K ₂ O %	Na ₂ O %	CaO %	MgO %
GCN-3	认定值	23.18	10.41	24.36	5.41	0.12	4.60	15.05	0.46
	测量值	23.16	10.23	24.35	5.35	0.12	4.58	14.99	0.43
	差值	0.02	0.18	0.01	0.06	0.00	0.02	0.06	0.03
GCN-6	认定值	14.12	17.12	23.81	3.19	0.30	3.92	17.25	0.81
	测量值	13.94	17.02	23.63	3.13	0.31	3.81	17.09	0.78
	差值	0.18	0.10	0.18	0.06	-0.01	0.11	0.16	0.03
GSBD031005a	认定值	3.29	16.54	54.03	0.17	0.72	0.54	7.63	3.62
	测量值	3.32	16.40	53.95	0.17	0.74	0.53	7.69	3.71
	差值	-0.03	0.14	0.08	0.00	-0.02	0.01	-0.06	-0.09

表 55 准确度结果（岛津）

		Al ₂ O ₃ %	SiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %	TiO ₂ %	K ₂ O %	Na ₂ O %	CaO %	MgO %
GCN-3	认定值	23.18	10.41	24.36	5.41	0.12	4.60	15.05	0.46
	测量值	23.12	10.37	24.32	5.39	0.12	4.67	15.07	0.43
	差值	0.06	0.04	0.05	0.02	0.00	-0.07	-0.02	0.03
GCN-6	认定值	14.12	17.12	23.81	3.19	0.30	3.92	17.25	0.81
	测量值	14.09	17.21	23.93	3.19	0.31	3.86	17.01	0.81
	差值	0.03	-0.09	-0.12	0.00	-0.01	0.06	0.24	0.00
GSBD031005a	认定值	3.29	16.54	54.03	0.17	0.72	0.54	7.63	3.62
	测量值	3.23	16.35	54.23	0.19	0.74	0.65	7.64	3.59
	差值	0.06	0.19	-0.20	-0.02	-0.02	-0.11	-0.01	0.03

表 56 准确度结果（山西国电）

		Al ₂ O ₃ %	SiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %	TiO ₂ %	K ₂ O %	Na ₂ O %	CaO %	MgO %
GCN-3	认定值	23.18	10.41	24.36	5.41	0.12	4.60	15.05	0.46
	测量值	23.11	10.23	24.45	5.49	0.15	4.59	15.31	0.45
	差值	0.07	0.18	-0.09	-0.08	-0.03	0.01	-0.26	0.01
GCN-6	认定值	14.12	17.12	23.81	3.19	0.30	3.92	17.25	0.81
	测量值	13.99	17.21	23.92	3.29	0.30	3.93	17.12	0.82
	差值	0.13	-0.09	-0.11	-0.10	0.00	-0.01	0.13	-0.01
GSBD031005a	认定值	3.29	16.54	54.03	0.17	0.72	0.54	7.63	3.62
	测量值	3.22	16.41	53.98	0.15	0.68	0.52	7.55	3.57

	差值	0.07	0.13	0.05	0.02	0.04	0.02	0.08	0.05
--	----	------	------	------	------	------	------	------	------

从标准值与测量值的差值来看，测量值与标准值吻合度较高，说明方法准确性良好，可以进行样品测量。

4.4.6 方法精密度验证

将 5 个验证赤泥样品 CN-1#、CN-2#、CN-3#、CN-4#和 CN-5，按 4.4.2 所述方法每个样品制备成 11 个玻璃片，使用 4.4.3 建立的工作曲线进行测量，测量结果见表 57~表 84。

表 57 CN-1# 的方法精密度测量结果（中铝检测）

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	26.81	21.21	6.99	3.51	1.07	11.78	12.62	0.54
2	26.96	21.08	7.02	3.50	1.06	11.75	12.64	0.53
3	26.92	21.13	6.93	3.48	1.05	11.72	12.53	0.53
4	26.90	21.03	6.92	3.47	1.06	11.67	12.53	0.54
5	26.95	21.09	7.00	3.48	1.06	11.79	12.61	0.54
6	27.00	21.18	6.99	3.51	1.08	11.74	12.67	0.54
7	27.02	21.16	6.98	3.51	1.06	11.79	12.65	0.53
8	26.82	21.12	6.95	3.48	1.07	11.65	12.59	0.54
9	26.79	21.04	6.94	3.47	1.06	11.64	12.57	0.53
10	26.75	21.04	6.93	3.47	1.07	11.68	12.54	0.53
11	26.82	20.88	6.93	3.47	1.05	11.65	12.55	0.54
平均值	26.89	21.09	6.96	3.49	1.06	11.71	12.59	0.54
极差	0.27	0.33	0.10	0.04	0.03	0.15	0.14	0.01
标准偏差 σ	0.092	0.091	0.035	0.017	0.009	0.059	0.050	0.005
2√2 倍 σ	0.259	0.257	0.099	0.049	0.026	0.167	0.143	0.015

表 58 CN-1# 的方法精密度测量结果（岛津）

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	26.67	20.99	6.96	3.46	1.09	11.55	12.72	0.64
2	26.53	20.91	7.01	3.46	1.09	11.54	12.73	0.64
3	26.73	20.92	6.94	3.45	1.08	11.62	12.68	0.62
4	26.54	20.93	6.95	3.44	1.08	11.71	12.68	0.64
5	26.62	20.99	7.01	3.46	1.09	11.48	12.74	0.65
6	26.63	20.89	6.96	3.46	1.09	11.53	12.74	0.63
7	26.65	20.96	6.97	3.46	1.09	11.60	12.76	0.60
8	26.48	20.99	6.98	3.46	1.09	11.57	12.77	0.65
9	26.68	20.96	6.96	3.46	1.09	11.46	12.75	0.64
10	26.52	21.04	6.96	3.46	1.09	11.68	12.76	0.63
11	26.62	21.01	6.99	3.46	1.09	11.53	12.76	0.66
平均值	26.61	20.96	6.97	3.46	1.09	11.57	12.74	0.64
极差	0.25	0.15	0.07	0.02	0.01	0.25	0.09	0.06
标准偏差 σ	0.078	0.046	0.023	0.006	0.004	0.077	0.031	0.016
2√2 倍 σ	0.221	0.131	0.066	0.018	0.011	0.219	0.088	0.046

