

# **DUBHE 系列**

## **单波长色散 X 射线荧光光谱仪**

### **使用说明书**

使用仪器前请仔细阅读本说明书。

请妥善保管本说明书以备今后参考。

北京安科慧生科技有限公司  
**Beijing Anchor Wisdom Technology Co.,Ltd**



## 使用仪器前请仔细阅读本说明书。

感谢您购买北京安科慧生公司 DUBHE 系列单波长色散 X 射线荧光光谱仪。本说明书描述了有关：安装、操作、使用注意事项、仪器维护和故障排查及附件和选件的详细信息。请您在使用仪器前仔细阅读本说明书，本说明书将协助您正确有效地使用该仪器。为确保您能够安全使用本仪器，在使用本仪器前，请您务必仔细阅读使用安全注意事项。请您妥善保管好本说明书以备今后参考。

## 重要信息 阅读本说明书之前请勿使用本仪器。

如果仪器被转借或出售，请将本说明书提供给下一位用户。

为确保安全操作，请在使用仪器前阅读使用安全注意事项。

如果本说明书或仪器上的警告标签丢失或损坏，请及时向公司更换。

版权. (C) 北京安科慧生公司版权所有，未经北京安科慧生公司书面许可，不得复制本说明书的部分或全部内容。由于产品不断地升级和改进，本说明书中的信息如有变动恕不另行通知。对于有关任何错误或遗漏的告知，我们表示衷心的感谢。

## 保修和售后服务

### 保修

#### 1. 有效性

有关保修范围的信息，请向北京安科慧生科技有限公司咨询。

#### 2. 条款

如果由于产品质量问题而造成仪器不正常运转，制造商将在保修期内提供免费更换部件或免费维修服务。

#### 3. 保修中不适用的条款

保修不适用于以下原因造成的故障：

- 不正当操作；
- 由非制造商公司所做的维修或更改；
- 严酷条件下操作，如高温、高湿度及振动等；
- 初次安装后移动或运送仪器；
- 火灾、地震或其他自然力；
- 可视为耗材的零件或部件的消耗。

### 售后服务

如果仪器出现任何故障，请按“故障排除”一章中所述进行检查并采取适当的应对措施。如果仍存在问题或故障现象未包含在“故障排除”一章中，请与北京安科慧生科技有限公司联系，联系电话：010-80542686。

## 使用安全注意事项

为确保仪器的安全操作，请在使用前仔细阅读“使用安全注意事项”。

在本说明书中，使用以下惯例表示警告和小心信息。请遵守本说明书中所有的“警告”和“小心”信息，这些信息对安全极为重要。



**警告** 表示潜在的危险情形，如果不避免，将会导致中度或严重的伤害，甚至可能死亡。



**小心** 表示潜在的危险情形，如果不避免，可能导致轻度伤害或设备损坏。

### 安装位置注意事项



**警告**

WARNING

1. DUBHE 系列 X 射线荧光光谱仪使用的试剂有些是易燃的，并且具有挥发性，具有刺激性气味，安装仪器的房间应通风良好；否则，试剂挥发会对人体造成伤害或燃烧引起火灾等。
2. DUBHE 系列 X 射线荧光光谱仪采用氢气作为气源，使用的试剂有些为易燃的有机溶剂。严禁在本仪器附近使用明火。严禁放置能发射或可能发射火花的设备，以免火花引起火灾。
3. 实验室应配备防护设备。如果溶剂进入眼睛或溅到皮肤上，必须立即进行冲洗。
4. 避免在有腐蚀性气体或大量灰尘的地方安装仪器。否则这些不利的条件会影响仪器的性能指标并且缩短仪器的使用寿命。

### 安装注意事项



**警告**

WARNING

1. 实验台应水平、稳固。强烈的振动可能会导致仪器跌落致使损坏，应采取措施防止在地震或其他灾害时仪器跌落。
2. 仪器的电源电压在说明书中有说明，仅能将仪器与标定电压的电源相连接，否则会引起火灾或电击。
3. 请检查电源电压是否稳定，如不稳定，可能会影响仪器的检测指标，请配置稳定电源。
4. 请将仪器接地。仪器接地对于防止由于事故或电泄漏引起的电击是非常必要的。
5. 电源线应远离任何发热物体，否则会损坏电源线而引起火灾、电击或发生故障。

## 仪器操作注意事项



警告

WARNING

1. 请采取适当的措施防止静电的产生，以防引起火灾或爆炸。
2. 未采取任何抗静电预防措施，在接触样品口之前，应触摸一些已接地的金属物体，以释放静电电荷，避免火灾的发生。



小心

WARNING

1. 取放样品时，请务必带上防护手套。如果溶剂溅到眼睛或皮肤上，请立即用大量的水冲洗，并进行医疗检查。
2. 在使用各种化学品前，应确认已了解其性质，并已采取相关防护措施，在最大程度上减少与任何化学品直接或间接接触的机会！
3. 本仪器在使用过程中会产生有害废液，需遵从当地的环保法规，妥善处理！
4. 如果试剂渗漏到仪器中，请立即用酒精擦洗样品口，以免渗漏到仪器内部或影响下次测试结果。

## 仪器检查、维护及保养的注意事项



警告

WARNING

1. 本仪器内部有 X 射线发生器，受 X 射线辐照会引起辐射伤害。在开始维护工作之前，请关闭仪器电源。
2. 本仪器的供电系统内部含有高压元件，危险！打开主机外壳时，请确认关闭仪器主机电源，以防高压电击伤人。
3. 正常操作时，人体任何部位不允许进入光谱仪机壳内部，以免电击伤人。
4. 插拔所有与本机相关的电气接插件时，请确认主机电源已关闭，避免电击伤人和损坏仪器！

## 静电的预防措施

要防止人体静电，请采取以下预防措施：

1. 穿抗静电的衣服和鞋子；
2. 用抗静电的腕带使人体接地。（为安全起见，应使用大约  $1\text{M}\Omega$  的中间电阻连接腕带与地面。）；
3. 在地板上喷洒抗静电或类似的物质，以使地板具有导电性。

# 目 录

|                               |          |
|-------------------------------|----------|
| 目 录.....                      | V        |
| 前 言.....                      | 1        |
| <b>第 1 章 仪器安装条件及使用说明.....</b> | <b>2</b> |
| 1.1 仪器基本配置.....               | 2        |
| 1.1.1 仪器主机基本配置.....           | 2        |
| 1.1.2 随机附件.....               | 2        |
| 1.1.3 随机附件说明.....             | 2        |
| 1.2 仪器安装条件及环境要求.....          | 6        |
| 1.2.1 操作人员要求.....             | 6        |
| 1.2.2 实验室环境要求.....            | 6        |
| 1.2.3 供电要求.....               | 6        |
| 1.2.4 工作台要求.....              | 6        |
| 1.2.5 排风装置.....               | 7        |
| 1.2.6 试剂、玻璃器皿及相关设备.....       | 7        |
| 1.3 仪器安装及验收.....              | 8        |
| 1.3.1 仪器的安装.....              | 8        |
| 1.3.2 仪器的验收.....              | 8        |
| 1.3.3 仪器使用注意事项.....           | 8        |
| <b>第 2 章 仪器基本操作说明.....</b>    | <b>9</b> |
| 2.1 仪器硬件操作.....               | 9        |
| 2.1.1 仪器功能键介绍.....            | 9        |
| 2.1.2 仪器开机和关机.....            | 11       |
| 2.2 仪器软件操作.....               | 12       |
| 2.2.1 仪器软件登录.....             | 12       |
| 2.2.2 软件测试界面介绍.....           | 12       |
| 2.2.3 样品测试.....               | 13       |
| 2.2.4 数据查询.....               | 15       |
| 2.2.5 分析报告.....               | 15       |
| 2.2.6 其他功能键介绍.....            | 16       |

|                         |           |
|-------------------------|-----------|
| <b>第 3 章 仪器进阶操作说明</b>   | <b>19</b> |
| 3.1 标准工作曲线的建立、备份和还原     | 19        |
| 3.1.1 标准工作曲线的建立         | 19        |
| 3.1.2 标准曲线的备份/还原        | 25        |
| 3.2 曲线校准界面的操作说明         | 27        |
| 3.2.1 曲线校准              | 27        |
| 3.2.2 校正系数              | 31        |
| 3.2.3 校准标样的制备           | 33        |
| 3.2.4 仪器漂移校准的计算         | 34        |
| 3.3 调试界面的操作说明           | 34        |
| <b>第 4 章 标准溶液及样品的制备</b> | <b>36</b> |
| 4.1 硫元素标准溶液的制备及分析条件     | 36        |
| 4.1.1 试剂                | 36        |
| 4.1.2 设备与材料             | 36        |
| 4.1.3 玻璃器皿的处理           | 36        |
| 4.1.4 标准贮备溶液            | 36        |
| 4.1.5 标准使用溶液的制备         | 36        |
| 4.1.6 仪器分析条件            | 36        |
| 4.2 氯元素标准溶液的制备及分析条件     | 37        |
| 4.2.1 试剂                | 37        |
| 4.2.2 设备与材料             | 37        |
| 4.2.3 玻璃器皿的处理           | 37        |
| 4.2.4 标准贮备溶液            | 37        |
| 4.2.5 标准使用溶液的制备         | 37        |
| 4.2.6 仪器分析条件            | 37        |
| 4.3 取样和样品制备             | 37        |
| 4.3.1 样品测试种类及制备         | 37        |
| 4.3.2 取样及取样注意事项         | 38        |
| 4.3.3 测试样品的制备过程         | 39        |
| 4.4 样品计算和分析             | 40        |

|                                   |           |
|-----------------------------------|-----------|
| 4.4.1 校准样品的计算和分析（以二正丁基硫醚为例） ..... | 40        |
| 4.4.2 实际样品的计算和分析 .....            | 40        |
| <b>第 5 章 仪器维护及故障排查</b> .....      | <b>42</b> |
| 5.1 仪器的维护 .....                   | 42        |
| 5.2 常见故障的现象及排除 .....              | 42        |

## 前 言

本说明书适用于 DUBHE 系列单波长色散 X 射线荧光光谱仪，包括 DUBHE-1600 系列硫元素专用分析仪和 DUBHE-1700 系列氯元素专用分析仪。DUBHE-1600 系列硫元素专用分析仪按技术指标不同又分为 DUBHE-1610 型单波长色散 X 射线荧光光谱仪（以下简称“DUBHE-1610 型”）和 DUBHE-1630 型单波长色散 X 射线荧光光谱仪（以下简称“DUBHE-1630 型”）。DUBHE-1700 系列氯元素专用分析仪按技术指标不同又分为 DUBHE-1710 型单波长色散 X 射线荧光光谱仪（以下简称“DUBHE-1710 型”）和 DUBHE-1730 型单波长色散 X 射线荧光光谱仪（以下简称“DUBHE-1730 型”）。DUBHE 系列单波长色散 X 射线荧光光谱仪在全聚焦型双曲面弯晶以及光路设计等方面，结构原理基本相同，仪器操作和软件操作具有很好的通用性，因此本系列产品的说明书以 DUBHE-1610 型为例进行详细的讲解。本说明书版本号为：2.0。

