



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114047213 A

(43) 申请公布日 2022.02.15

(21) 申请号 202111359403.1

(22) 申请日 2021.11.17

(71) 申请人 马鞍山钢铁股份有限公司

地址 243000 安徽省马鞍山市九华西路8号

(72) 发明人 王曼娟 崔晨 李永武 王莉

李娟

(74) 专利代理机构 马鞍山市金桥专利代理有限公司 34111

代理人 吴方舟

(51) Int. Cl.

G01N 23/223 (2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54) 发明名称

一种X射线荧光法测定锌层重量的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种X射线荧光法测定锌层重量的方法,涉及冶金材料分析技术领域,为解决X荧光光谱仪测定镀锌板锌层重量检测范围较大时检测数据可信度不高,需要人工二次检测的问题;本发明包括以下步骤:制取不同含量标准样品,采用重量法准确测定标准样品的锌层重量;用标准样品及重量法的测定结果分别在A厂家以及B厂家制造的X射线荧光仪上分别建立一次校准曲线测量方法和二次校准曲线测量方法;分别用两台X射线荧光仪测定盲样,用重量法准确测定盲样,并对比结果;本发明解决了一次校准曲线检测方法中的两个弊端,提高了X荧光光谱仪对镀锌板锌层重量检测范围较大时检测数据的可信度,减少了检测人员用重量法二次检测的工作量。

1. 一种X射线荧光法测定锌层重量的方法,其特征在于,包括以下具体步骤:

S1、根据GB/T1839-2008附录A4.4的要求制取不同含量标准样品,采用GB/T1839-2008中的重量法准确测定标准样品的锌层重量;

S2、用标准样品及重量法的测定结果在A厂家制造的X射线荧光仪上分别建立一次校准曲线测量方法和二次校准曲线测量方法;

S3、用标准样品及重量法的测定结果在B厂家制造的X射线荧光仪上分别建立一次校准曲线测量方法和二次校准曲线测量方法;

S4、分别用建立了一次校准曲线测量方法和二次校准曲线测量方法的A厂家制造的X射线荧光仪以及B厂家制造的X射线荧光仪测定盲样,用重量法准确测定盲样,并对比结果。

2. 根据权利要求1所述的一种X射线荧光法测定锌层重量的方法,其特征在于:所述一次校准曲线为 $ax+by+c=0$,二次校准曲线为 $Ax^2+Bxy+Cy^2+Dx+Ey+F=0$,其中a、b、c、A、B、C、D、E、F均为实数。

3. 根据权利要求1所述的一种X射线荧光法测定锌层重量的方法,其特征在于:所述方法还包括步骤S5、分别计算A厂家制造的X射线荧光仪和B厂家制造的X射线荧光仪的一次校准曲线以及二次校准曲线的相关系数。

4. 根据权利要求3所述的一种X射线荧光法测定锌层重量的方法,其特征在于:所述A厂家选用马尔文帕纳科,B厂家选用赛默飞世尔。

5. 根据权利要求4所述的一种X射线荧光法测定锌层重量的方法,其特征在于:所述A厂家制造的X射线荧光仪,一次校准曲线相关系数99.27%,二次校准曲线相关系数99.97%。

6. 根据权利要求4所述的一种X射线荧光法测定锌层重量的方法,其特征在于:所述B厂家制造的X射线荧光仪,一次校准曲线相关系数为99.17%,二次校准曲线相关系数为99.98%。

7. 一种X射线荧光法测定锌层重量的方法,其特征在于,包括以下具体步骤:制取标准样品,采用重量法准确测定标准样品的锌层重量,用标准样品及重量法的测定结果在X射线荧光仪上建立二次校准曲线测量方法,并利用该测量方法测量待测样品。

一种X射线荧光法测定锌层重量的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及冶金材料分析技术领域,具体为一种X射线荧光法测定锌层重量的方法。