表 59 CN-1# 的方法精密度测量结果（山西国电）

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	26.56	20.79	7.10	3.52	1.04	11.66	12.54	0.65
2	26.58	20.82	7.09	3.52	1.03	11.67	12.53	0.66
3	26.58	20.81	7.09	3.52	1.05	11.92	12.59	0.64
4	26.53	20.76	7.08	3.52	1.05	11.92	12.58	0.66
5	26.69	20.72	7.02	3.48	1.02	11.57	12.47	0.68
6	26.62	20.82	7.13	3.54	1.04	11.64	12.58	0.64
7	26.71	20.77	7.00	3.48	1.02	11.66	12.43	0.68
8	26.58	20.81	7.16	3.55	1.04	11.72	12.61	0.65
9	26.52	20.88	7.11	3.53	1.04	11.74	12.62	0.65
10	26.53	20.80	7.08	3.52	1.04	11.77	12.58	0.65
11	26.54	20.76	7.09	3.52	1.04	11.65	12.52	0.67
平均值	26.59	20.79	7.09	3.52	1.04	11.72	12.55	0.66
极差	0.19	0.16	0.16	0.07	0.03	0.35	0.19	0.04
标准偏差σ	0.064	0.042	0.045	0.021	0.010	0.112	0.059	0.014
2√2 倍σ	0.181	0.119	0.127	0.060	0.029	0.318	0.167	0.040

表 60 CN-1# 的方法精密度测量结果 (陕西榆林)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	26.64	20.87	7.04	3.40	1.03	11.87	12.60	0.68
2	26.67	20.88	7.07	3.42	1.04	11.83	12.54	0.69
3	26.74	20.98	7.11	3.41	1.03	11.89	12.62	0.69
4	26.71	20.84	7.06	3.36	1.03	11.93	12.58	0.70
5	26.78	21.00	7.10	3.40	1.05	12.01	12.64	0.66
6	26.68	20.95	7.12	3.42	1.05	12.01	12.56	0.65
7	26.66	21.03	7.10	3.45	1.05	12.01	12.70	0.65
8	26.70	20.92	7.13	3.44	1.04	12.02	12.65	0.66
9	26.67	20.97	7.08	3.42	1.04	11.98	12.55	0.69
10	26.68	21.03	7.07	3.39	1.04	11.96	12.55	0.68
11	26.82	20.96	7.03	3.46	1.03	11.85	12.59	0.69
平均值	26.70	20.95	7.08	3.42	1.04	11.94	12.60	0.68
极差	0.18	0.19	0.10	0.10	0.02	0.19	0.16	0.05
标准偏差σ	0.055	0.064	0.032	0.028	0.008	0.071	0.050	0.018
2√2 倍σ	0.155	0.181	0.091	0.080	0.024	0.202	0.142	0.051

表 61 CN-1# 的方法精密度测量结果 (山西新材料)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	26.65	20.95	7.01	3.49	1.07	11.61	12.67	0.58
2	26.79	21.17	6.95	3.5	1.05	11.74	12.62	0.59
3	26.75	20.87	6.92	3.47	1.04	11.68	12.54	0.62
4	26.84	20.96	6.92	3.52	1.06	11.70	12.58	0.59
5	26.69	21.00	6.91	3.42	1.05	11.76	12.60	0.63
6	26.77	21.03	7.01	3.56	1.08	11.64	12.57	0.65
7	26.73	20.89	6.88	3.54	1.07	11.72	12.52	0.57
8	26.74	20.85	7.08	3.48	1.05	11.72	12.69	0.56

9	26.79	20.93	7.06	3.45	1.05	11.65	12.64	0.62
10	26.81	20.91	6.96	3.52	1.06	11.74	12.58	0.61
11	26.67	20.86	7.04	3.46	1.04	11.72	12.56	0.59
平均值	26.75	20.95	6.98	3.49	1.06	11.70	12.60	0.60
极差	0.19	0.32	0.20	0.14	0.04	0.15	0.17	0.09
标准偏差σ	0.060	0.093	0.067	0.041	0.013	0.048	0.053	0.027
2$\sqrt{2}$ 倍σ	0.169	0.264	0.190	0.117	0.036	0.134	0.150	0.077

表 62 CN-1# 的方法精密度测量结果 (中铝中州)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	26.72	20.95	7.10	3.51	1.10	11.54	12.42	0.57
2	26.49	20.98	7.12	3.52	1.08	11.68	12.54	0.55
3	26.62	20.93	6.93	3.50	1.09	11.72	12.63	0.56
4	26.70	21.03	7.08	3.50	1.08	11.58	12.53	0.55
5	26.80	20.95	7.12	3.49	1.08	11.79	12.47	0.56
6	26.60	21.18	7.09	3.53	1.09	11.74	12.52	0.55
7	26.60	21.16	7.08	3.42	1.08	11.65	12.55	0.57
8	26.50	21.12	7.15	3.48	1.09	11.67	12.59	0.54
9	26.59	21.14	7.04	3.49	1.08	11.69	12.60	0.56
10	26.55	21.04	7.03	3.47	1.08	11.68	12.51	0.55
11	26.62	21.04	6.91	3.53	1.10	11.72	12.59	0.55
平均值	26.62	21.05	7.06	3.49	1.09	11.68	12.54	0.56
极差	0.31	0.25	0.24	0.11	0.02	0.25	0.21	0.03
标准偏差σ	0.093	0.090	0.077	0.031	0.008	0.070	0.061	0.009
2$\sqrt{2}$ 倍σ	0.263	0.256	0.218	0.089	0.023	0.199	0.173	0.026

表 63 CN-2# 的方法精密度测量结果 (中铝检测)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	15.85	16.53	17.48	3.75	0.76	3.57	22.55	1.37
2	15.93	16.73	17.43	3.76	0.76	3.59	22.50	1.37
3	15.88	16.58	17.37	3.75	0.76	3.55	22.44	1.36
4	15.96	16.65	17.45	3.75	0.76	3.58	22.51	1.38
5	15.93	16.69	17.42	3.74	0.76	3.52	22.53	1.37
6	15.95	16.71	17.45	3.75	0.76	3.58	22.44	1.36
7	15.99	16.59	17.49	3.75	0.76	3.53	22.38	1.35
8	15.92	16.66	17.38	3.72	0.75	3.55	22.35	1.36
9	15.73	16.62	17.40	3.76	0.76	3.56	22.54	1.35
10	15.92	16.58	17.41	3.73	0.75	3.55	22.56	1.35
11	15.87	16.67	17.40	3.74	0.75	3.56	22.39	1.37
平均值	15.90	16.64	17.43	3.75	0.76	3.56	22.47	1.36
极差	0.26	0.20	0.12	0.04	0.01	0.07	0.21	0.03
标准偏差σ	0.070	0.062	0.039	0.012	0.005	0.021	0.075	0.010
2$\sqrt{2}$ 倍σ	0.199	0.177	0.110	0.034	0.013	0.060	0.212	0.029