该系列产品执行 Q/CY ANC0001-2014 DUBHE 系列单波长色散 X 射线荧光光谱仪企业标准。

## 第 1 章 仪器安装条件及使用说明

### 1.1 仪器基本配置

#### 1.1.1 仪器主机基本配置

主机系统：DUBHE 系列单波长色散 X 射线荧光光谱仪主机；

软件系统：DUBHE 系列单波长色散 X 射线荧光光谱仪专用分析软件。

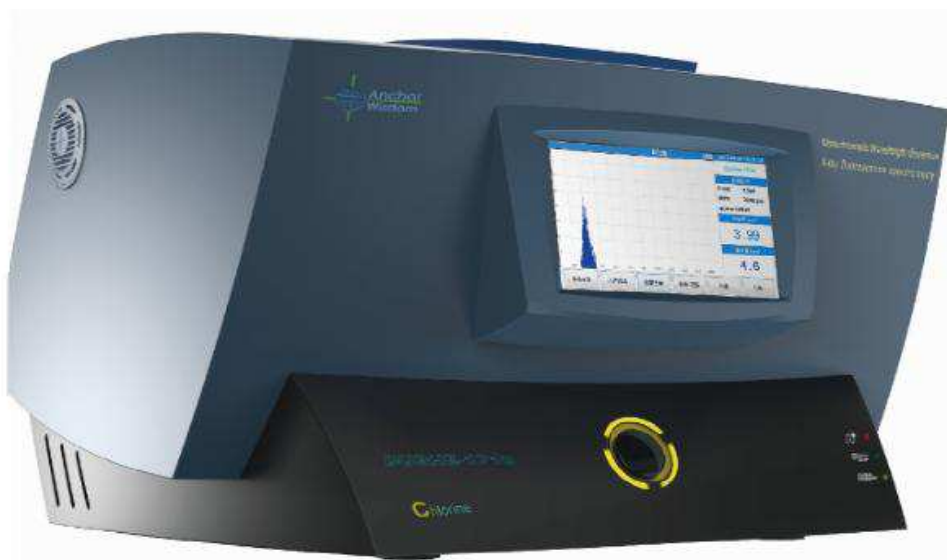


图 1-1 DUBHE 系列单波长色散 X 射线荧光光谱仪主机及应用软件

#### 1.1.2 随机附件

在主机包装箱中配有随机附件，随机附件都统一装在一个小的包装箱中，包括以下附件。

- (1) 电源线 2 根；
- (2) 样品杯 100 个；
- (3) 样品膜 1 盒；
- (4) 气路管 2 根；
- (5) 氢气发生器 1 台；
- (6) 氢氧化钾 100 克；
- (7) 仪器使用说明书 1 本；
- (8) 取样吸管 1 包；
- (9) 选购件：

元素标准系列溶液一套；

ESP (Easy Sample Prepare) 样品杯成型装置。

**Note:** 该随机附件可能会和主机装箱单上的配件清单有所不同，请以装箱单为准。

#### 1.1.3 随机附件说明

- (1) 电源线

标准电源线。一根用于给仪器主机供电，电源线一端插入电源插座，另一端插入仪器主机后面的电源线接口。另一根用于给氢气发生器供电，电源线一端插入电源插座，另一端插入氢气发生器主机后面的电源线接口。

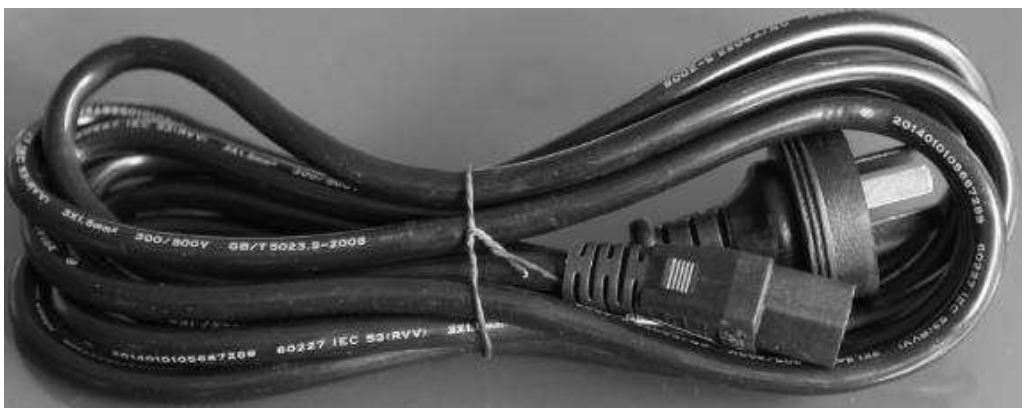


图 1-2 电源线

## (2) 样品杯

样品杯用于盛放液体样品或粉末样品，样品杯一端为中空，用可更换且能透过 X 射线的薄膜来盛载液体样品或固体样品，装样深度至少 5mm，将样品倒入样品杯后，上端压膜作为分析表面，作为底面用于分析样品。装上 X 射线薄膜后，样品杯不能泄露。由于汽油样品容易挥发，会导致鼓膜现象，影响测试结果，因此，样品杯应带有一小的排气孔。



图 1-3 样品杯

## (3) 样品膜

样品膜为可透过 X 射线的薄膜，用来盛载样品杯中的样品，同时提供一个对 X 射线低吸收的窗口。任何耐样品腐蚀的透明薄膜，无硫，足以被 X 射线穿透的薄膜都可作为样品膜。薄膜包括聚酯薄膜、聚丙烯薄膜、聚碳酸酯薄膜和聚酰亚胺薄膜。但芳烃含量高的样品有可能溶解聚酯薄膜和聚碳酸酯薄膜。



图 1-4 样品膜

#### (4) 气路管

附件中配置了 2 根内径为 2mm 的尼龙管，一根为 1.5 米白色气路管，另一根为 30 厘米的蓝色气路管。1.5 米的白色尼龙管一端连接氢气发生器的出口，另一端连接仪器主机的氢气入口，用于给仪器主机供应气体。另一根 30 厘米的蓝色尼龙管为气体排放管，将多余的氢气排出仪器主机外，蓝色尼龙管末端接有单向截止阀。



图 1-5 气路管

#### (5) 氢气发生器

由样品产生的荧光 X 射线在进入探测器之前，要经过分析晶体。如果在 X 射线光路中存在大气之类的物质，X 射线就会被这些物质吸收，强度下降。尤其是波长长的轻元素的 X 射线特别容易被吸收，分析精度会受影响，甚至不能分析，因此，X 射线光路必须保持在真空条件或氢气、氦气的氛围下。本仪器采用氢气发生器作为气源给仪器主机供气。



图 1-6 氢气发生器

## (6) 氢氧化钾

氢氧化钾用于配制浓度为 10% 的碱性溶液，因为氢气发生器采用碱液电解制取氢气，电解过程中仅消耗去离子水，不消耗氢氧化钾，氢氧化钾只是提供碱性环境。使用过程中，如果发现氢气发生器的碱性溶液液位偏低时，请加去离子水即可。

## (7) 仪器使用说明书

每台仪器都配备了相应的使用说明书，说明书中介绍了仪器的安装、使用以及仪器维护等事项，客户在使用该仪器前或测试过程中遇到问题时，请参考仪器使用说明书。

## (8) 选购件：

## ◆ 标准系列溶液一套



图 1-7 S 元素标准系列溶液

仪器所需的标准系列溶液为选购件，客户可根据需要自行选择是否购买标准系列溶液，用户也可购买经过认证的高浓度标准贮备溶液，自己配置所需的标准系列溶液，溶液配置过程可参考第 4 章的标准溶液配制部分。

## ◆ ESP (Easy Sample Prepare) 样品杯成型装置

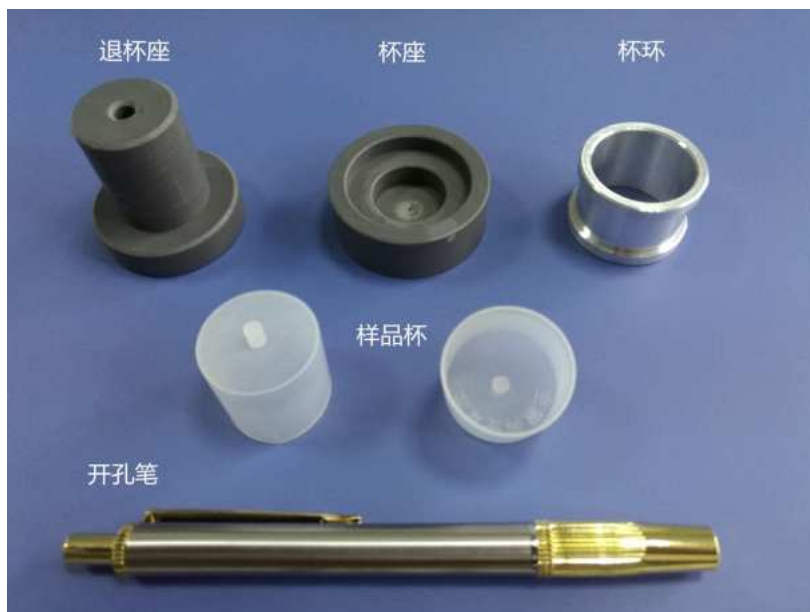


图 1-8 ESP 样品杯成型装置

ESP (Easy Sample Prepare) 样品杯成型装置为北京安科慧生科技有限公司自主开发的产品，用于样品的制备。使用卷轴 100 米长的膜作为分析膜，操作简单，样品杯成型快，而且还降低了仪器的使用成本。

## 1.2 仪器安装条件及环境要求

### 1.2.1 操作人员要求

- (1) 化学分析专业人员，有化学分析实验室工作经验；
- (2) 熟悉常规化学分析的工作流程以及常规样品的前处理过程；
- (3) 熟悉实验室质量控制体系；
- (4) 熟悉 X 射线荧光光谱仪的基本原理和技术特点。

### 1.2.2 实验室环境要求

- (1) 室内环境必须无腐蚀性；
- (2) 室内环境应清洁、无灰尘；
- (3) 实验室内温度要求在  $(18-30)^{\circ}\text{C}$ ；
- (4) 实验室内空气相对湿度要求在  $(20-80)\%$ ；
- (5) 实验室周围无强烈震动源，室内应无强磁场、电场、高频发生源和冲击振动源；
- (6) 仪器应避免日光直射、烟尘、污浊气流的影响；
- (7) 实验室内应配备良好的通风设备，用于将分析过程中产生的气体排出实验室。

### 1.2.3 供电要求

- (1) DUBHE 系列单波长色散 X 射线荧光光谱仪主机供电要求  $(220\pm 22)\text{V}$ ,  $(50\pm 1)\text{Hz}$ ；
- (2) 本仪器需配备 1KW 稳压电源，电源要求  $220\text{V}\pm 10\%$ ；电源插座上应有地线。

### 1.2.4 工作台要求

- (1) 仪器主机外形尺寸为  $614\text{mm}(\text{长})\times 468\text{mm}(\text{宽})\times 310\text{mm}(\text{高})$ 。