背景技术

[0002] 目前,镀锌板锌层重量的测定普遍采用X射线荧光法。使用X荧光光谱仪对锌层重量进行测量时,需要建立校准曲线,用于描述锌层重量与仪器测量的X-射线荧光强度之间的定量关系。

[0003] X荧光光谱仪测定镀锌板锌层重量中使用的校准曲线为一次校准曲线。一次校准曲线方法有两个弊端。一是如若建立全含量校准曲线,覆盖的检测范围过大,曲线拟合度较差,尤其是高值和低值与标准值相差较大;二是如若分段建立在“高”、“低”校准曲线,不仅较为麻烦,而且分段的校准曲线交集部分的检测数据存有差异,例如现在锌层重量的检测范围在30-160g/m²,分别在检测范围30-90g/m²和90-160g/m²建立一次校准曲线,当试样的锌层重量范围在80-100g/m²时,通过这两条校准曲线得到的数据会存在一定差异,需要化学分析进行再次检验,以确定其厚度;而实际生产中,各牌号镀锌产品锌层厚度相差较大,结果可信度不高,这使得检验工作十分繁琐,经常需要人工二次检测。因此,亟需一种X射线荧光法测定锌层重量的方法来解决这个问题。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种X射线荧光法测定锌层重量的方法,以解决X荧光光谱仪测定镀锌板锌层重量检测范围较大时检测数据可信度不高,需要人工二次检测的问题。

[0005] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:一种X射线荧光法测定锌层重量的方法,包括以下具体步骤:

[0006] S1、根据GB/T1839-2008附录A4.4的要求制取不同含量标准样品,采用GB/T1839-2008中的重量法准确测定标准样品的锌层重量;

[0007] S2、用标准样品及重量法的测定结果在A厂家制造的X射线荧光仪上分别建立一次校准曲线测量方法和二次校准曲线测量方法;

[0008] S3、用标准样品及重量法的测定结果在B厂家制造的X射线荧光仪上分别建立一次校准曲线测量方法和二次校准曲线测量方法;

[0009] S4、分别用建立了一次校准曲线测量方法和二次校准曲线测量方法的A厂家制造的X射线荧光仪以及B厂家制造的X射线荧光仪测定盲样,用重量法准确测定盲样,并对比结果。

[0010] 优选的,一次校准曲线为 $ax+by+c=0$,二次校准曲线为 $Ax^2+Bxy+Cy^2+Dx+Ey+F=0$,其中a、b、c、A、B、C、D、E、F均为实数。

[0011] 优选的,方法还包括步骤S5、分别计算A厂家制造的X射线荧光仪和B厂家制造的X射线荧光仪的一次校准曲线以及二次校准曲线的相关系数。

[0012] 优选的,A厂家选用马尔文帕纳科,B厂家选用赛默飞世尔。

[0013] 优选的,A厂家制造的X射线荧光仪,一次校准曲线相关系数99.27%,二次校准曲线相关系数99.97%。

[0014] 优选的,B厂家制造的X射线荧光仪,一次校准曲线相关系数为99.17%,二次校准曲线相关系数为99.98%。

[0015] 本发明提供的另一技术方案:一种X射线荧光法测定锌层重量的方法,包括以下具体步骤:制取标准样品,采用重量法准确测定标准样品的锌层重量,用标准样品及重量法的测定结果在X射线荧光仪上建立二次校准曲线测量方法,并利用该测量方法测量待测样品。

[0016] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:

[0017] 该X射线荧光法测定锌层重量的方法,通过不同设备、不同方法、重复性试验、再现性试验、校准曲线相关系数比较,验证该方法的准确性及有效性,最终得出了二次校准曲线可以提高检测结果可信度的结论,解决了一次校准曲线方法的两个弊端,尤其是提高了X荧光光谱仪测定镀锌板锌层重量检测范围较大时检测数据的可信度;此外,该方法有利于减少检测人员用重量法二次检测的工作量,降低劳动强度,减少人力资源成本,缓解人员不足问题,有利于优化检验队伍,为公司热镀锌工业提高产品质量提供强而有力的支撑。

