

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

XX/T XXXX—XXXX

便携式 X 射线荧光现场分析技术规程

Code of practice for field analysis of portable X-ray fluorescence

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国自然资源部 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语、定义和缩略语	1
3.1 术语与定义	1
3.2 缩略语	3
4 总则	3
5 仪器设备	4
5.1 PXRFA 的基本要求	4
5.2 PXRFA 的主要技术指标	5
5.3 配件	6
6 现场分析参考样品	6
6.1 单元素样品	6
6.2 现场校准样品	6
6.3 空白样品	6
6.4 标准参考物质	7
7 仪器准备	7
7.1 仪器检查	7
7.2 仪器校准	7
8 现场分析	8
8.1 仪器设置与现场校准	8
8.2 岩（矿）石露头原位分析	8
8.3 土壤原位分析	9
8.4 岩心取样分析	9
8.5 块状岩（矿）石标本取样分析	10
8.6 粉末样品取样分析	10
8.7 现场分析质量监控测量	11
8.8 现场记录与整理	11
9 现场分析质量控制	11
9.1 现场原位分析质量控制	11
9.2 现场取样分析质量控制	12
10 报告提交	12
附录 A（规范性附录） RSFE、IDL、仪器稳定度的计算方法	13

附录 B（规范性附录）	便携式 X 射线荧光分析仪功能检查表.....	15
附录 C（规范性附录）	便携式 X 射线荧光分析仪校准记录表.....	16
附录 D（规范性附录）	便携式 X 射线荧光分析仪现场分析记录表.....	17
附录 E（资料性附录）	便携式 X 射线荧光现场分析报告格式.....	18
附录 F（资料性附录）	便携式 X 射线荧光现场分析数据报表.....	19
参考文献	20

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会（SAC/TC 93）归口。

本文件主要起草人：葛良全、程锋、赖万昌、张庆贤。

本文件起草单位：成都理工大学

便携式 X 射线荧光现场分析技术规程

1 范围

本文件规定了便携式 X 射线荧光现场分析技术的仪器及校准、操作方法、现场分析及其质量控制、质量检查等基本要求。

本文件适用于地质矿产勘查中使用便携式 X 射线荧光仪进行的现场原位分析和现场取样分析工作。工业过程分析、商检、环保和考古等领域中应用便携式 X 射线荧光现场分析工作的也可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GBZ 115 X 射线衍射仪和荧光分析仪防护标准

GB/T 4075 密封放射源 一般要求和分级

DZ/T 0011 地球化学普查规范（1:50000）

DZ/T 0145 土壤地球化学测量规范

3 术语和定义、缩略语

3.1 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1.1

便携式 X 射线荧光分析技术 portable X-ray fluorescence analytic Technology

基于能量色散 X 射线荧光分析原理，使用便携式 X 射线荧光分析仪器，对待测目标体中一种或多种元素进行定性和定量分析的技术。

3.1.2

现场分析 field analysis

现场原位分析和现场取样分析的总称。

3.1.2.1

现场原位分析 field in situ analysis

在野外天然产状条件下，将便携式 X 射线荧光分析仪的探测窗直接置于原生岩（矿）石露头或土壤或其它样品的表面，获取待测目标体中元素种类和元素含量的分析方法。

3.1.2.2

现场取样分析 field sampling analysis

在野外工作条件下，利用便携式 X 射线荧光分析仪对现场采集的岩心、块状岩（矿）石标本、粉末样品进行现场快速分析，以获取待测目标体中元素种类或元素含量的分析方法。

3.1.3

放射性统计涨落误差 radioactive statistic fluctuating error

因放射性统计涨落而引起的便携式 X 射线荧光分析仪现场分析元素含量的误差。以便携式 X 射线荧光仪仪器谱上特征 X 射线特征峰净峰面积计数的相对均方差表示。

3.1.4

仪器检出限 instrument detection limit

在无显著干扰条件下，便携式 X 射线荧光分析仪能检测出待测目标体中待测元素的最小含量值。以质量分数表示。

3.1.5

仪器稳定度 instrument stability

便携式 X 射线荧光分析仪测定相同目标体中某一元素含量随时间保持不变的能力。以便携式 X 射线荧光分析仪开机连续工作 T 段时间 ($T \geq 4h$)，n 次分析 ($n \geq 30$) 相同目标体中某标注元素含量的相对均方差来表示。