- (2) 氢气发生器外形尺寸为 440 mm(长)×210 mm (宽)×350 mm (高)。
- (3) 放置仪器的工作台，长度不小于 165cm，宽度不小于 90cm，仪器左边或右边放置氢气发生器，同时也应留有足够的空间进行装样的操作，应至少留出 60cm 的空间。后边应至少留出 50cm 的空间，不必靠墙，以便进行仪器的安装、调试及维修。

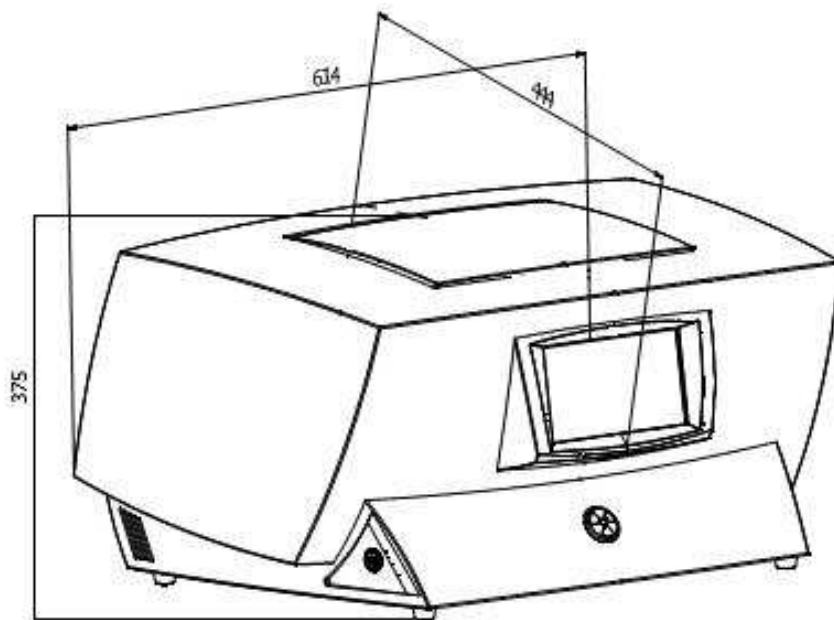


图 1-9 DUBHE 系列单波长色散 X 射线荧光光谱仪主机尺寸图

### 1.2.5 排风装置

因为 DUBHE 系列单波长色散 X 射线荧光光谱仪主要用于测试汽油、柴油等油品中的硫、氯含量，配置标准溶液的过程中、样品装入样品杯的过程中以及测试完毕把样品倒入废液桶中的过程中，样品都会产生挥发，尤其是汽油样品，挥发的气体会对实验人员的身体健康造成一定的伤害。同时 DUBHE 系列仪器一般采用通入氢气的方式来排除大气对测试的影响，测试过程中会产生少量的氢气，因此实验室应安装有排风设备，把实验中产生的废气排出实验室。通风设备需置于废气产生的地方附近，排风量的大小应能将有害气体完全排出去，一般应能把附在抽风口下的一张比抽风口稍大的报纸轻轻吸住即可。

### 1.2.6 试剂、玻璃器皿及相关设备

- (1) 二正丁基硫醚，优级纯或经过计量认证的高浓度 S、Cl 标准溶液；
- (2) 精制白油或异辛烷，分析纯，≥1000mL，标准样品稀释剂；
- (3) 超纯水或蒸馏水，≥20L，用于容量瓶等玻璃器皿的洗涤；
- (4) 50mL 容量瓶 10 个，用 20% $\text{HNO}_3$  浸泡 24 小时，自来水反复冲洗多次，然后用蒸馏水清洗，晾干，待用；
- (5) 1000mL 或 500mL 烧杯 1 个，50mL 烧杯 1 个，用 20% $\text{HNO}_3$  浸泡 24 小时，自来水反复冲洗多次，然后用蒸馏水清洗，晾干，待用；

- (6) 5mL 刻度移液管 2 根，用 20% $\text{HNO}_3$  浸泡 24 小时，自来水反复冲洗多次，然后用蒸馏水清洗，晾干，待用；
- (7) 洗耳球 1 个，滴管 1 根。

### 1.3 仪器安装及验收

**Note:** 未经本公司同意，请勿自行开箱安装和启动仪器。

#### 1.3.1 仪器的安装

- (1) 仪器开箱后，取出技术文件，按照装箱单检查各种配套设备及备件是否齐全；
- (2) 仔细阅读仪器使用说明书，熟悉仪器的原理、结构和操作；
- (3) 连接好电源线、气路管；
- (4) 配制 10% 的氢氧化钾溶液，倒入氢气发生器中，溶液的液位处于氢气发生器上标记的上液位和下液位之间；
- (5) 依次开启电源开关、仪器主机开关及氢气发生器开关；
- (6) 仪器预热 15 分钟左右，即可正常使用。

#### 1.3.2 仪器的验收

按照仪器验收报告所列技术指标，对仪器进行验收，测试仪器的线性等。仪器的线性范围为 (0-50) ppm (中间选 5-7 个点)，在此浓度范围内线性应大于 0.9990。

#### 1.3.3 仪器使用注意事项

- (1) 仪器测试过程中，请勿打开样品仓盖，否则测试会自动终止。因为测试过程中，仪器内部会产生高压，打开样品仓盖，高压和 X 射线会自动关闭，以防高压电击伤人及 X 射线辐射对人体造成伤害等；
- (2) 分析低含量样品时，指纹印上的油污会影响测定结果，请不要用手触摸检测样品的表面，请勿触摸样品杯的内部，窗口薄膜部分等关键部位；
- (3) 薄膜起皱会影响元素的 X 射线透射强度，样品杯压膜时，应保持薄膜成拉紧状态；
- (4) 每批薄膜的杂质或厚度各不相同，都会影响低含量样品的测定结果。因此，在开始使用新的薄膜前，应对校准情况进行核对；
- (5) 氢气发生器产生氢气的过程中只消耗水，不消耗氢氧化钾，氢氧化钾仅保持碱性环境，所以当溶液液位低于下液位规定限时，补充去离子水即可；
- (6) 使用本公司提供的专用样品杯和样品膜测试样品时，为了确保测试结果的可靠性，样品杯装样量每次都应为 1 毫升，并应在压模时确保薄膜拉紧、薄膜表面平整和清洁；
- (7) 装样后应立即将样品放入仪器中进行测试，不宜放置过长时间，以免油液蒸发造成样品膜过度鼓起，导致测试结果不准确；
- (8) 测试完成，应立即取出样品，并立即将样品仓盖盖严。在连续测样时，应在开盖后，一次性完成取样、放样过程，以免气路不稳定，造成测试结果不准确。

## 第 2 章 仪器基本操作说明

### 2.1 仪器硬件操作

#### 2.1.1 仪器功能键介绍

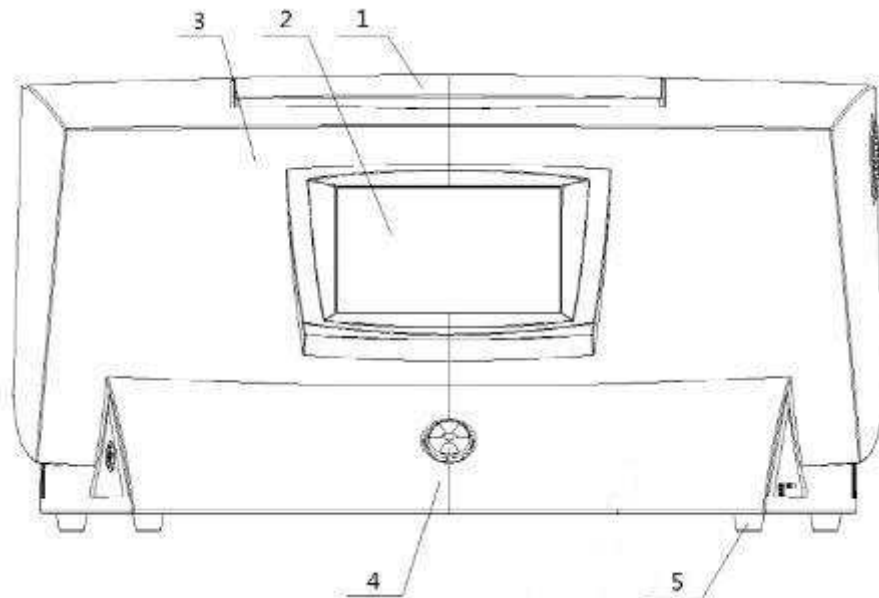


图 2-1 主机前视图

1. 样品仓盖 2.触摸屏 3.上机箱 4.下机箱 5.机箱脚垫

主机前视图：

- (1) 样品仓盖：向上打开样品仓盖，可以观察到检测窗口。将装有样品的样品杯放到检测窗口，盖好样品仓盖，即可测试。
- (2) 触摸屏：仪器主机采用触摸屏提示式功能键操作系统,整机中的仪器测量条件设置、标准信息参数设置、样品信息参数设置、仪器测试、数据输出等功能都由分析者在此触摸屏上操作完成,数据可以通过 SD 卡导出到电脑上进行数据分析。
- (3) 上机箱：为了方便仪器维修，上机箱和下机箱是相对独立的两部分。进行维护时，把上机箱取走即可进行操作。
- (4) 下机箱：下机箱和底板依靠螺丝等连接在一起，X 射线光管、分光晶体、探测器、电路板、散热风扇等关键部件均固定在底板上。

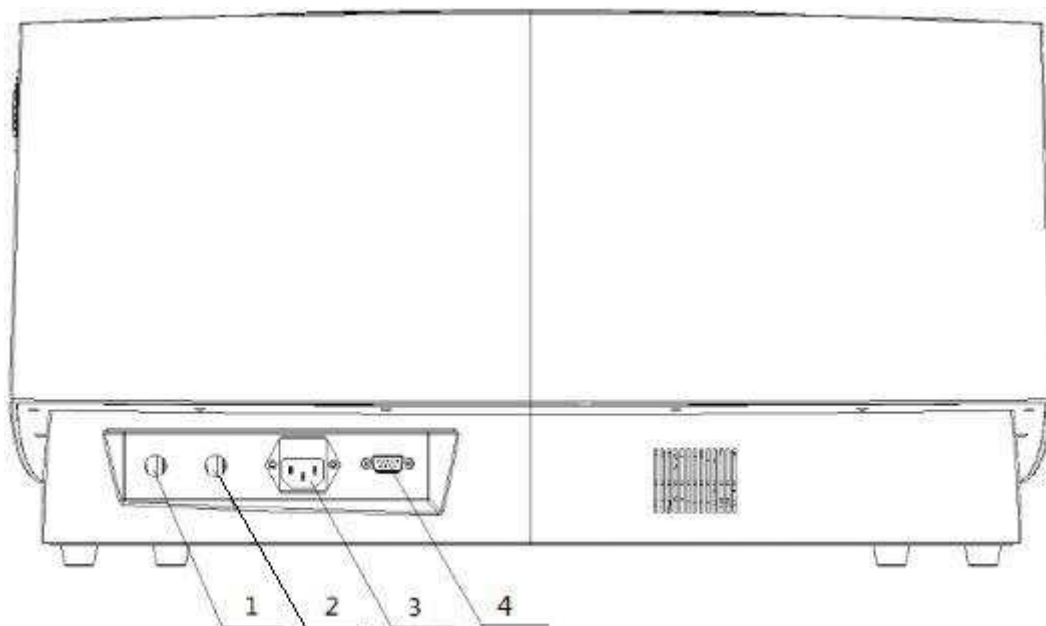


图 2-2 主机后视图

1.氢气出口 2.氢气入口 3.电源插孔 4.通信接口

主机后视图:

- (1) 氢气出口: 将多余的氢气排出仪器外。
- (2) 氢气入口: 用于给仪器主机供应氢气。
- (3) 电源插孔: 标准电源接口, 用于给仪器主机供电。电源线一端接仪器主机, 另一端接电源插座。
- (4) 通信接口: 做为留用接口, 可以接打印机、可以和电脑通讯等。

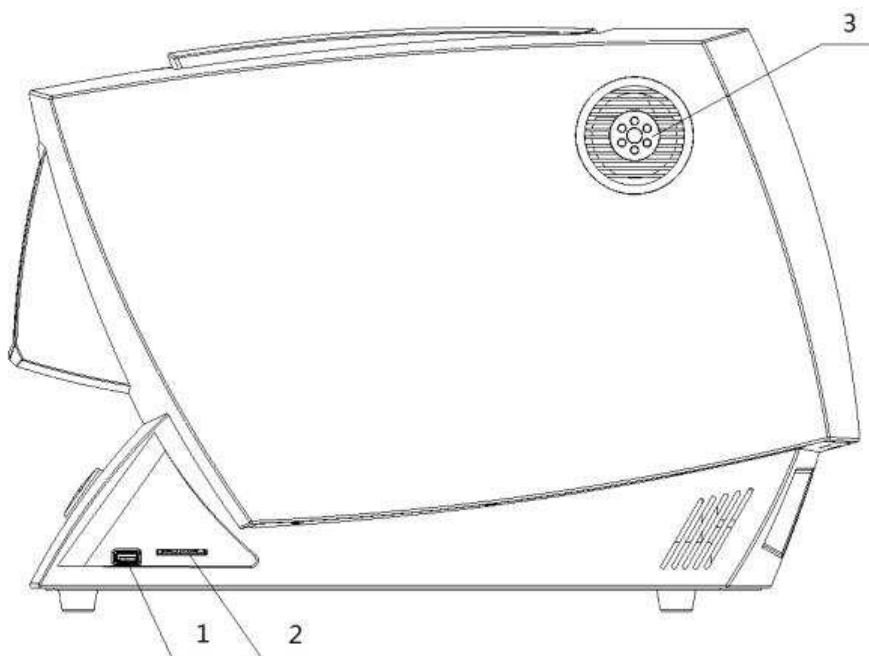


图 2-3 主机右视图

1. USB 接口 2. SD 卡插槽 3. 通风口

主机右视图：

- (1) USB 接口：可以连接读卡器、U 盘等，用于储存数据，和 SD 卡功能相同。
- (2) SD 卡插槽：插入 SD 卡，在操作软件中形成临时文件夹，仪器测试的数据储存在 SD 卡上，通过 SD 卡导出到电脑上进行数据分析。

**Note:** 如果同时使用 USB 接口和 SD 卡储存数据，则数据优先储存在 USB 存储卡上。

- (3) 通风口：X 射线光管工作时产生的热量，依靠光管套外面一层很厚的油层，将热量传导到外壳，外壳采用电风扇制冷，然后通过通风口将热量导出到仪器外部。

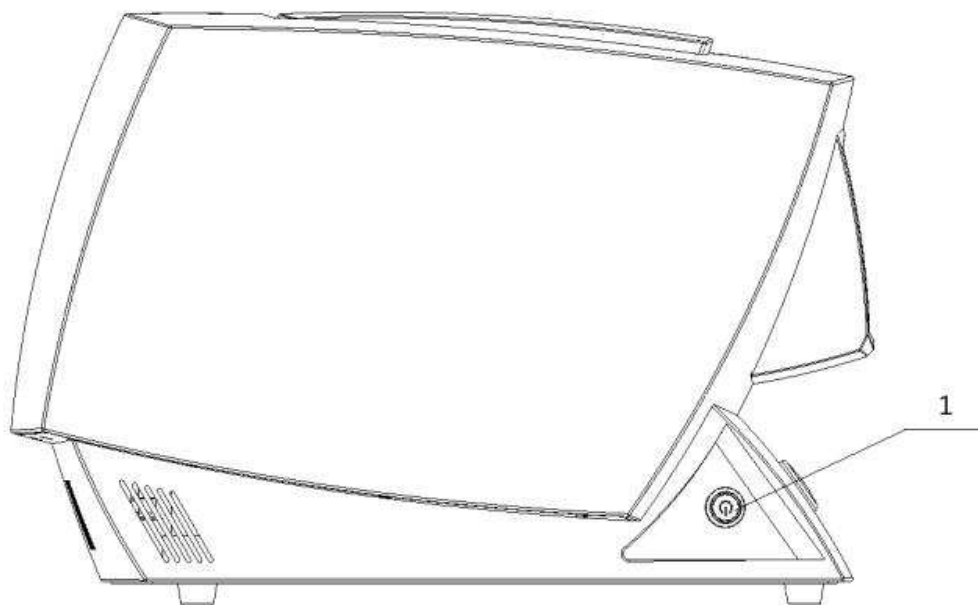


图 2-4 主机左视图

1. 主机电源开关

主机左视图：

主机电源开关：主机电源开关位于仪器的左侧面板左下部。按下此开关，仪器主机打开，软件程序被启动。再次按下此开关，整个系统被关闭。

## 2.1.2 仪器开机和关机

### 1. 开机检查

为了安全、正确地使用本仪器，在运行仪器之前要先进行开机检查，确认仪器、氢气发生器与电源是否连接良好，氢气发生器和仪器的气路是否连接良好。

### 2. 仪器开机

打开仪器主机的电源开关，软件程序被启动，仪器自动进入软件登录界面。

### 3. 仪器关机

样品测试完毕，需要关机时，直接关闭仪器主机的电源开关即可。

**Note:** 每次样品测试完成后，一定要把样品仓中的液体样品取出来，否则样品长时间放置会渗漏到仪器内部，对仪器造成损坏。

## 2.2 仪器软件操作

### 2.2.1 仪器软件登录

打开仪器主机开关，仪器自动进入软件登录界面。无需输入密码，直接点击“登录”即可进入用户测试主界面。软件主界面的右侧部分会实时显示仪器目前的工作状态，如管压、管流、测试所用的标准曲线等。



图 2-5 仪器登录界面



图 2-6 仪器测试主页面

### 2.2.2 软件测试界面介绍

软件测试主页面见图 2-7，主要由当前信息提示区、信号显示区、仪器型号显示区、仪器状态显示区、功能键区、样品计数率区以及样品含量区 7 部分构成。具有系统设置、工作曲线设置、数据查询、备份/还原和样品测试等功能。



图 2-7 软件测试主页面

- (1) 当前信息提示区：软件主界面最上面一栏为当前信息提示栏，显示 USB 或 SD 使用情况、样品设定的测试时间、样品已经测试的时间以及当前测试的日期时间等。
- (2) 仪器型号显示区：位于软件主界面的右上角，显示目前所用仪器的类型，如 Dubhe-S、Dubhe-CI 等。
- (3) 仪器状态显示区：位于软件主界面的右侧，实时显示当前的管压、管流、当前测试选择的标准曲线名称。
- (4) 样品计数率显示区：位于软件主界面的右侧，实时显示所测样品的计数率。
- (5) 样品含量显示区：位于软件主界面的右侧，实时显示所测样品的含量。
- (6) 信号显示区：软件主界面中间部分为信号显示区，实时显示样品测量信号。
- (7) 功能键区：软件主界面最下面一行为功能键区，包括“系统设置”、“工作曲线”以及“数据查询”等。
  - “系统设置”键：用于系统时间设置、曲线校准等。
  - “工作曲线”键：用于新建标准工作曲线以及标准工作曲线的参数设置等。
  - “数据查询”键：用于查询以前测试的数据。
  - “备份/还原”键：用于备份现有的标准工作曲线，以便在将来误删除时进行还原。
  - “注销”键：回到登录界面。
  - “开始”键：用于样品的测试。

### 2.2.3 样品测试

- (1) 在软件测试主界面中点击“工作曲线”键，选中需要的工作曲线，再次点击“工作曲线”键，即可退出此界面，进入样品测试。



图 2-8“工作曲线”选择界面

**Note:** 仪器出厂时，厂家已经在仪器中贮存了多条标准工作曲线，客户可根据测试样品的种类、测试样品的浓度等信息选择不同的工作曲线，在测试样品时，把相应的工作曲线调出即可测试。  
若没有适用的工作曲线范围，可参照本说明书中的 3.1 节内容标定新的工作曲线。

(2) 将样品放入样品仓中，直接点击“开始”键就可进行样品测试。

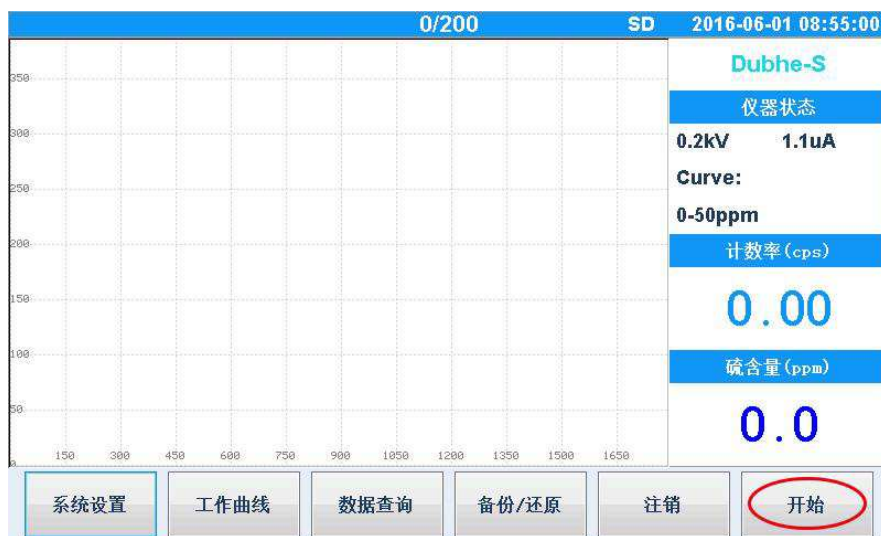


图 2-9“样品测试”界面

(3) 测试完毕，出现一个对话框，提示客户是否保存数据，点击“保存”键，数据保存到 SD 卡中，点击“取消”，放弃数据的保存。



图 2-10 “样品保存”界面

2.2.4 数据查询

“数据查询”键用于历史数据的查询。点击“数据查询”键，出现如下图 2-11 所示界面，当前界面显示最新测试的实验数据。客户可以根据测试时间进行搜索，通过点击“上一页”和“下一页”查看与当前标准工作曲线相关的测试数据。