具体实施方式

[0018] 下面将结合本发明的实施例,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0019] 实施例1:

[0020] 按照生产牌号对应的镀锌板锌层重量范围,收集符合日常生产需求的内控样,需尽可能覆盖常用范围,根据GB/T1839-2008附录A4.4的要求制取不同含量标准样品,优选的,制作5个标准样品,采用GB/T1839-2008中的重量法准确测定标准样品的锌层重量;

[0021] 用标准样品及重量法的测定结果在马尔文帕纳科X射线荧光仪上分别建立一次校准曲线测量方法和二次校准曲线测量方法(其中一次校准曲线为 $ax+by+c=0$,二次校准曲线为 $Ax^2+Bxy+Cy^2+Dx+Ey+F=0$, a 、 b 、 c 、 A 、 B 、 C 、 D 、 E 、 F 均为实数),示意性的,本次设备显示的二次校准曲线为 $x=26.98515-0.25421y+0.00498y^2$,则 $A=B=0$, $C=0.00498$, $D=-1$, $E=-0.25421$, $F=26.98515$;

[0022] 同样的,用标准样品及重量法的测定结果在赛默飞世尔X射线荧光仪上分别建立一次校准曲线测量方法和二次校准曲线测量方法;

[0023] 分别用建立了一次校准曲线测量方法和二次校准曲线测量方法的上述两台X射线荧光仪测定盲样,用重量法准确测定盲样,并对比结果如下表1和表2:

[0024] 表1马尔文帕纳科X射线荧光仪测定盲样

样品编号	一次校准曲线(g/m ²)	二次校准曲线(g/m ²)	重量法(g/m ²)
1	56	60	60.9
2	60	61	60.3
3	59	63	62.8
4	94	95	94.4
5	92	92	92.4
6	81	82	82.6
7	100	101	101.2
8	140	141	145.2
9	134	135	137.1
10	155	147	149.7

[0026] 表2赛默飞世尔X射线荧光仪测定盲样

样品编号	一次校准曲线(g/m ²)	二次校准曲线(g/m ²)	重量法(g/m ²)
11	50	59	60.3
12	51	60	60.2
13	70	74	74.4
14	90	91	90.7
15	92	94	94.6
16	110	110	110.2
17	100	100	101.2
18	120	121	121.6
19	137	136	138.5
20	150	144	145.1

[0028] 从以上的表1和表2中不难得出,无论在何种X射线荧光仪上,二次校准曲线与镀锌板锌层重量的拟合情况更好,结果可信度也更高。

[0029] 实施例2:

[0030] 继续采用实施例1中的两台X射线荧光仪,用盲样计算马尔文帕纳科X射线荧光仪的一次校准曲线以及二次校准曲线的相关系数,样品值、一次曲线拟合值及二次曲线拟合值如下表:

样品值	34	40.4	51.1	65.5	71.2	80.2	90.7
一次曲线拟合值	29	38	54	71	77	86	95
二次曲线拟合值	34	40	52	65	72	80	91

样品值	100.4	116.3	120.4	129.4	138	142.3	156
一次曲线拟合值	104	116	120	127	131	137	146
二次曲线拟合值	100	116	121	130	135	143	157

[0032] 计算可得一次校准曲线相关系数99.27%，二次校准曲线相关系数99.97%。

[0033] 用相同方法计算赛默飞世尔X射线荧光仪的一次校准曲线以及二次校准曲线的相关系数，一次校准曲线相关系数为99.17%，二次校准曲线相关系数为99.98%。

[0034] 两台X射线荧光仪的校准曲线相关系数均为二次校准曲线显著更优。

[0035] 以上仅为本发明的较佳实施例，但本发明的保护范围并不局限于此，任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内，可轻易想到的变化或替换，都应涵盖在本发明的保护范围之内。因此，本发明的保护范围应该以权利要求所界定的保护范围为准。

[0036] 本发明未详述之处，均为本技术领域技术人员的公知技术。