3.1.6

标注元素 marked element

用户在便携式 X 射线荧光分析仪上设置显示含量的元素。

3.1.7

报警元素 warning element

用户在便携式 X 射线荧光分析仪上设置一定含量限值的元素。现场分析时，当待测目标体中的这些元素含量超过设定的限值时，仪器通过特殊显示或其它方式向操作者发出提示。

3.1.8

有效探测面积 effective detection area

便携式 X 射线荧光分析仪在待测目标体表面可有效激发并能有效探测特征 X 射线的待测目标体的表面面积。

3.1.9

基体效应 matrix effect

待测目标体中非待测元素物质组分变化对便携式 X 射线荧光分析仪现场分析待测元素含量准确度的影响。

3.1.10

不平度效应 unevenness effect

待测目标体测量面凹凸不平对便携式 X 射线荧光分析仪现场分析待测元素含量准确度的影响。

3.1.11

含水量效应 water content

待测目标体含水量对便携式 X 射线荧光分析仪现场分析待测元素含量准确度的影响。

3.1.12

不均匀效应 heterogeneous effect

待测目标体中含待测元素的矿物颗粒分布不均匀或矿化不均匀对便携式 X 射线荧光分析仪现场分析待测元素含量准确度的影响。

3.2 缩略语

下列缩略语适用于本文件。

3.2.1

IDL

Instrument Detection Limit 仪器检出限

3.2.2

PXRFA

Portable X-ray Fluorescence Analyzer 便携式 X 射线荧光分析仪

3.2.3

RSD

Relative Standard Deviation 相对标准偏差

3.2.4

RSFE

Radioactive Statistic Fluctuating Error 放射性统计涨落误差

4 总则

4.1 应用 PXRFA 对地质矿产勘查中的待测目标体的成矿元素及其伴（共）生元素进行现场快速定性、定量分析，单次分析时间一般为 20s~300s。

4.2 便携式 X 射线荧光现场分析技术对待测目标体的有效探测范围是 PXRFA 的有效探测面积与目标元素特征 X 射线在待测目标体中穿透深度的乘积。有效探测面积越大，则分析结果的代表性越好。

4.3 便携式 X 射线荧光现场分析的准确度受待测目标体的基体效应、不平度效应、含水量效应、不均匀效应等影响。基体效应主要表现为待测目标体中某些共存元素对待测元素特征 X 射线的特征吸收效应与特征增强效应，在现场分析中总是存在的，与 PXRFA 的性能没有关系。不平度效应是由于测量面的凹凸不平改变了 PXRFA 的有效探测面积和源样距（激发源到测量面的距离），从而影响到测量结果。含水量效应则受待测目标体含水量多少决定，通常同一目标体含水量越多，被激发的元素特征 X 射线发生散射的几率就越大，测量结果会偏低，较小原子序数元素比较大原子序数元素受含水量效应影响要大。不均匀效应也是现场 X 射线荧光分析过程中不可避免的因素之一，增大 PXRFA 的有效探测面积和采用多点测量取平均值，是减少不均匀效应的有效方法，但不能完全消除。

4.4 在区域地质调查和区域矿产调查中应用 PXRFA 在岩（矿）石上测量，可现场实时掌握岩（矿）石中肉眼难以分辨的元素种类或不能评估的元素含量范围，及时指导地质采样；在物、化探异常的二级与三级异常查证和矿点检查中，应用 PXRFA 可以现场发现异常源，及时追踪异常和评价异常。应用 PXRFA 在钻孔岩心、探槽壁、坑道壁等原生岩（矿）石露头上现场快速测定成矿元素及伴（共）生元素的含量，不仅可现场指导地质采样和地质勘探工程的进程，而且可现场圈定矿（化）范围，估算矿层品位。