图 2-11 “数据查询”界面

2.2.5 分析报告

仪器测试数据，按照测试日期以 Excel 表格的形式储存在 SD 卡储存设备中，客户可以将数据拷贝到电脑上，根据需要自行编辑分析报告即可。

20160602测试数据.csv - Microsoft Excel

文件 开始 插入 页面布局 公式 数据 审阅 视图 开发工具 novaPDF

宋体 11 A<sup>+</sup> A<sup>-</sup> B I U 字体 对齐方式 数字 样式

E11 200

|    | A  | B        | C       | D     | E    | F   | G     | H |
|----|----|----------|---------|-------|------|-----|-------|---|
| 1  | 名称 | 记录时间     | 工作曲线    | 计数率   | 测试时间 | 真空度 | 含量    |   |
| 2  | 1  | 9:38:27  | 0-50ppm | 79.36 | 200  | 137 | 337.7 |   |
| 3  | 2  | 9:56:39  | 0-50ppm | 11.87 | 200  | 132 | 47.6  |   |
| 4  | 3  | 10:01:53 | 0-50ppm | 11.84 | 200  | 130 | 51    |   |
| 5  | 4  | 10:11:15 | 0-50ppm | 2.12  | 200  | 129 | 6.2   |   |
| 6  | 5  | 10:59:29 | 0-50ppm | 1.55  | 200  | 123 | 3.1   |   |
| 7  | 6  | 11:03:44 | 0-50ppm | 1.61  | 200  | 122 | 3.3   |   |
| 8  | 7  | 11:08:19 | 0-50ppm | 1.66  | 200  | 121 | 3.6   |   |
| 9  | 8  | 11:13:03 | 0-50ppm | 1.59  | 200  | 121 | 3.3   |   |
| 10 | 9  | 11:17:26 | 0-50ppm | 1.49  | 200  | 118 | 2.8   |   |
| 11 | 10 | 11:21:22 | 0-50ppm | 1.61  | 200  | 120 | 3.3   |   |
| 12 | 11 | 11:25:21 | 0-50ppm | 1.54  | 200  | 119 | 3     |   |
| 13 | 12 | 11:33:33 | 0-50ppm | 1.31  | 200  | 117 | 2     |   |
| 14 | 13 | 11:38:14 | 0-50ppm | 1.31  | 200  | 118 | 1.9   |   |
| 15 | 14 | 11:42:10 | 0-50ppm | 1.4   | 200  | 118 | 2.4   |   |
| 16 | 15 | 11:46:06 | 0-50ppm | 1.29  | 200  | 117 | 1.8   |   |
| 17 | 16 | 11:50:38 | 0-50ppm | 1.41  | 200  | 117 | 2.4   |   |
| 18 | 17 | 11:54:34 | 0-50ppm | 1.37  | 200  | 116 | 2.2   |   |
| 19 | 18 | 11:58:31 | 0-50ppm | 1.26  | 200  | 116 | 1.7   |   |
| 20 | 19 | 13:39:11 | 0-50ppm | 1.17  | 200  | 121 | 1.3   |   |
| 21 | 20 | 13:43:16 | 0-50ppm | 0.99  | 200  | 121 | 0.5   |   |
| 22 | 21 | 13:47:25 | 0-50ppm | 1.05  | 200  | 120 | 0.7   |   |
| 23 | 22 | 13:51:21 | 0-50ppm | 1.16  | 200  | 119 | 1.2   |   |
| 24 | 23 | 13:57:42 | 0-50ppm | 1.17  | 200  | 118 | 1.3   |   |

20160602测试数据

就绪

图 2-12“分析报告”界面

以上功能键的介绍是按照客户测试样品的思路逐一介绍的，软件除了具备上述测试功能外，还具备其它一些功能，以下简单介绍一下。

## 2.2.6 其他功能键介绍

### (1)“系统时间”

点击“系统设置”菜单中的“系统时间”，软件显示当前的年月日和时间，用户也可进行更改。

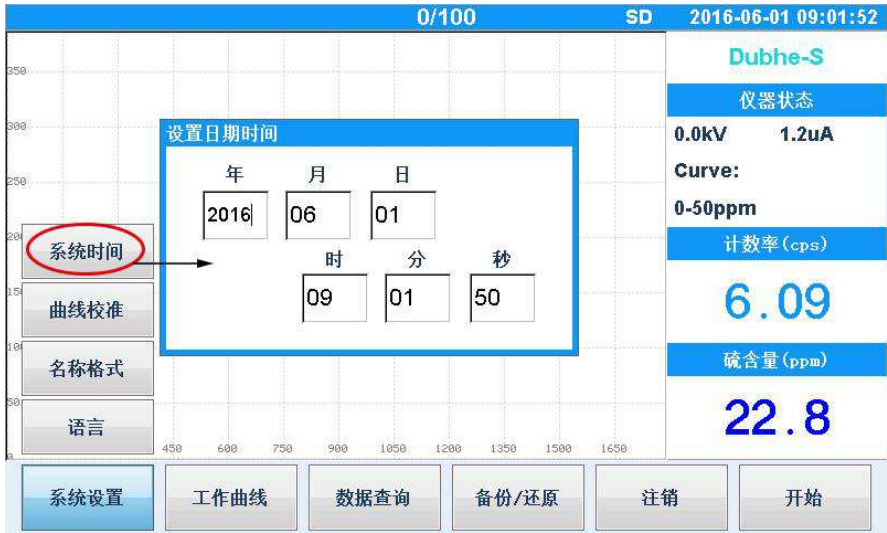


图 2-13 “系统时间”界面

(2)“名称格式”

点击“系统设置”菜单中的“名称格式”键，出现如下图 2-14 所示界面，输入名称格式或编号。如果输入后点击“确定”键，则输入成功。点击“取消”键则取消此操作，恢复到仪器主界面。输入名称格式后，数据查询中的内容，便以此名称为开头，进行数据存储。



图 2-14 “系统设置”中的“名称格式”界面

(3)“语言”键

点击“系统设置”中的“语言”键，出现如下图 2-15 所示界面，主要用于英语和简体中文页面的切换。



图 2-15 “语言”选择界面

#### (4) “注销”键

“注销”键用于退出仪器测试界面，返回到登录界面。点击“注销”键出现图 2-16 所示的对话框，点击“确定”键，退回到登录界面，点击“取消”键，取消此操作。



图 2-16 仪器“注销”提醒界面

### 第 3 章 仪器进阶操作说明

#### 3.1 标准工作曲线的建立、备份和还原

##### 3.1.1 标准工作曲线的建立

点击软件主界面中的“工作曲线”，进入工作曲线设置界面。此界面主要用于标准曲线的设置和标定等。  
工作曲线设置界面主要分为：工作曲线名称显示区、工作曲线测试信息显示区及功能键区三部分。



图 3-1 “工作曲线”界面

##### 1. 功能键介绍

- (1) “曲线配置”键：主要用于标准曲线条件的设置。
- (2) “添加曲线”键：主要用于添加标准曲线的名称。
- (3) “删除曲线”键：用于删除已有的标准曲线。如图 3-2 所示，在标准曲线界面左上角显示已有的标准工作曲线名称，选中需要删除的标准曲线，点击“删除曲线”键，出现“确定删除当前工作曲线”的提醒框，点击“确定”后标准曲线被删除，点击“取消”键，取消删除标准曲线的操作。



图 3-2 “标准曲线”中“删除曲线”界面

- (4) “添加标样点”键：用于添加标准曲线中不同浓度的标样，一般标样点个数为 5-7 个。



图 3-3 “添加标准点”界面

- (5) “删除标样点”键：用于删除标准曲线点，选中需要删除的标样点，点击“删除标样点”键，出现如下图 3-4 所示的提醒界面，点击“确定”键，此标样点删除成功，点击“取消”键，取消此操作。如删除 10ppm 的标样点见图 3-4 和图 3-5 所示。



图 3-4 “删除标样点”界面



图 3-5 “删除标样点”后的界面

- (6) “查看曲线”键：用于标准曲线测试完毕后，查看标准曲线的线性方程和线性相关系数。
- (7) “执行标定”键：用于标准样品的测定，为测试执行键。

2. 新建标准曲线的步骤

- (1) 点击软件主界面中的“工作曲线”，进入标准曲线设置界面；



图 3-6 “工作曲线”设置界面

- (2) 点击“添加曲线”键，输入标准曲线名称，点击“确定”键，新建曲线设置成功。同时在工作曲线名称显示区会显示新添加的标准曲线名称。点击“取消”键，取消此操作。



图 3-7 “标准曲线”中“添加曲线”设置界面



图 3-8 标准曲线添加完成界面

- (3) 点击“曲线配置”，输入标准曲线的测试条件，如管压、管流及分析时间等；管压、管流为系统默认设置（管压：45 KV，管流：1100  $\mu$ A），测试时间用户可根据样品性质自行设置，一般为 200 s 或 300 s，点击“确定”键设置成功，回到标准曲线设置界面。点击“取消”键取消此操作，回到标准曲线设置界面。如果输入错误，点击“退格”键清除已输入的数值。



图 3-9 “工作曲线”中的“曲线配置”界面

- (4) 点击“添加标样点”，出现浓度输入框界面，输入所需要的浓度，点击“确定”键输入成功，退出此界面。点击“取消”键，取消标准点的输入，软件自动退出此界面。“退格”键用于清除输入的内容。



图 3-10 “添加标样点”界面



图 3-11 “添加标样点 1ppm”完成界面

浓度为 5ppm 的标样点输入成功，继续点击“添加标样点”依次输入各个标准点浓度。一般输入 5-7 个标样点，软件默认浓度从低到高依次排列。

- (5) 标样点设置成功后，选中需要测试的标样点，点击“执行标定”键，出现图 3-11 所示的提醒界面，点击“确定”标准样品进入测试状态，点击“取消”键取消此操作，回到标准曲线设置界面。一般按照从低到高的浓度进行测试。



图 3-12 “工作曲线”中的“执行标定”界面

- (6) 将各个浓度的标样点测试完毕后，点击“查看曲线”，查看标准曲线的线性及线性相关系数等。如果线性  $R^2 > 0.999$ ，标准工作曲线可用于样品的测试。如果线性  $R^2 < 0.999$ ，选中误差大的标准点，点击“执行标定”重新测试即可；



图 3-13 “工作曲线”中“查看曲线”界面

**Note:**

- (1) 如果某个标准点测试结果偏差大，重新测试此标准点。选中需要重新测试的标准点，点击“执行标定”即可。
- (2) 测试完一个标准点，需进入“工作曲线”设置界面选中下一个标准点，然后点击“执行标定”键才可以，如果不选择需要测试的标准点，点击“执行标定”键后会覆盖上次测量的数据。

**3.1.2 标准曲线的备份/还原**

标准曲线建立完成后，可以点击“备份/还原”键对仪器工作曲线进行备份和还原。用户即使删除了工作曲线的信息，也可以通过还原键恢复删除的标准曲线，避免误删曲线造成的一系列麻烦。

### 1. 工作曲线备份:

点击“备份/还原”界面中的“备份”键，出现图 3-14 所示的对话框，提醒客户是否将所有的工作曲线备份到存储设备，点击“确定”备份成功，点击“取消”键，取消此操作，放弃工作曲线的备份。图 3-15 为工作曲线备份成功的界面。