表 64 CN-2# 的方法精密度测量结果 (岛津)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	15.91	16.59	17.50	3.77	0.76	3.51	22.57	1.41
2	15.84	16.62	17.46	3.78	0.76	3.57	22.70	1.44
3	16.00	16.58	17.44	3.78	0.76	3.53	22.50	1.37
4	16.03	16.56	17.56	3.78	0.75	3.54	22.53	1.40
5	16.00	16.60	17.48	3.78	0.75	3.62	22.50	1.43
6	16.05	16.55	17.39	3.75	0.75	3.55	22.48	1.39
7	16.03	16.65	17.50	3.79	0.76	3.55	22.58	1.44
8	16.02	16.49	17.41	3.77	0.75	3.60	22.41	1.40
9	16.07	16.61	17.50	3.78	0.75	3.57	22.54	1.43
10	15.91	16.60	17.56	3.78	0.76	3.59	22.55	1.44
11	16.02	16.64	17.50	3.79	0.75	3.54	22.55	1.37
平均值	15.99	16.59	17.48	3.78	0.75	3.56	22.54	1.41
极差	0.23	0.16	0.17	0.04	0.01	0.11	0.29	0.07
标准偏差σ	0.071	0.045	0.054	0.011	0.005	0.033	0.072	0.027
2√2 倍σ	0.201	0.127	0.153	0.031	0.015	0.092	0.204	0.076

表 65 CN-2# 的方法精密度测量结果 (山西国电)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	16.02	16.49	17.15	3.73	0.75	3.56	22.48	1.43
2	15.95	16.45	17.18	3.72	0.74	3.58	22.46	1.41
3	16.02	16.53	17.13	3.71	0.75	3.60	22.35	1.40
4	15.98	16.39	17.17	3.71	0.74	3.56	22.45	1.41
5	15.97	16.46	17.18	3.71	0.74	3.55	22.43	1.41
6	16.02	16.58	17.12	3.71	0.75	3.56	22.35	1.41
7	16.00	16.52	17.11	3.71	0.75	3.57	22.34	1.42
8	16.01	16.44	17.16	3.73	0.75	3.53	22.47	1.40
9	16.00	16.48	17.16	3.73	0.75	3.52	22.48	1.41
10	16.01	16.50	17.16	3.72	0.75	3.54	22.48	1.42
11	16.00	16.51	17.13	3.71	0.75	3.55	22.35	1.42
平均值	16.00	16.49	17.15	3.72	0.75	3.56	22.42	1.41
极差	0.07	0.19	0.07	0.02	0.01	0.08	0.14	0.03
标准偏差σ	0.023	0.051	0.024	0.009	0.005	0.022	0.061	0.009
2√2 倍σ	0.064	0.144	0.068	0.026	0.013	0.064	0.172	0.026

表 66 CN-2# 的方法精密度测量结果 (陕西榆林)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	15.85	16.57	17.10	3.74	0.75	3.53	22.63	1.33
2	15.75	16.69	17.17	3.77	0.75	3.54	22.60	1.31
3	15.94	16.62	17.18	3.76	0.75	3.54	22.50	1.33
4	15.82	16.55	17.12	3.71	0.75	3.55	22.64	1.34
5	15.83	16.59	17.17	3.73	0.75	3.58	22.49	1.33
6	15.85	16.74	17.18	3.75	0.75	3.48	22.62	1.33
7	15.91	16.56	17.15	3.77	0.75	3.51	22.61	1.32
8	15.86	16.53	17.14	3.76	0.75	3.53	22.53	1.33

9	15.79	16.73	17.19	3.78	0.75	3.56	22.68	1.32
10	15.85	16.77	17.11	3.78	0.75	3.51	22.59	1.32
11	15.86	16.56	17.20	3.79	0.75	3.51	22.67	1.32
平均值	15.85	16.63	17.16	3.76	0.75	3.53	22.60	1.32
极差	0.19	0.24	0.10	0.08	0.00	0.10	0.19	0.03
标准偏差σ	0.052	0.088	0.034	0.024	0.001	0.027	0.064	0.008
2$\sqrt{2}$倍σ	0.146	0.248	0.096	0.068	0.002	0.075	0.182	0.022

表 67 CN-2# 的方法精密度测量结果 (山西新材料)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	15.9	16.46	17.26	3.72	0.75	3.55	22.39	1.35
2	15.98	16.56	17.4	3.71	0.76	3.58	22.41	1.37
3	16.02	16.53	17.36	3.73	0.75	3.55	22.45	1.38
4	16.01	16.57	17.42	3.69	0.75	3.52	22.35	1.39
5	15.97	16.64	17.35	3.71	0.76	3.56	22.51	1.36
6	15.96	16.49	17.29	3.71	0.75	3.55	22.48	1.42
7	15.95	16.59	17.41	3.70	0.76	3.52	22.42	1.40
8	16.09	16.52	17.30	3.73	0.75	3.57	22.44	1.38
9	16.02	16.55	17.38	3.72	0.76	3.56	22.48	1.37
10	15.99	16.52	17.32	3.71	0.75	3.58	22.55	1.34
11	16.02	16.58	17.39	3.69	0.76	3.57	22.46	1.38
平均值	15.99	16.55	17.35	3.71	0.75	3.56	22.45	1.38
极差	0.19	0.18	0.16	0.04	0.01	0.06	0.20	0.08
标准偏差σ	0.049	0.050	0.053	0.014	0.005	0.021	0.056	0.022
2$\sqrt{2}$倍σ	0.139	0.141	0.151	0.039	0.015	0.058	0.159	0.064