4.5 本文件采用国际单位制（SI）单位。元素含量采用质量分数表示，常量元素含量以%为单位，微量元素含量以 10^{-6} 为单位。

4.6 本文件涉及低活度放射源或射线装置，但并未对与此有关的所有安全问题提出建议。因此，用户在使用本文件之前有必要建立适当的安全防范措施，并确定适当的管理制度。在 PXRFA 工作时，应避免抓握 PXRFA 探测窗和将探测窗对着自己或任何人，应避免肉眼观察 X 射线主光束路径。在使用放射性核素源作为 X 射线激发源的 PXRFA，放射性核素源的使用、存贮和运输应符合 GB/T 4075 的规定。在使用 X 射线发生器作为激发源的 PXRFA 时，应符合 GBZ 115 的规定，并按照仪器厂家的安全说明书进行操作。

5 仪器设备

5.1 PXRFA 的基本要求

5.1.1 PXRFA 应便于携带，可实现野外现场快速操作，能够对待测目标体中一种或多种元素进行定性和定量分析。

5.1.2 作为 PXRFA 的 X 射线激发源可分为放射性核素源和微型 X 射线发生器两类。一般用于 PXRFA 的放射性核素源主要有 ^{55}Fe 、 ^{238}Pu 、 ^{241}Am 、 ^{109}Cd 等，活度一般在 V 类放射源活度范围，常用的放射性核素源发出的 γ （或 X）射线能量、分支比和激发元素范围见表 1 所示。

表 1 几种常见用于 PXRFA 放射性核素源的主要参数指标

核素	半衰期 (a)	光子能量 (keV)	光子产额 (光子/蜕变)	使用活度 ($\times 10^8\text{Bq}$)	激发元素范围	
					K 系	L 系
^{238}Pu	86	13.44 $\text{UL}_{\alpha 2}$	总 0.130	11.1~37.0	22~42	56~92
		13.61 $\text{UL}_{\alpha 1}$				
		16.43 $\text{UL}_{\beta 2}$				
		17.22 $\text{UL}_{\beta 1}$				
		20.16 $\text{UL}_{\gamma 1}$				
		45.00 γ				
^{241}Am	458	13.76 $\text{NpL}_{\alpha 2}$	0.135	1.85~3.7	22~42	56~92
		13.96 $\text{NpL}_{\alpha 1}$				
		16.84 $\text{NpL}_{\beta 2}$	0.184			
		17.74 $\text{NpL}_{\beta 1}$				
		20.77 $\text{NpL}_{\gamma 1}$	0.05			
		26.35 γ	0.025			
		33.20 γ				
	59.66 γ	0.359		42~69		

续表 1

核素	半衰期 (a)	光子能量 (keV)	光子产额 (光子/蜕变)	使用活度 ($\times 10^6$ Bq)	激发元素范围	
					K 系	L 系
^{109}Cd	1.24	22.11 AgK $_{\alpha}$	1.01	1.11~3.7	22~44	70~92
		24.95 AgK $_{\beta}$				
		88.00 γ	0.04		57~82	
^{55}Fe	2.7	5.898 MnK $_{\alpha}$	0.25	3.7~7.4	14~23	
		6.50 MnK $_{\beta}$				