### 2. 工作曲线还原:

点击“备份/还原”界面中的“还原”键，出现图 3-16 所示的对话框，提醒客户是否将当前备份还原至仪器，点击“确定”还原成功，点击“取消”键，取消此操作，放弃工作曲线的还原。

### 3. 工作曲线备份数据的删除:

点击“删除”键，出现图 3-17 所示的对话框，提醒客户是否删除当前的备份，点击“确定”删除成功，点击“取消”键，取消此操作，放弃当前备份的删除。

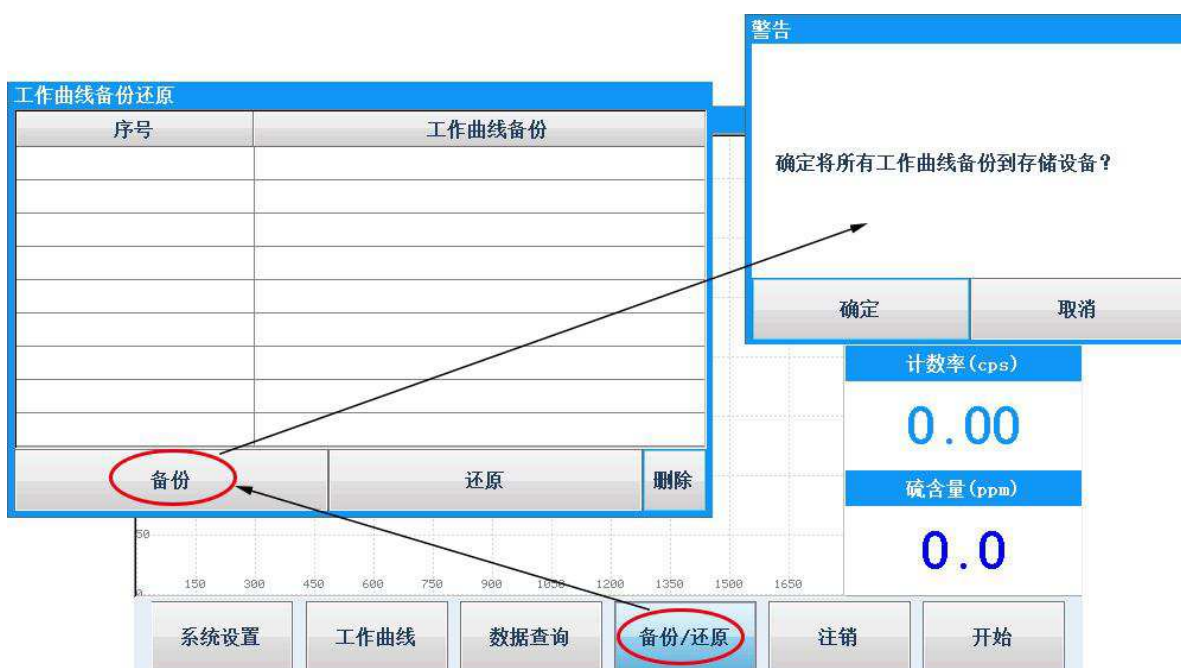


图 3-14 “备份/还原”中“备份”界面



图 3-15 “工作曲线备份”成功界面



图 3-16 “备份/还原”中“还原”界面



图 3-17 “备份/还原”中“删除”界面

### 3.2 曲线校准界面的操作说明

#### 3.2.1 曲线校准

仪器在出厂之前，厂家已经在软件中贮存了多条标准工作曲线，客户可根据需要自行选择标准曲线进行样品分析，但由于仪器长时间运行可能会产生漂移或测试环境不同等造成仪器漂移，如果不考虑仪器漂移，用原有的标准曲线去定量样品，会产生一定的误差。曲线校准功能主要用于校准各种环境等不同引起的仪器漂移产生的误差，曲线校准的公式见本说明书第 3.2.3 部分--仪器漂移校准的计算。通过曲线校准功能，软件自动校准测试数据，无需重做标准工作曲线，即可进行样品测试，保证了长期分析的准确性。仪器长时间运行产生的漂移，也可以通过新建标准工作曲线来消除，也就是标准工作曲线和样品测试在相同的条件下来完成。

用于曲线校准的标样可以是固体，也可以是液体，但是标样的性质要稳定，一般建议用高低两个浓度的标样进行校准。当仪器产生漂移时，只需要把校准的标样放入样品室，在此界面选中需要校准的标准点，

点击“执行校准”即可，两个校准点校准完毕，点击“查看曲线”即可查看校准后的曲线以及校准方程等，软件自动把校准系数应用到样品测试结果中。

**Note:**如果不使用曲线校准功能，则把曲线校准设置为“无效”状态

## 1.功能键介绍

点击“系统设置”中的“曲线校准”，出现如下图 3-18 所示界面，操作者可以对仪器进行校准。



图 3-18 “曲线校准”界面

- (1) “添加”键:用于增加标准校准点的个数。
- (2) “删除”键:用于删除选中的校准点。选中需要删除的校准点，点击“删除”键，软件出现如下图 3-19 所示的提示界面，提醒用户是否确定删除此基准点。点击“确定”此校准点被删除，点击“取消”键，取消此操作。



图 3-19 “曲线校准”中“删除”界面

- (3) “有效”或“无效”键:表示此曲线校准是否应用于样品测试结果中。当显示“无效”时，表示此曲线校准没有应用于样品测试结果的校准。当显示“有效”时，则表示此曲线校准已经应用于样品测试结果的校准。

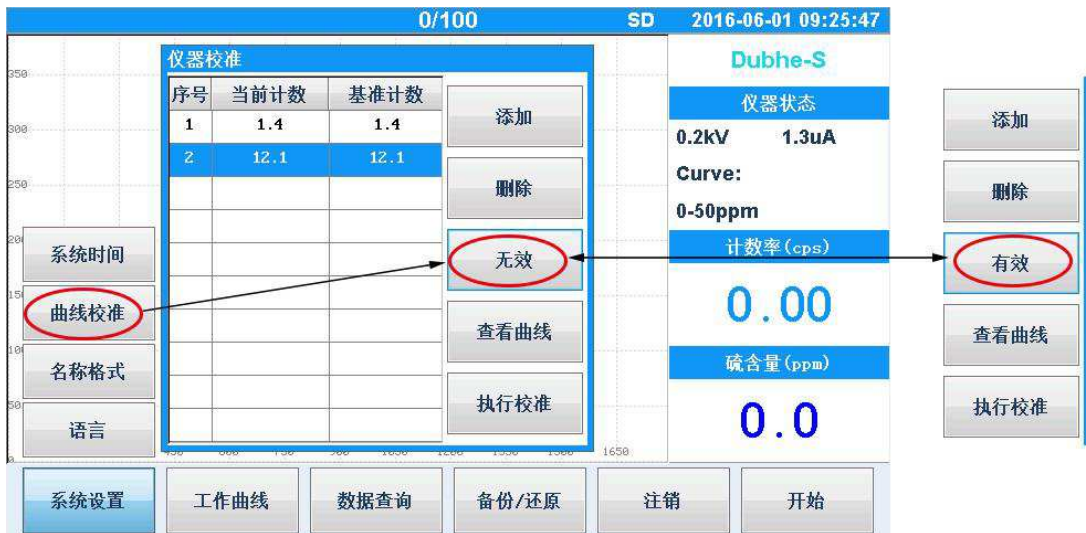


图 3-20 “曲线校准”中“有效/无效”界面

- (4)“查看曲线”键：用于查看校准曲线和校准方程等。
- (5)“执行校准”键：此功能键主要用于执行校准。

2. 曲线校准步骤（以 1 ppm 和 50 ppm 的标准溶液做曲线校准为例）

(1)点击“工作曲线”，根据现有标准样品的测试数据，查看 1ppm 和 50ppm 标准样品的 CPS 值。



图 3-21 “工作曲线”界面

(2) 进入“曲线校准”界面，点击“添加”键，出现输入基准计数的对话框，输入第一步中查到的 CPS 数值，点击“确定”，输入成功，基准计数列显示添加的数值。点击“取消”键，放弃添加基准点数，“退格”键用于删除输入的数据。



图 3-22 “曲线校准”中“添加”界面



图 3-23 “曲线校准”中“添加”完成界面

(3) 将校准标样放入样品仓中，选中需要测试的校准点后，点击“执行校准”键，出现如下图 3-24 所示的提醒界面，点击“确定”，对话框关闭，仪器进入测试状态。点击“取消”键，取消此操作，对话框关闭，回到曲线校准界面。



图 3-24 “执行校准”提醒界面

(4) 校准完毕，点击“查看曲线”即可查看校准曲线和校准方程等。



图 3-25 “曲线校准”中的“查看曲线”界面

(5) 点击“有效”或“无效”键，当显示为“有效”时，校准曲线生效。

### 3.2.2 校正系数

仪器使用过程中，应定期用标准样品进行校准，如果标准样品的测试结果偏低或偏高，除了通过曲线校准来调整，还可以通过添加校正系数来实现，如图 3-26。校正系数里面又包含灵敏度系数和校正量，其中灵敏度系数是指灵敏度降低到原来的多少倍，如 50 ppm 的标准样品几次的测试结果均为 45 ppm 左右，那么仪器的灵敏度降低到原来的 90%，此时的校正系数可以输入 0.9；校正量通常在仪器本底发生变化时使用，如不同含量的标准样品其测试结果总是比实际标称值高 0.5 ppm，此时将校正量选“-”输入值为 0.5，即在测试结果的基础上扣掉 0.5 ppm，使测试结果更准确。