表 68 CN-2# 的方法精密度测量结果 (中铝中州)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	15.65	16.67	17.28	3.72	0.79	3.48	22.27	1.31
2	15.63	16.69	17.33	3.73	0.78	3.45	22.32	1.32
3	15.68	16.82	17.31	3.74	0.76	3.47	22.35	1.33
4	15.48	16.75	17.25	3.74	0.78	3.47	22.34	1.32
5	15.43	16.62	17.32	3.74	0.78	3.46	22.37	1.33
6	15.55	16.72	17.25	3.74	0.77	3.47	22.39	1.32
7	15.65	16.62	17.39	3.75	0.79	3.48	22.36	1.33
8	15.62	16.76	17.38	3.74	0.77	3.48	22.39	1.32
9	15.70	16.68	17.30	3.74	0.79	3.48	22.36	1.33
10	15.62	16.79	17.21	3.75	0.77	3.48	22.36	1.33
11	15.72	16.62	17.30	3.74	0.79	3.48	22.40	1.33
平均值	15.61	16.70	17.30	3.74	0.78	3.47	22.36	1.32
极差	0.29	0.20	0.18	0.03	0.03	0.03	0.13	0.02
标准偏差σ	0.090	0.070	0.054	0.008	0.010	0.010	0.037	0.007
2$\sqrt{2}$倍σ	0.256	0.199	0.153	0.024	0.029	0.029	0.104	0.019

表 69 CN-3# 的方法精密度测量结果 (中铝检测)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
------	-----------------------------------	---------------------	-----------------------------------	---------------------	--------------------	---------------------	-------	-------

1	8.31	20.78	9.07	3.72	0.30	2.71	38.07	1.06
2	8.26	20.61	8.99	3.72	0.31	2.70	37.90	1.07
3	8.40	20.69	9.05	3.75	0.31	2.73	38.09	1.06
4	8.33	20.66	9.04	3.71	0.30	2.72	37.72	1.06
5	8.33	20.75	9.06	3.75	0.30	2.71	37.93	1.06
6	8.27	20.79	9.02	3.71	0.31	2.72	38.01	1.07
7	8.37	20.78	9.06	3.74	0.30	2.76	38.11	1.05
8	8.31	20.61	9.06	3.72	0.31	2.71	37.82	1.07
9	8.25	20.64	9.02	3.72	0.31	2.68	37.88	1.06
10	8.32	20.63	9.02	3.70	0.30	2.69	37.85	1.07
11	8.32	20.87	9.06	3.75	0.31	2.72	38.00	1.07
平均值	8.32	20.71	9.04	3.73	0.31	2.71	37.94	1.06
极差	0.15	0.26	0.08	0.05	0.01	0.08	0.39	0.02
标准偏差σ	0.045	0.088	0.025	0.018	0.005	0.021	0.124	0.007
2$\sqrt{2}$倍σ	0.127	0.249	0.071	0.051	0.015	0.060	0.350	0.019

表 70 CN-3# 的方法精密度测量结果 (岛津)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	8.50	20.91	8.89	3.73	0.29	2.71	37.45	1.02
2	8.31	20.86	8.89	3.74	0.29	2.64	37.47	1.02
3	8.40	20.92	8.91	3.75	0.29	2.74	37.50	1.02
4	8.27	20.72	8.85	3.71	0.29	2.65	37.28	0.97
5	8.37	20.99	8.97	3.75	0.29	2.74	37.52	1.01
6	8.56	20.89	8.91	3.73	0.29	2.76	37.45	1.01
7	8.41	20.85	8.86	3.72	0.29	2.72	37.41	1.00
8	8.52	20.88	8.88	3.73	0.29	2.84	37.35	1.03
9	8.47	20.85	8.83	3.72	0.29	2.65	37.35	1.02
10	8.50	20.70	8.81	3.70	0.29	2.71	37.21	1.01
11	8.38	20.77	8.83	3.72	0.29	2.78	37.32	1.02
平均值	8.43	20.85	8.88	3.73	0.29	2.72	37.39	1.01
极差	0.29	0.29	0.16	0.05	0.00	0.20	0.31	0.06
标准偏差σ	0.091	0.087	0.046	0.016	0.000	0.061	0.098	0.016
2$\sqrt{2}$倍σ	0.259	0.247	0.130	0.044	0.000	0.171	0.276	0.045

表 71 CN-3# 的方法精密度测量结果 (山西国电)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	8.40	20.87	8.77	3.81	0.27	2.66	37.85	1.05
2	8.36	20.86	8.63	3.78	0.27	2.71	37.86	1.07
3	8.31	20.79	8.69	3.77	0.27	2.70	37.89	1.08
4	8.35	20.83	8.71	3.76	0.27	2.69	37.90	1.10
5	8.42	20.87	8.78	3.74	0.27	2.66	37.82	1.09
6	8.48	20.89	8.72	3.72	0.27	2.72	37.84	1.05
7	8.39	20.84	8.77	3.80	0.27	2.73	37.91	1.06
8	8.31	20.90	8.81	3.75	0.27	2.67	37.92	1.07
9	8.42	20.87	8.79	3.72	0.27	2.66	37.88	1.08

10	8.36	20.83	8.75	3.77	0.27	2.72	37.87	1.05
11	8.38	20.81	8.75	3.81	0.27	2.73	37.86	1.09
平均值	8.38	20.85	8.74	3.77	0.27	2.70	37.87	1.07
极差	0.17	0.11	0.18	0.09	0.00	0.07	0.10	0.05
标准偏差 σ	0.050	0.034	0.052	0.032	0.000	0.029	0.031	0.018
2$\sqrt{2}$ 倍 σ	0.142	0.096	0.146	0.091	0.000	0.081	0.087	0.050

表 72 CN-3# 的方法精密度测量结果 (陕西榆林)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	8.46	20.88	9.13	3.77	0.30	2.83	37.66	1.01
2	8.44	21.02	9.16	3.75	0.30	2.83	37.58	0.99
3	8.40	20.84	9.14	3.75	0.30	2.81	37.64	0.99
4	8.35	20.98	9.17	3.73	0.30	2.81	37.65	0.98
5	8.46	21.13	9.08	3.72	0.30	2.79	37.57	0.99
6	8.44	20.99	9.18	3.73	0.30	2.84	37.69	0.99
7	8.45	20.94	9.16	3.70	0.30	2.86	37.59	1.00
8	8.41	20.92	9.14	3.71	0.30	2.84	37.57	0.99
9	8.48	20.99	9.12	3.74	0.30	2.85	37.77	0.99
10	8.49	20.81	9.17	3.72	0.30	2.83	37.71	0.99
11	8.51	21.05	9.15	3.73	0.30	2.85	37.65	1.00
平均值	8.44	20.96	9.15	3.73	0.30	2.83	37.64	0.99
极差	0.16	0.32	0.10	0.07	0.00	0.07	0.20	0.03
标准偏差 σ	0.045	0.094	0.028	0.020	0.000	0.021	0.064	0.008
2$\sqrt{2}$ 倍 σ	0.127	0.265	0.080	0.056	0.000	0.059	0.180	0.022