微型 X 射线发生器（由微型 X 射线管和高压电源组成）的管压和管流应连续可调，常见不同靶材 X 射线发生器的适用范围见表 2。

表 2 常见 X 射线发生器的工作电压、靶材、主要分析对象和可激发的元素范围

工作电压 (kV)	靶材	主要分析对象	可激发的元素范围
10~30 可调	铑 (Rh)	适合轻、重元素分析(对 Ag、Cd、Pb 有干扰)	K 系: Na~U
10~20 可调	铬 (Cr)	主要用于轻元素分析	K 系: Na~Ti, L 系: Zn~Ba
10~30 可调	钼 (Mo)	主要用于中等和重元素分析	K 系: V~Sr, L 系: La~Pb
10~35 可调	钨 (W)	主要用于中等和重元素分析	K 系: V~Ba, L 系: La~U

5.1.3 PXRFA 的 X 射线探测器应具有较高能量分辨率、较大的有效灵敏面积和足够的灵敏区厚度。应采用电制冷半导体探测器，对 ^{55}Fe 源放出的 MnK $_{\alpha}$ 特征 X 射线（能量为 5.9keV）能量分辨率（特征峰的半高宽度）应不大于 190eV，探测器的有效面积应大于 5 mm²，灵敏区厚度应大于 300 μm 。

5.1.4 PXRFA 的探测窗应采用铍片或聚酯薄膜封闭，对目标元素特征 X 射线具有高的透过率，探测窗的短轴距应不小于 15mm。

5.1.5 PXRFA 的脉冲信号调节与处理的电子线路单元应具有 X 射线发生器控制、X 射线谱采集与处理、测量过程控制和将目标元素特征 X 射线强度转换成元素含量的功能。

5.1.6 PXRFA 须配置显示器，使操作人员能够在现场分析过程中及时了解被测对象的分析结果，能够直接显示待测目标体中目标元素含量及 RSFE，且具有查看已分析点或样品的历史分析数据功能。

5.1.7 PXRFA 显示器须具备人工交互式输入被测点位或样品的标志量（如测线号，测点号，样品号等）和人工交互式设置测量模式、分析时间等功能。

5.1.8 PXRFA 须具有至少一种通用的标准通信接口（如 USB、蓝牙、RS232 等标准通信接口），并具有与外部设备的数据传输功能。

5.1.9 PXRFA 须具有 1GB 以上的数据存贮能力。

5.2 PXRFA 的主要技术指标

5.2.1 可分析元素范围

铝 (Z=13) ~ 铀 (Z=92)。

5.2.2 IDL 要求

PXRFA 应达到表 3 所要求的 IDL，IDL 的具体计算方法按附录 A 计算。

表 3 常用 PXRFA 部分元素的 IDL

IDL 的值(10^{-6})		元素种类
IDL	≤ 10	Co、Ni、Cu、Zn、Ga、Ge、As、Se、Rb、Sr
	≤ 50	Ti、V、Cr、Mn、Fe、Ag、Sn、Sb、Ba、Zr、U、Y、W、Mo、Bi、Nb
	≤ 100	K、Ca、Tc
	≤ 1000	Al、Si、P、S、Cl

5.2.3 连续工作时间

PXRFA 开机后可连续正常工作时间不少于 4h，且仪器稳定度优于 10%。

5.2.4 工作温度与湿度

温度范围： $-10^{\circ}\text{C}\sim 50^{\circ}\text{C}$ ；

相对湿度范围： $\leq 90\%$

5.3 配件

5.3.1 手动压样器

手动压样器主要用于将土壤样品、粉末样品压制成饼状样品，以供 PXRFA 进行测量的装置。手动压样器应具有压力表，量程不小于 40MPa，饼状样品厚度不小于 4mm，饼状样品面积应不小于 PXRFA 探头的有效探测面积。

5.3.2 专用样品杯

专用样品杯一般由杯身、样杯套、薄膜构成，用可更换的能被 X 射线穿透的专用聚酯薄膜作窗口，样品杯的可装样最小深度应不小于 7mm，样品杯底部面积应大于 PXRFA 探头的有效探测面积。