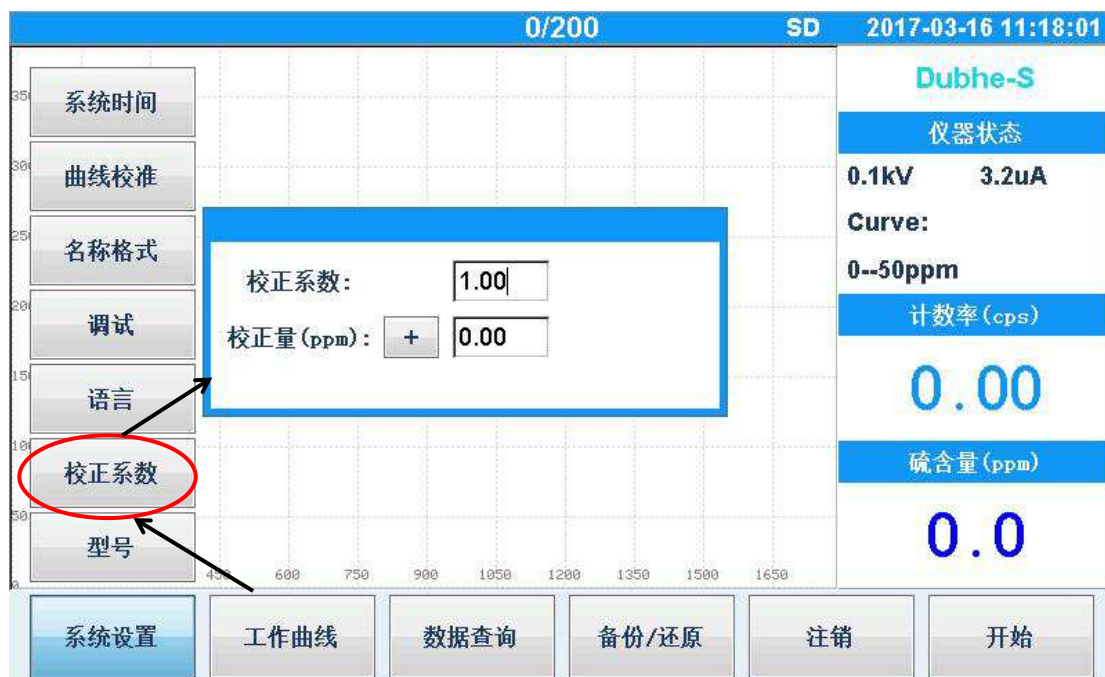


图 3-26 校正系数输入界面

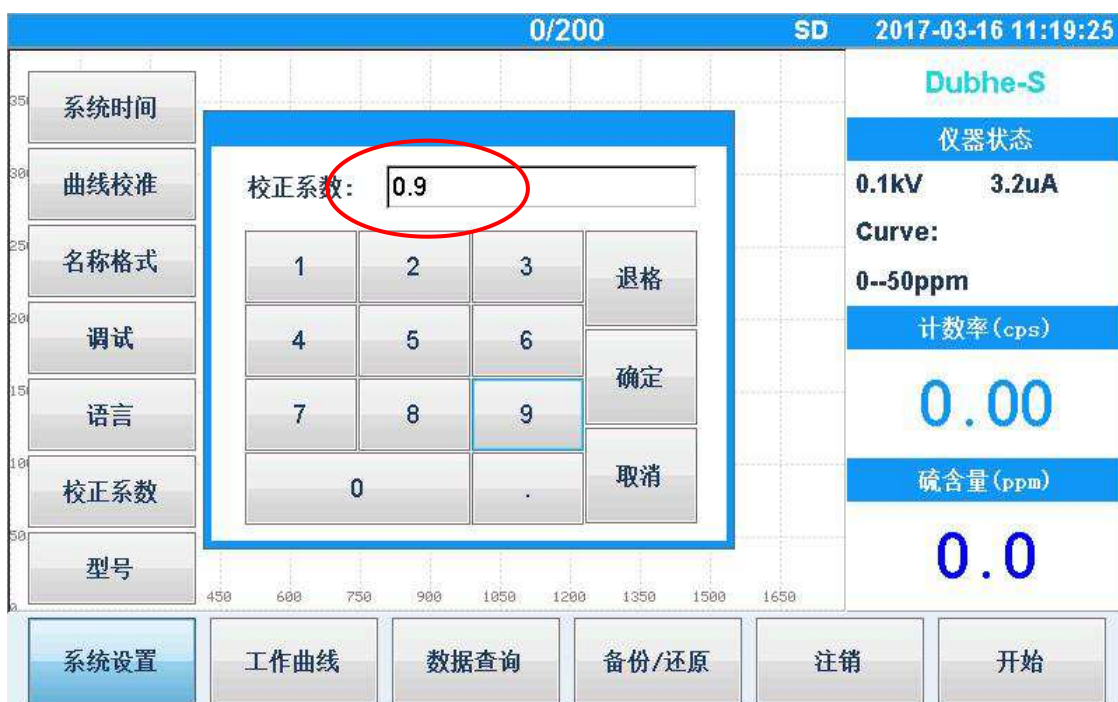


图 3-27 曲线灵敏度系数输入界面



图 3-28 曲线校正量输入界面

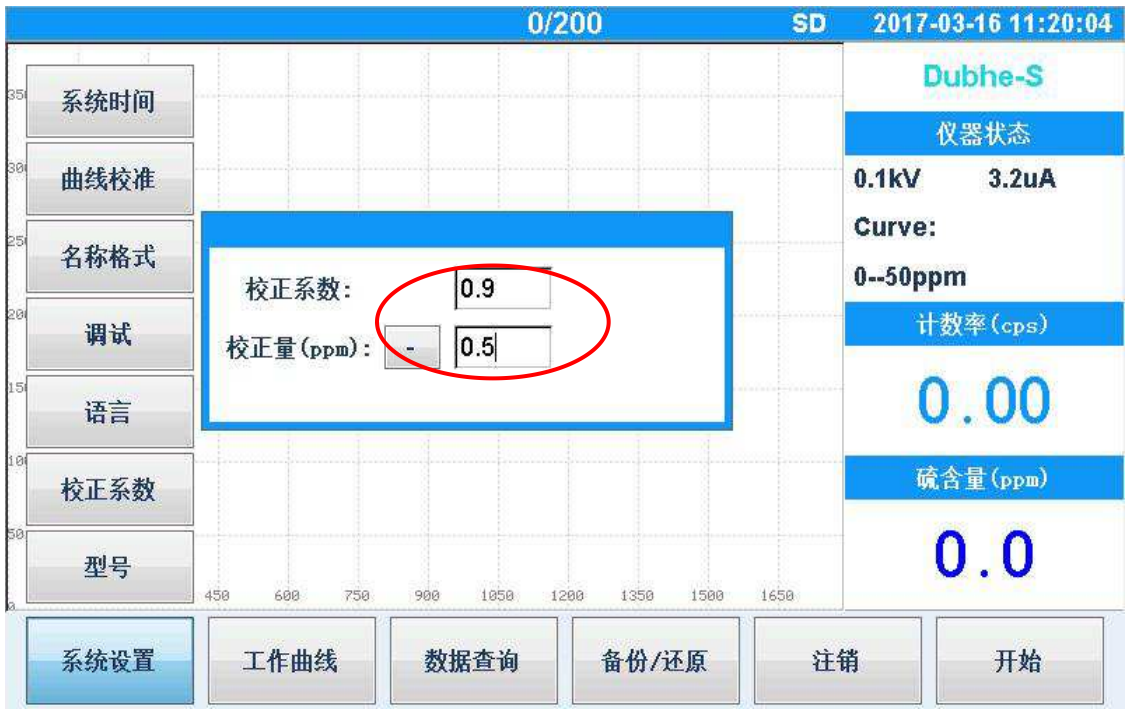


图 3-29 校正后的显示界面

以上的曲线校准和校正系数均是为了快速校准，从而得到相对准确的结果。如果有标准样品系列的话，最好的办法是重新做曲线。

3.2.3 校准标样的制备

- 1. 液体校准标样的制备  
选择合适的基体来稀释高浓度硫标样，制备出所需的校准标样，或者选择性质稳定的实际样品。
- 2. 固体校准标样的制备

固体校准标样为去除样品表面的污染并使所有样品的分析表面相同，必须进行表面处理。硬样品用砂纸或研磨机打磨，软样品用车床或铣床处理。有时也可用锉刀处理，或用切割面直接分析而不做研磨处理。

### 3.2.4 仪器漂移校准的计算

1. 用校准标样校正仪器漂移时，根据式(1)计算出一个漂移校正因子（F），F 代表着仪器灵敏度变化，如果没有采用漂移校准样品或者选择校准无效，F 就等于 1：

$$F=A/B\ldots\ldots\ldots(1)$$

式中：

F—校正因子；

A—校准时测定的漂移校正样品的计数率；

B—分析时测定的漂移校正样品的计数率。

2. 试样经过漂移校正修正过的计数率  $R_{corr}=F\times R_s\ldots\ldots\ldots(2)$ 式中：

F—漂移校正因子，由式(1)得到；

$R_s$ —试样的总计数率。

由  $R_{corr}$  计算试样的硫含量。

### 3.3 调试界面的操作说明

调试界面为本公司工程师调试仪器时使用，可能涉及到用户操作的为“感兴区”设置选项。当感兴区偏移时，可根据调试界面中显示的Channel数值，设置感兴区的数值。（一般设置的数值稍大于Channel显示的数值）

**Note:** 进入调试界面的方法为：登陆界面输入“Anchor”，点击“确定”后登陆到调试仪器界面。再点击“系统设置”→“调试”。



图3-30 输入密码界面



图3-31 设置感兴区界面

## 第 4 章 标准溶液及样品的制备

### 4.1 硫元素标准溶液的制备及分析条件

#### 4.1.1 试剂

- 二正丁基硫醚（优级纯）或高浓度 S 标准溶液。标有经过认证的硫含量，用此含量来计算配制的标准溶液中的精确的硫含量。
- 白油（矿物油）：其硫含量低于 1mg/kg，分析纯，或者其他硫含量低于 1mg/kg 的适当基体物质（异辛烷）。当预测样品的硫含量低于 200mg/kg 时，基体物质的硫含量也应纳入校正标准浓度的计算之内（见式（1））。当溶剂或试样的硫含量未知时，应测定其硫含量。用最纯级别的物质来校正。另外，测定其碳氢质量比也是非常重要的。

#### 4.1.2 设备与材料

- 经计量检验合格的容量瓶、移液管或移液枪等。

#### 4.1.3 玻璃器皿的处理

- 将所用的玻璃器皿用 20% $\text{HNO}_3$  浸泡 24h，用自来水冲洗干净后，再用蒸馏水冲洗 3~4 次，干燥后备用。

#### 4.1.4 标准贮备溶液

- 用适当的稀释液稀释纯硫标准至 500mg/kg。

#### 4.1.5 标准使用溶液的制备

- 移取不同体积的标准贮备溶液，用白油或其他适当的基体物质（异辛烷）稀释至体积。得到一系列不同浓度的校准样品，来制备校准曲线。

| 浓度    |       | 加入标准溶液的体积(ml) | 用异辛烷稀释至体积 |
|-------|-------|---------------|-----------|
| $C_0$ | 0.00  | 0.0           | 50        |
| $C_1$ | 1.00  | 0.1           | 50        |
| $C_2$ | 2.00  | 0.2           | 50        |
| $C_3$ | 5.00  | 0.5           | 50        |
| $C_4$ | 10.00 | 1             | 50        |
| $C_5$ | 20.00 | 2             | 50        |
| $C_6$ | 50.00 | 5             | 50        |

#### 4.1.6 仪器分析条件

| 项目   | 条件                 |
|------|--------------------|
| 管压   | 45KV               |
| 管流   | 1100 $\mu\text{A}$ |
| 测试时间 | 300s               |