表 73 CN-3# 的方法精密度测量结果 (山西新材料)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	8.41	20.77	8.82	3.75	0.30	2.69	37.82	1.05
2	8.36	20.82	8.93	3.74	0.31	2.72	37.89	1.06
3	8.32	20.79	8.86	3.72	0.30	2.72	37.91	1.06
4	8.37	20.82	8.85	3.71	0.30	2.73	37.88	1.07
5	8.42	20.76	8.83	3.71	0.31	2.69	37.83	1.07
6	8.35	20.80	8.94	3.72	0.31	2.71	37.81	1.05
7	8.40	20.75	8.82	3.73	0.30	2.70	37.95	1.08
8	8.35	20.77	8.94	3.73	0.30	2.71	37.87	1.06
9	8.36	20.75	8.79	3.71	0.31	2.72	37.85	1.05
10	8.38	20.84	8.90	3.74	0.31	2.72	37.87	1.06
11	8.35	20.81	8.75	3.71	0.31	2.71	37.88	1.07
平均值	8.37	20.79	8.86	3.72	0.31	2.71	37.91	1.06
极差	0.10	0.09	0.19	0.04	0.01	0.04	0.14	0.03
标准偏差 σ	0.030	0.031	0.064	0.014	0.005	0.013	0.041	0.010
2$\sqrt{2}$ 倍 σ	0.085	0.088	0.180	0.041	0.015	0.037	0.116	0.028

表 74 CN-3# 的方法精密度测量结果 (中铝中州)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
------	-----------------------------------	---------------------	-----------------------------------	---------------------	--------------------	---------------------	-------	-------

1	8.52	20.58	9.13	3.74	0.29	2.73	38.12	0.92
2	8.36	20.51	9.02	3.75	0.30	2.59	37.86	0.96
3	8.38	20.62	8.96	3.73	0.30	2.67	37.95	0.94
4	8.35	20.59	8.95	3.71	0.29	2.70	37.86	0.96
5	8.52	20.65	9.21	3.75	0.29	2.69	37.82	0.96
6	8.34	20.71	9.12	3.71	0.30	2.67	37.92	0.95
7	8.39	20.46	9.05	3.74	0.29	2.66	38.05	0.95
8	8.46	20.59	9.07	3.72	0.30	2.77	38.04	0.97
9	8.35	20.64	9.11	3.72	0.29	2.65	37.91	0.96
10	8.41	20.46	9.10	3.74	0.30	2.61	37.91	0.97
11	8.46	20.68	9.03	3.73	0.29	2.63	38.12	0.98
平均值	8.41	20.59	9.07	3.73	0.29	2.67	37.96	0.96
极差	0.18	0.25	0.26	0.04	0.01	0.18	0.30	0.06
标准偏差σ	0.067	0.084	0.077	0.014	0.005	0.052	0.106	0.016
2√2倍σ	0.190	0.236	0.218	0.041	0.015	0.147	0.299	0.046

表 75 CN-4# 的方法精密度测量结果（中铝检测）

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	13.41	4.13	62.06	6.91	0.029	1.89	0.061	0.065
2	13.55	4.20	62.09	6.91	0.027	1.84	0.062	0.060
3	13.52	4.12	62.09	6.90	0.026	1.88	0.058	0.057
4	13.51	4.14	61.99	6.88	0.027	1.85	0.065	0.064
5	13.58	4.21	62.01	6.90	0.031	1.84	0.061	0.057
6	13.48	4.08	61.84	6.85	0.027	1.88	0.064	0.048
7	13.46	4.14	61.93	6.87	0.027	1.83	0.061	0.065
8	13.38	4.14	61.84	6.88	0.026	1.85	0.063	0.067
9	13.50	4.12	61.92	6.89	0.028	1.85	0.063	0.052
10	13.44	4.12	61.79	6.88	0.026	1.84	0.061	0.055
11	13.45	4.06	61.84	6.90	0.030	1.85	0.061	0.062
平均值	13.48	4.13	61.95	6.89	0.028	1.85	0.062	0.059
极差	0.20	0.15	0.30	0.06	0.005	0.06	0.007	0.019
标准偏差σ	0.060	0.044	0.109	0.018	0.0017	0.020	0.0019	0.0060
2√2倍σ	0.169	0.124	0.309	0.052	0.0048	0.056	0.0053	0.0171

表 76 CN-4# 的方法精密度测量结果（岛津）

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	13.58	4.33	62.49	6.91	0.029	1.92	0.085	0.062
2	13.55	4.33	62.48	6.92	0.025	1.95	0.088	0.053
3	13.60	4.33	62.37	6.87	0.033	2.04	0.067	0.057
4	13.64	4.29	62.36	6.91	0.027	2.02	0.076	0.045
5	13.63	4.35	62.39	6.89	0.031	1.89	0.063	0.063
6	13.66	4.31	62.40	6.90	0.028	1.93	0.057	0.051
7	13.62	4.34	62.39	6.88	0.030	1.99	0.072	0.073
8	13.69	4.32	62.43	6.93	0.026	1.92	0.068	0.072
9	13.57	4.31	62.40	6.88	0.029	1.92	0.091	0.056

10	13.66	4.31	62.43	6.92	0.024	1.91	0.061	0.070
11	13.64	4.32	62.36	6.89	0.029	1.89	0.067	0.061
平均值	13.62	4.32	62.41	6.90	0.028	1.94	0.072	0.060
极差	0.14	0.06	0.13	0.06	0.009	0.15	0.034	0.028
标准偏差 σ	0.043	0.017	0.044	0.019	0.0026	0.051	0.0114	0.0090
$2\sqrt{2}$ 倍 σ	0.121	0.047	0.126	0.055	0.0075	0.144	0.0322	0.0254