5.3.3 备用电池或电池组

仪器除配备一组可充电电池或电池组外，另应配备一组同类的电池或电池组。

6 现场分析参考样品

6.1 单元素样品

测定的单元素在基质中其它元素不会对其特征 X 射线谱产生明显影响的样品。单元素样品主要用于 PXRFA 的能量标定，也可用于定期对 PXRFA 能量分辨率的检查。单元素样品应制成饼状，且具有一定的耐磨性和不易潮解，单元素的含量应在 1%~5%之间。

6.2 现场校准样品

经具有地质实验测试分析资质分析过，有确定的推荐值，且在地质矿产勘查目标区域具有一定代表性的样品。现场校准样品应制成饼状，且具有一定的耐磨性和不易潮解，在野外测量周期内可多次使用。

6.3 空白样品

标注元素含量低于 IDL 的样品。用于监控交叉污染及检验仪器可能引起的污染或干扰。常采用高纯的二氧化硅或高纯硼酸或聚乙烯为基体。空白样品应制成饼状，且具有一定的耐磨性和不易潮解，在野

外测量周期内可多次使用。

6.4 标准物质

标准物质应采用国家一级地球化学标准物质和矿石标准物质，且该标准物质已被我国地质分析实验室或中心所采用。标准物质主要用于对 PXRFA 的元素含量标定、质量监控和准确度与精密度的评估。

7 仪器准备

7.1 仪器检查

7.1.1 按照厂家提供的说明书，检查仪器及其配件是否齐全，并正确安装仪器。

7.1.2 打开仪器电源开关，检查仪器的各项功能是否正常。按 PXRFA 功能检查表（见附录 B）中各功能项进行检测并记录仪器工作状态信息。当检查结果出现不正常情况时，应调试后再次检查确认，直至正常为止，不正常的仪器不能用于现场分析工作。

7.1.3 检查仪器稳定度。按照附录 A 中有关 PXRFA 稳定度测量方法检查仪器稳定度，仪器稳定度用 RSD 来表征，RSD 应控制在 10% 以内。按照附录 A 中有关便携式 X 射线荧光仪器稳定度测量方法记录仪器稳定度测量结果。

7.2 仪器校准

7.2.1 根据野外地质矿产勘查工作任务需要，明确可能的测量类型（如基岩露头、矿石、土壤或水系沉积物等），以及可能的测量元素种类及含量范围。

7.2.2 根据测量类型和测量元素种类及含量范围，确定测量模式。

7.2.3 在确定的测量模式下，先行测量空白样品。测量 2~3 次，单次测量时间不小于 200s，要求仪器对空白样品的元素报出率应为零。

7.2.4 在确定的测量模式下，测量现场校准样品或者标准参考物质。测量 2~3 次，仪器应报出现场校准样品的标注元素及含量，且标注元素的 RSFE 应不大于 10%。

7.2.5 仪器校准误差限要求：各元素含量的准确度用下式(1)评价，并达到表 4 的误差限要求：

$$\Delta \lg C = \lg C_i - \lg C_s \quad \text{-----} \quad (1)$$

式中：

C_i ——校准样品中各元素的仪器分析实测值；

C_s ——校准样品中各元素的推荐值。

若 FPXRF 仪准确度未达到表 4 的误差限要求，则应查找原因，调整仪器，重新标定仪器。

表 4 PXRFA 准确度检查误差限要求

计算公式		含量范围	
		检出限三倍以内	检出限三倍以上
准确度	$\Delta \lg \bar{C} = \left \lg \bar{C}_i - \lg C_s \right $	≤ 0.20	≤ 0.15

7.2.6 仪器校准记录

7.2.6.1 按照附录 C 中 PXRFA 的校准记录表格式，在表头一栏填写测量地点、气候条件、仪器操作者姓名、记录者姓名、测量日期、仪器型号及编号等信息。

7.2.6.2 在附录 C 表格中的校准样品栏填写空白样品和现场校准样品的编号或存档文件号；在元素和 RSFE 栏填写分析结果；在测量时间栏填写校准标样的起始测量时刻的时间（应精确到分钟）；在测量模式栏填写仪器的测量模式。