## 4.2 氯元素标准溶液的制备及分析条件

### 4.2.1 试剂

- 高浓度氯标准溶液。标有经过认证的氯含量，用此含量来计算配制的标准溶液中的精确的氯含量。
- 白油（分析纯）。

### 4.2.2 设备与材料

经计量检验合格的容量瓶、移液管或移液枪等。

### 4.2.3 玻璃器皿的处理

- 将所用的玻璃器皿用 20% $\text{HNO}_3$  浸泡 24h, 用自来水冲洗干净后, 再用蒸馏水冲洗 3~4 次, 干燥后备用。

### 4.2.4 标准贮备溶液

- 用适当的稀释液稀释高浓度氯标准溶液至 500mg/kg。

### 4.2.5 标准使用溶液的制备

- 移取不同体积的标准贮备溶液，用无硫白油或其他适当的基体物质稀释至体积，得到一系列不同浓度的校准样品，来制备校准曲线。

| 浓度             |       | 加入标准溶液的体积(ml) | 用异辛烷稀释至体积 |
|----------------|-------|---------------|-----------|
| C <sub>0</sub> | 0.00  | 0.0           | 50        |
| C <sub>1</sub> | 1.00  | 0.1           | 50        |
| C <sub>2</sub> | 2.00  | 0.2           | 50        |
| C <sub>3</sub> | 5.00  | 0.5           | 50        |
| C <sub>4</sub> | 10.00 | 1             | 50        |
| C <sub>5</sub> | 20.00 | 2             | 50        |
| C <sub>6</sub> | 50.00 | 5             | 50        |

### 4.2.6 仪器分析条件

| 项目   | 条件                 |
|------|--------------------|
| 管压   | 45KV               |
| 管流   | 1100 $\mu\text{A}$ |
| 测试时间 | 300s               |

## 4.3 取样和样品制备

### 4.3.1 样品测试种类及制备

DUBHE 系列单波长色散 X 射线荧光光谱仪可以测试固体样品、液体样品以及粉末等样品。液体样品必须用专用样品杯进行分析。固体样品可以直接放在检测窗口进行分析。

1. 固体样品：为去除样品表面的污染并使所有样品的分析表面相同，必须进行表面处理。硬样品用砂纸或研磨机打磨，软样品用车床或铣床处理。有时也可用锉刀处理，或用切割面直接分析而不做研磨处理。
2. 粉末样品：将样品混合均匀后倒入样品杯中直接检测。或者将粉末样品破碎成细小颗粒并混合均匀，将适量的粉末样品直接与黏合剂混合后压制成片状样品。

注意：

- (1) 对于粉末样品，由于粒度效应等的影响，X 射线强度与浓度可能不成正比。此时，在分析之前可将样品制成玻璃体以使其均匀。制成的玻璃体称为玻璃熔片。常用的熔剂是  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ （或其他材料）。
  - (2) 金属屑等金属粉末样品在分析之前要进行重熔使其成为块状样品。常用的设备是离心铸模机。在重熔之后，样品按固体金属样品进行处理和分析。
3. 液体样品：DUBHE 系列单波长色散 X 射线荧光光谱仪主要用于石油或石油产品中硫、氯的测定，一般为液体样品。液体样品可直接进行测试，高浓度样品经相应的稀释液稀释后即可直接进行测试。

#### 4.3.2 取样及取样注意事项

1. 按照 GB/T 4756 规定的方法取样。
2. 对于汽油样品，取样和样品准备时要特别小心，防止样品的挥发引起硫含量的变化。汽油要储存在密闭的容器中，分析测试前要一直存放在  $0^\circ\text{C} \sim 4^\circ\text{C}$  的环境下。样品从原容器中取出后要尽可能快的进行分析，不应让原容器敞开时间过长。
3. 单波长色散 X 射线荧光光谱分析本质上是表面分析，因此，要确保样品表面不受污染，尤其是固体样品。
4. 如果使用的是可重复使用的样品杯时，每次使用前应清洁样品杯并使之干燥，一次性样品杯不能重复使用。
5. 每测定一个样品都要使用新的 X 射线透明薄膜，避免接触样品杯的内部、窗口薄膜部分，或暴露于 X 射线的仪器窗口。分析低硫含量样品时，指纹印上的油污会影响测定结果，薄膜起皱也会影响硫的 X 射线透射强度。为了确保试验结果的可靠性，应保持薄膜拉紧和清洁。
6. 为了使样品测试结果更准确，建议标准系列和样品使用同一种膜。每批薄膜的杂质和厚度会有差别，都会影响低硫含量样品的测定结果。因此使用新的薄膜前，应对校准情况进行核对，用标准检查样品来确定校准的可靠性。
7. 分析样品与标准校准样品的介质要保持一致或相似介质，以免产生误差。
8. 待测样品含有大量乙醇和甲醇的燃料时，其氧含量高，会明显吸收硫的  $K_\alpha$  辐射，造成硫含量测定值偏低。不过用校正因子进行校正（用白油校准时）或者校准样品与待测样品的基体物质一致，也可用于分析。
9. 样品杯上方要开有一个通气孔，以防止薄膜因为液体蒸发变成弓形。

10. 冷却汽油或其他相似的易挥发的样品，保持在贮存状态下的完整性，但在测定前，应将其升到室温。在周围环境放置一段时间，然后用于样品分析。

### 4.3.3 测试样品的制备过程

1. 将测试样品从样品杯开口端倒入杯中，确保最小深度 5mm（至少 1ml），超过此深度不会影响结果。



图 4-1 转移样品至样品杯中

2. 将盛有样品的样品杯平放在压膜装置的杯座上，将杯环向下压紧，直至压环和杯口平齐。



图 4-2 压膜过程

3. 测试样品装好后，将样品杯放入仪器样品仓中进行分析。样品在样品杯中存放的时间越短越好，尤其是汽油样品。



图 4-3 样品杯放于样品仓

## 4.4 样品计算和分析

### 4.4.1 校准样品的计算和分析（以二正丁基硫醚为例）

1. 选择合适的基体来稀释二正丁基硫醚，制备出一系列标准样品，其硫含量要覆盖预期的含量范围（最高 500mg/kg）。精确计算出每一个标准样品中的硫含量（mg/kg）。在计算硫含量低于 0.02%（质量分数）（200mg/kg）的样品时，要考虑到基体物质中的硫含量，用下式(1)来计算：

$$S = [(m_{DBS} \times S_{DBS}) + (m_{WO} \times S_{WO})] / (m_{DBS} + m_{WO}) \dots \dots \dots (1)$$

式中：

S—校准样品中的硫含量，用%（质量分数）表示；

$m_{DBS}$ —二正丁基硫醚的实际质量，单位为克（g）；

$S_{DBS}$ —二正丁基硫醚中的硫含量，一般为 21.91%（质量分数）；

$m_{WO}$ —异辛烷的质量，单位为克（g）；

$S_{WO}$ —异辛烷的硫含量，用%（质量分数）表示。

2. 测量荧光强度

测量每一个标准样品中硫的X荧光强度（计数率 $R_s$ ）。

3. 对校准测量做线性回归

校准曲线在 0.10%（质量分数）范围内的硫含量呈线性。线性回归方程见式(2)：

$$R_s = Y + (E \times S) \dots \dots \dots (2)$$

$R_s$ —硫的 X 射线荧光强度总计数率,计数/s；

S—硫含量，mg/kg，取决于校正变量 Y、E 的值；

Y—校正曲线的截距,计数/s；

E—校正曲线的斜率,计数 kg/s.mg。

### 4.4.2 实际样品的计算和分析

1. 如果待测样品的  $R_s$  大于校准曲线上最大的计数率，则用与制备标准样品相同的基体材料来定量稀释样品，使其计数率在校准曲线的范围内，稀释后的硫含量计算方式见式(3)。

稀释试样的硫含量：

$$S = S_b \times [(m_s + m_o) / m_s] \dots \dots \dots (3)$$

式中：

S—试样的硫含量，%（质量分数）；

$S_b$ —试样稀释后硫含量，%（质量分数）；

$m_s$ —试样的质量，g；

$m_o$ —稀释剂的质量，g。

2. 如果试样是经过定量稀释的，同时又要考虑基体中的硫含量影响。原试样的硫含量按下式(4)计算：

$$S_o = [S_d \times (M_o + M_b) / M_o] - [S_b \times (M_b / M_o)] \dots \dots \dots (4)$$

式中：

$S_d$ —稀释后试样的硫含量, mg/kg;

$M_o$ —原来试样的质量, g;

$M_b$ —用来稀释试样的基体材料的质量, g;

$S_b$ —稀释剂的硫含量, mg/kg。

## 第 5 章 仪器维护及故障排查

### 5.1 仪器的维护

1. 仪器表面为喷塑和喷漆涂层，为保持仪器表面清洁，可使用干净的纱布蘸取稀释的洗洁精擦拭，再用干净湿纱布擦洗，或丙酮擦拭。切忌用酒精擦拭而导致仪器表面发生掉漆现象；
2. 样品测试完毕，一定要将样品从样品仓中取出，尤其是液体样品，禁止长时间放于样品仓中，以防样品渗漏到仪器内部，损坏仪器；
3. 样品室上盖开启或关闭时，要轻开轻放，以防损坏 X 射线和高压电源安全装置开关；
4. 氢气发生器工作显示液位应在正常范围内；
5. 观察氢气发生器过滤器中的硅胶，若变为红色，可将变色硅胶取出并放置于搪瓷托盘或玻璃器皿中，使用恒温干燥箱，保持温度在 104℃ 烘干 1 小时即可。

**Note:** 安装氢气发生器过滤器时，请务必保证密封圈完好，以免造成漏气。

### 5.2 常见故障的现象及排除

1. 故障现象：稳定性指标检定时，信号不稳；  
排除方法：检查电网电源是否稳定或接地否。
2. 故障现象：测试固体标样时，计数率明显降低；  
排除方法：可能 X 射线光斑位置改变，也可能分析晶体有污染等，如果客户发现计数率明显偏低，请联系厂家技术人员，请勿自行拆卸仪器。
3. 故障现象：测试样品时峰位明显，计数率很低，峰位选择明显有偏差；  
排除方法：在调试窗口检查感性区是否选错，峰位输入值是否和已知峰位相同。仪器出厂时，感性区已经设置好，但每台仪器的感性区会有所不同，如果从一台仪器上备份了标准曲线的数据到另一台仪器，则感性区就会随之改变。如果感性区选错，请修改感性区即可。



图 5-1 感性区选择和界面

4. 故障现象：仪器测试样品，显示屏显示 cps 数值正常，硫含量数值为 0。

排除方法：曲线校准界面，检查曲线校准为有效还是无效，更改为无效状态。

5. 故障现象：SD 卡数据读取出现显示错误，无法正常存取数据；

排除方法：重启仪器或插拔 SD 卡。

6. 故障现象：SD 卡备份、恢复曲线时出现无法读取存储信息的提示或 SD 卡备份异常，时好时坏。

排除方法：通过重启仪器或插拔 SD 卡，考察上述情况能否解决。如果仪器开机后，还是不能解决此问题，可能仪器软件出现异常，请与生产厂家联系。

7. 故障现象：仪器测试过程中高压电源运行不稳定，有时管流管压降为 0，提示高压电源错误。

排除方法：仪器关机后重新启动。如果仪器重启不能解决，请与生产厂家联系。

8. 故障现象：氢气发生器发出报警声。

排除方法：氢气发生器中水的工作液位超出了仪器本身规定的液位限，如果低于最低液位限，添加去离子水。如果高于上液位限，吸出一部分溶液即可。

公司地址：北京市通州区永顺镇温榆河西路金融街园中园六号院 11 号楼

邮编：101199

网址：<http://www.anchorwisdom.com>

E—mail:[service@anchorwisdom.com](mailto:service@anchorwisdom.com)

服务电话：010-80542686 转 810

传真：010-80542628

投诉建议：010-80542686