表 77 CN-4# 的方法精密度测量结果 (山西国电)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	13.62	3.97	61.80	6.80	0.021	1.90	0.052	0.047
2	13.66	3.94	61.82	6.82	0.022	1.92	0.054	0.049
3	13.65	4.05	61.79	6.88	0.024	1.96	0.051	0.042
4	13.76	3.96	61.82	6.82	0.030	1.92	0.053	0.044
5	13.72	4.02	61.77	6.79	0.031	1.93	0.052	0.046
6	13.62	4.01	61.70	6.77	0.024	1.96	0.053	0.047
7	13.64	3.98	61.76	6.78	0.021	1.94	0.054	0.045
8	13.71	3.94	61.80	6.85	0.023	1.93	0.051	0.046
9	13.72	3.96	61.77	6.89	0.030	1.94	0.053	0.047
10	13.74	3.97	61.75	6.76	0.030	1.96	0.054	0.045
11	13.66	3.99	61.80	6.75	0.022	1.94	0.050	0.046
平均值	13.68	3.98	61.78	6.81	0.025	1.94	0.052	0.046
极差	0.14	0.11	0.12	0.14	0.010	0.06	0.004	0.007
标准偏差 σ	0.050	0.034	0.035	0.047	0.0041	0.019	0.0014	0.0018
$2\sqrt{2}$ 倍 σ	0.140	0.097	0.100	0.133	0.0115	0.054	0.0039	0.0052

表 78 CN-4# 的方法精密度测量结果 (陕西榆林)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	13.41	4.39	61.68	6.74	0.029	1.87	0.041	0.062
2	13.36	4.40	61.83	6.70	0.029	1.89	0.045	0.059
3	13.58	4.40	61.88	6.66	0.030	1.91	0.038	0.065
4	13.64	4.21	61.78	6.66	0.028	1.88	0.034	0.075
5	13.48	4.36	61.83	6.73	0.028	1.91	0.034	0.063
6	13.37	4.28	61.68	6.73	0.028	1.87	0.047	0.068
7	13.62	4.27	61.66	6.75	0.029	1.92	0.035	0.069
8	13.37	4.36	61.67	6.72	0.029	1.89	0.035	0.061
9	13.52	4.29	61.58	6.70	0.029	1.88	0.039	0.062
10	13.53	4.41	61.75	6.74	0.029	1.91	0.036	0.062
11	13.47	4.30	61.73	6.72	0.028	1.90	0.038	0.065
平均值	13.49	4.33	61.73	6.71	0.029	1.89	0.038	0.065
极差	0.28	0.20	0.30	0.09	0.002	0.05	0.013	0.016
标准偏差 σ	0.101	0.067	0.090	0.031	0.0006	0.018	0.0044	0.0045
$2\sqrt{2}$ 倍 σ	0.286	0.189	0.255	0.087	0.0018	0.052	0.0124	0.0129

表 79 CN-4# 的方法精密度测量结果 (山西新材料)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
------	-----------------------------------	---------------------	-----------------------------------	---------------------	--------------------	---------------------	-------	-------

1	13.52	3.98	61.66	6.85	0.024	1.88	0.057	0.062
2	13.48	4.09	61.79	6.82	0.027	1.92	0.059	0.059
3	13.56	4.07	61.83	6.86	0.024	1.96	0.062	0.064
4	13.51	4.02	61.7	6.69	0.025	1.92	0.055	0.062
5	13.53	3.94	61.78	6.75	0.020	1.91	0.060	0.057
6	13.54	3.90	61.79	6.78	0.026	1.87	0.062	0.056
7	13.60	3.95	61.82	6.82	0.025	1.94	0.064	0.055
8	13.52	4.04	61.80	6.80	0.026	1.92	0.066	0.056
9	13.5	4.08	61.72	6.78	0.025	1.90	0.058	0.058
10	13.62	3.98	61.76	6.86	0.022	1.94	0.059	0.059
11	13.57	3.96	61.72	6.85	0.026	1.90	0.060	0.056
平均值	13.54	4.00	61.76	6.81	0.025	1.91	0.060	0.059
极差	0.14	0.19	0.17	0.17	0.007	0.09	0.01	0.009
标准偏差 σ	0.043	0.063	0.054	0.053	0.0020	0.027	0.0032	0.0030
$2\sqrt{2}$ 倍 σ	0.121	0.179	0.153	0.150	0.0057	0.075	0.0089	0.0084

表 80 CN-5# 的方法精密度测量结果 (中铝检测)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	16.63	6.36	49.97	4.42	0.36	2.99	5.50	0.31
2	16.58	6.31	49.89	4.40	0.36	3.00	5.48	0.31
3	16.58	6.22	49.86	4.39	0.35	2.97	5.50	0.30
4	16.56	6.28	49.77	4.39	0.36	2.95	5.50	0.29
5	16.62	6.27	49.85	4.40	0.35	2.96	5.48	0.31
6	16.46	6.33	49.85	4.41	0.35	2.98	5.47	0.30
7	16.69	6.24	49.86	4.40	0.36	2.99	5.48	0.31
8	16.54	6.25	49.82	4.39	0.36	2.95	5.48	0.30
9	16.65	6.26	49.81	4.40	0.36	3.02	5.49	0.30
10	16.41	6.20	49.74	4.38	0.36	2.95	5.48	0.30
11	16.73	6.33	49.71	4.39	0.35	2.95	5.48	0.30
平均值	16.59	6.28	49.83	4.40	0.36	2.97	5.49	0.30
极差	0.32	0.16	0.26	0.04	0.01	0.07	0.03	0.02
标准偏差 σ	0.094	0.050	0.072	0.011	0.005	0.024	0.010	0.006
$2\sqrt{2}$ 倍 σ	0.266	0.142	0.205	0.031	0.014	0.068	0.029	0.018

表 81 CN-5# 的方法精密度测量结果 (岛津)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	16.74	6.28	49.75	4.43	0.35	3.05	5.47	0.30
2	16.69	6.32	49.72	4.41	0.35	2.98	5.49	0.29
3	16.80	6.30	49.77	4.41	0.35	3.00	5.49	0.29
4	16.76	6.29	49.78	4.42	0.35	2.92	5.48	0.33
5	16.83	6.34	49.75	4.42	0.35	2.96	5.48	0.31
6	16.86	6.33	49.81	4.42	0.35	3.03	5.48	0.30
7	16.79	6.30	49.71	4.42	0.35	3.09	5.48	0.30
8	16.75	6.31	49.71	4.41	0.35	2.99	5.46	0.30
9	16.76	6.27	49.71	4.42	0.35	2.93	5.48	0.31