7.2.6.3 计算空白样品、现场校准样品两次或两次以上标注元素含量和 RSFE 的平均值，并填写在附录 C 的平均值栏。

7.2.6.4 以标注元素含量的平均值和现场校准样标注元素含量参考值，按表 4 中准确度公式计算校准标样各标注元素含量的对数误差，并填写在附录 C 的分析误差栏。

8 现场分析

8.1 仪器设置与现场校准

8.1.1 仪器设置

8.1.1.1 设置测量模式：根据被测对象确定仪器现场测量模式。对岩石露头原位测量分析，选用岩石原位测量模式；对矿石露头原位测量分析，选用矿石原位测量模式；对土壤原位测量分析，选用土壤原位测量模式；对粉末样品测量，选用粉末样测量模式。

8.1.1.2 设置标注元素和报警元素：根据地质矿产勘查工作的需要，设置标注元素的种类与个数；设置报警元素的质量分数限值。元素报警限值应大于该元素的两倍 IDL。

8.1.1.3 设置测量时间：根据现场分析的精密度要求选择测量时间，长时间测量可获得较高的现场分析精密度。仪器校准测量，单次测量时间应不小于 200s；对元素含量较低（如 $<0.01\%$ ）的样品，单次测量时间可选择 200~300s；对元素含量较高（如 $>1.0\%$ ）的样品，单次测量时间可选择 20~100s。

8.1.2 现场校准

8.1.2.1 空白样品测量：在确定的测量模式下，测量空白样品，应测量 2~3 次，单次测量时间不小于 200s，仪器的元素报出率应为零。

8.1.2.2 现场分析参考样品测量：在确定的测量模式下，测量现场分析参考样品，现场分析参考样品可选择单元素样品、现场校准样品或标准参考物质。应测量 2~3 次，标注元素的 RSFE 应不大于 10%，标注元素含量的准确度应达到表 4 的误差限要求。

8.1.2.3 现场校准记录：

a) 按照附录 C 便携式 X 射线荧光分析仪现场校准记录表格式，在表头栏填写测量地点、气候条件、仪器操作者姓名、记录者姓名、测量日期、仪器型号及编号等。

b) 在附录 C 表格中的校准样品栏填写空白样品和现场分析参考样品的编号或存档文件号；在元素和 RSFE 栏填写分析结果；在测量时间栏填写校准标样的起始测量时刻的时间（应精确到分）；在测量模式栏填写仪器的测量模式。

c) 计算空白样品、现场分析参考样品两次或两次以上标注元素和 RSFE 的平均值，并填写在附录 C 的平均值栏。

d) 按表 4 中准确度公式计算校准标样的误差，并填写在附录 C 的分析误差栏。

8.2 岩（矿）石露头原位分析

8.2.1 测点布置

根据地质勘查的要求布置岩（矿）石露头的测量点位。岩石露头测点布置按DZ/T 0011规定执行。探槽、坑道、浅井和剥土等地质工程表面测点可根据岩石矿化蚀变和矿化均匀情况来布置，在矿层部位测点间距20cm左右，在矿化地段测点间距30~50cm；在非矿化地段测点间距50~200cm。由于存在矿化不均匀效应，为了提高岩（矿）石原位分析结果的代表性，在岩石测点周围可再布置3~5个测量点，并取测量的平均值作为该测点的测量结果。

8.2.2 测量面准备

岩（矿）石露头的测量面面积应大于PXRFA探头的有效探测面积。测量面应尽量平整，可用地质锤等工具进行修整，测量面凹凸起伏幅度应不大于0.5cm。测量面应保持新鲜，清除测量面表层覆盖物（如碎石屑、土、树叶等），岩石或块状样品的裂隙面或节理面不可作为现场X射线荧光分析的测量面。