10	16.80	6.26	49.70	4.42	0.35	2.95	5.47	0.31
11	16.82	6.32	49.82	4.42	0.35	3.08	5.48	0.32
平均值	16.69	6.30	49.75	4.42	0.35	3.00	5.48	0.31
极差	0.37	0.080	0.12	0.02	0.00	0.17	0.03	0.04
标准偏差σ	0.140	0.025	0.042	0.006	0.000	0.058	0.009	0.012
2√2 倍σ	0.396	0.071	0.120	0.017	0.000	0.164	0.025	0.034

表 82 CN-5# 的方法精密度测量结果 (山西国电)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	16.69	6.30	49.76	4.40	0.35	2.99	5.52	0.35
2	16.72	6.24	49.69	4.38	0.36	3.05	5.53	0.34
3	16.74	6.33	49.63	4.37	0.35	2.97	5.48	0.33
4	16.59	6.28	49.72	4.38	0.36	2.98	5.52	0.32
5	16.60	6.27	49.70	4.39	0.34	3.01	5.56	0.33
6	16.66	6.32	49.68	4.35	0.34	3.02	5.51	0.34
7	16.59	6.30	49.74	4.39	0.35	2.99	5.49	0.35
8	16.75	6.29	49.72	4.35	0.35	2.95	5.51	0.33
9	16.77	6.35	49.62	4.33	0.35	2.96	5.50	0.35
10	16.67	6.33	49.67	4.39	0.36	2.97	5.48	0.34
11	16.72	6.29	49.71	4.38	0.35	2.99	5.49	0.33
平均值	16.68	6.30	49.69	4.37	0.35	2.99	5.51	0.34
极差	0.18	0.11	0.14	0.07	0.02	0.10	0.08	0.03
标准偏差σ	0.066	0.031	0.043	0.022	0.007	0.029	0.024	0.010
2√2 倍σ	0.185	0.089	0.122	0.061	0.020	0.081	0.068	0.029

表 83 CN-5# 的方法精密度测量结果 (陕西榆林)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
1	16.61	6.41	49.65	4.34	0.35	2.99	5.52	0.35
2	16.88	6.38	49.59	4.35	0.35	3.05	5.53	0.34
3	16.51	6.44	49.81	4.33	0.35	2.97	5.48	0.33
4	16.75	6.23	49.83	4.33	0.35	2.98	5.52	0.32
5	16.75	6.42	49.82	4.34	0.35	3.01	5.56	0.33
6	16.64	6.28	49.76	4.32	0.35	3.02	5.51	0.34
7	16.54	6.44	49.73	4.30	0.35	2.99	5.49	0.35
8	16.88	6.39	49.53	4.29	0.35	2.95	5.51	0.33
9	16.62	6.40	49.44	4.29	0.35	2.96	5.50	0.35
10	16.53	6.45	49.47	4.30	0.35	2.97	5.48	0.34
11	16.84	6.34	49.87	4.34	0.35	2.99	5.49	0.33
平均值	16.69	6.38	49.68	4.32	0.35	3.03	5.55	0.33
极差	0.37	0.22	0.43	0.06	0.00	0.07	0.14	0.02
标准偏差σ	0.140	0.070	0.154	0.022	0.001	0.023	0.038	0.006
2√2 倍σ	0.396	0.198	0.436	0.063	0.003	0.064	0.108	0.018

表 84 CN-5# 的方法精密度测量结果 (山西新材料)

测量次数	Al ₂ O ₃ /%	SiO ₂ /%	Fe ₂ O ₃ /%	TiO ₂ /%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	CaO/%	MgO/%
------	-----------------------------------	---------------------	-----------------------------------	---------------------	--------------------	---------------------	-------	-------

1	16.63	6.25	49.85	4.35	0.34	2.94	5.55	0.32
2	16.59	6.32	49.75	4.40	0.33	2.92	5.58	0.30
3	16.62	6.28	49.82	4.36	0.33	2.98	5.50	0.31
4	16.55	6.30	49.66	4.42	0.35	3.02	5.48	0.32
5	16.59	6.32	49.86	4.38	0.34	3.01	5.50	0.33
6	16.60	6.29	49.7	4.35	0.34	2.98	5.46	0.32
7	16.62	6.27	49.68	4.40	0.35	2.96	5.49	0.30
8	16.52	6.29	49.82	4.41	0.35	2.98	5.48	0.33
9	16.64	6.31	49.76	4.44	0.34	3.00	5.50	0.32
10	16.63	6.30	49.72	4.38	0.35	2.96	5.51	0.31
11	16.60	6.28	49.88	4.41	0.34	3.00	5.46	0.33
平均值	16.60	6.29	49.77	4.39	0.34	2.98	5.50	0.32
极差	0.12	0.07	0.22	0.09	0.02	0.10	0.12	0.03
标准偏差σ	0.036	0.021	0.077	0.029	0.008	0.030	0.036	0.011
2$\sqrt{2}$倍σ	0.103	0.060	0.218	0.083	0.021	0.086	0.102	0.031

精密度试验表明，各元素测量的极差，标准偏差和 2.8 倍标准偏差均在可接受范围内，方法具备良好的精密度。

表 85 方法精密度计算结果

样品名称		Al ₂ O ₃ %	SiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %	TiO ₂ %	K ₂ O %	Na ₂ O %	CaO %	MgO %
CN-1#	总平均值	26.69	20.96	7.02	3.48	1.06	11.72	12.60	0.61
	r	0.30	0.22	0.15	0.08	0.03	0.22	0.15	0.05
	R	0.48	0.37	0.22	0.13	0.07	0.43	0.25	0.17
CN-2#	总平均值	15.89	16.60	17.31	3.74	0.76	3.54	22.47	1.37
	r	0.28	0.18	0.13	0.05	0.02	0.07	0.18	0.05
	R	0.42	0.28	0.43	0.09	0.04	0.12	0.32	0.13
CN-3#	总平均值	8.39	20.79	9.00	3.73	0.29	2.72	37.78	1.03
	r	0.17	0.22	0.15	0.06	0.02	0.11	0.25	0.04
	R	0.21	0.43	0.49	0.08	0.04	0.19	0.68	0.14
CN-4#	总平均值	13.56	4.15	61.93	6.82	0.027	1.91	0.057	0.058
	r	0.19	0.14	0.20	0.11	0.008	0.09	0.016	0.016
	R	0.32	0.51	0.82	0.24	0.009	0.14	0.036	0.025
CN-5#	总平均值	16.65	6.31	49.74	4.38	0.35	2.99	5.51	0.32
	r	0.28	0.13	0.26	0.06	0.02	0.11	0.08	0.02
	R	0.32	0.17	0.32	0.12	0.03	0.12	0.12	0.06

4.4.7 结论

采用本实验方案可快速测量赤泥中的 Al₂O₃、SiO₂、Fe₂O₃、TiO₂、K₂O、Na₂O、CaO、MgO 元素含量，方法准确度良好，精密度良好，推荐使用本方案作为赤泥化学元素分析的标准方法。

四、标准中如涉及专利，应由明确的知识产权说明

本标准不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

（一）项目的必要性简述

赤泥是氧化铝过程中产生的极细颗粒强碱性固体废弃物，赤泥中各组分的含量对氧化铝生产至关重要，其 Al_2O_3 ， SiO_2 ， Fe_2O_3 ， CaO ， Na_2O 等成分的含量直接体现氧化铝生产工艺指标的好坏，因此准确测定赤泥中各组分的含量对指导氧化铝生产具有现实意义。传统的化学分析方法，操作过程繁琐，分析周期较长，难以及时对氧化铝生产工艺的调整给出指导作用，因此十分有必要建立一种快速、准确测量赤泥中化学元素分析方法标准，为优化氧化铝生产工艺指标提供技术支撑。

此外，我国作为全球最大的氧化铝生产国，每年的赤泥产出量十分惊人，据有关数据统计，截止 2018 年底，我国的赤泥堆存总量已经超过了 13 亿吨，占地超过 12 万亩，赤泥的大量堆存，既占用土地，浪费资源，又易造成环境污染和安全隐患，因此，合理、大量有效地利用赤泥已是刻不容缓。而在赤泥综合利用过程中，对其化学组分的测定必不可少，但目前，国际上和国内均没有相应的赤泥化学分析方法标准，通常是借用铝土矿石的化学分析标准来进行分析，但赤泥和铝土矿石在化学组成和物相组成方面均存在较大差异，相应的分析方法并不能被很好地使用。因此无论是从行业需求为出发点，还是从保护环境和资源综合利用为出发点，制定一种能够快速、准确测量赤泥中化学组分的分析方法标准已是迫在眉睫的事情。

X 射线荧光光谱仪是一种高效率的现代化分析仪器，具有制样简单、分析速度快、准确度高、操作简单、可同时测量多种元素等优点，能有效拟补传统化学分析方法的不足之处，极大的提高分析效率，降低劳动成本。目前，X 射线荧光光谱仪在氧化铝生产企业应用非常普及，在行业中已完全具备建立赤泥 X 射线荧光光谱分析方法标准的条件，因此十分必要择机建立赤泥的 X 射线荧光光谱分析方法的行业标准。

（二）项目的可行性简述

在 XRF 分析方法中，常用的制样方法分别是粉末压片法和玻璃熔片法。粉末压片法虽制样简单，但受矿物结构、颗粒形貌等影响较大，而不同产地的赤泥在物相组成和颗粒形貌方面差异较大，粉末压片法不是赤泥 X 射线荧光光谱分析方法的良好选择，而玻璃熔片法制样则可以消除这些影响，是赤泥 X 射线荧光光谱分析理想的制样方法。本标准采用玻璃熔片法制备待测样品，以国家级赤泥标准样品来绘制工作曲线，高铁（ $\text{Fe}_2\text{O}_3 < 40\%$ ）含量赤泥采用常规方法进行测量，高铁（ $\text{Fe}_2\text{O}_3 \geq 40\%$ ）含量赤泥采用钴内标方法进行测量，

可快速、准确得到赤泥中 Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 , TiO_2 , K_2O , Na_2O , CaO , MgO 组分的含量, 为寻找有效综合利用赤泥的方法提供了强有力的支撑, 对环境保护、改善污染问题以及促进我国氧化铝工业良好发展方面具有非常重要现实的意义。

经大量实践及参与单位验证证明, 修订后的标准方法适用性更强, 操作更加简便, 具备良好的准确性和精密度, 能够更好的满足现有的铝土矿石检测需求, 为铝工业的良好发展打下基础。

(三) 标准的先进性、创新性、标准实施后产生的经济效益和社会效益

国际上及其他发达国家均没有现行有效的赤泥 X 射线荧光光谱分析方法的相关标准。本标准实施后, 可为企业提高劳动效率, 节约人工成本, 进一步规范和完善了我国赤泥分析检测标准体系, 将在指导氧化铝企业生产和减少贸易纠纷方面发挥重要作用。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

本文件未采用国际标准和国外先进标准。

七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准, 特别是强制性国家标准的协调配套情况

本标准属于有色金属标准体系。本标准完全符合国家法律、法规的有关的要求; 在技术要求、试验方法等方面与国内相关标准协调一致; 标准的格式和表达方式等方面完全执行了现行的国家标准和有关法规, 符合 GB/T 1.1 的有关要求。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准无重大分歧意见。

九、标准性质的建议说明

根据标准化法和有关规定, 建议本文件作为推荐性行业标准发布。

十、贯彻标准的要求和措施建议

1、组织措施: 建议相关部门组织贯彻本标准的实施, 采取有效措施向赤泥使用企业以及有关的检测机构宣贯本标准。建议本标准尽快发布, 各相关单位及科研院所尽快开始执行本标准。建议由国家标准化委员会轻金属标准化委员会组织贯彻本标准的相关活动, 利用各种条件, 如工作组活动、标委会管理及活动、标准化技术期刊刊登、相关官网上发布等。

2、技术措施: 通过专家培训、技术交流等措施进行宣贯执行。对于标准使用过程中容易出现疑问, 起草单位有义务进行必要的解释。

3.过渡办法: 建议本标准批准发布 6 个月后实施。

十一、废止现行相关标准的建议

本文件为首次发布。

十二、其他应予说明的事项

无。

《赤泥化学分析方法 元素含量的测定
X 射线荧光光谱法》标准编制组

2024 年 12 月 7 日