8.2.3 岩（矿）石原位测量

8.2.3.1 将PXRFA探测窗对准并紧贴测量面，按下测量键或打开测量开关。对岩石原位测量的测量时间一般为200s，RSFE应小于30%；对矿（化）岩石测量时间一般为100s，RSFE应小于30%。若RSFE超出上述限值，应增加测量次数1~2次，或者延长测量时间。在测量过程中，PXRFA探测窗与测量面的空间位置应保持固定。

8.2.3.2 在现场分析过程中，增加测量点位，可提高分析结果的代表性。若出现标注元素含量显著偏高的测量点位，应增加测量次数1~2次，且应加密测量点。

8.3 土壤原位分析

8.3.1 测点布置

根据地质矿产勘查的要求布置土壤原位分析的测量点位。土壤测点的布置和测量点层位的选择，参照DZ/T 0145规定执行。土壤原位分析适宜于测量点中土壤的粘土质或粉末状物质组分超过50%。为了提高土壤原位分析结果的代表性，在土壤测点周围可再布置3~5个测量点，并取测量的平均值作为该测点的测量结果。

8.3.2 测量面准备

在测量层位上，应先清除测量面上的杂物（如树叶、草根或者大块岩石碎屑等），用取样器整平和压实测量面。测量面的面积应大于PXRFA的有效探测面积。

8.3.3 土壤原位测量

8.3.3.1 将PXRFA探测窗对准并紧贴测量面，按下测量键或打开测量开关。对土壤原位测量的测量时间一般为200s，RSFE应小于30%。若RSFE超出上述限值，应增加测量次数1~2次，或者延长测量时间。在测量过程中，PXRFA探测窗与测量面的空间位置应保持固定。

8.3.3.2 在现场分析过程中，增加测量点位，可提高分析结果的代表性。若出现标注元素含量显著偏高的测量点位，应增加测量次数1~2次，且应加密测量点。

8.4 岩心取样分析

8.4.1 测点布置

根据地质矿产勘查工作要求，以及岩石矿化蚀变和矿化均匀情况选择布置岩心测量点位。在矿层部位，测点间距控制在10~20cm；在矿化地段，测点间距控制在30~50cm；在非矿化地段，测点间距控制

在50~200cm。为了提高岩心取样分析结果的代表性，在岩心测点周围可再布置3~5个测量点，并取测量的平均值作为该测点的测量结果。

8.4.2 测量面准备

岩心测量面可以选择柱状岩心的侧面，也可以选择柱状岩心的横截面或劈心采样后的竖截面。在岩心采取率较高且岩心较完整的情况下，采用柱状岩心的侧面作为岩心测量面。当选取岩心截面作为测量面时，测量面的面积应大于PXRFA探头的有效探测面积；且测量面应用地质锤等工具修整平整，测量面凹凸起伏幅度应不大于0.5cm。岩心测量面要保持新鲜，清除测量面表层覆盖物（泥浆、尘土等），不应选择矿化裂隙面、构造滑动切面等作为测量面。

8.4.3 岩心测量

8.4.3.1 将PXRFA探测窗置于岩心测量面上，或者将岩心置于PXRFA探测窗上并使岩心测量面覆盖探头的探测窗，按下测量键或打开测量开关。对岩心测量的测量时间一般为200s，RSFE应小于30%；对矿（化）岩心测量时间一般为100s，RSFE应小于30%。若RSFE超出上述限值，应增加测量次数1~2次，或者延长测量时间；在测量过程中，PXRFA探测窗与测量面的空间位置应保持固定。

8.4.3.2 在现场分析过程中，增加测量点位，可提高分析结果的代表性。若出现标注元素含量显著偏高的测量点位，应增加测量次数1~2次，且应加密测量点。

8.5 块状岩（矿）石标本取样分析

8.5.1 测点布置

块状岩（矿）石标本是指地质矿产勘查工作中采集的风化程度较弱、新鲜的岩（矿）石标本或样品。对同一块岩（矿）石标本应尽可能地选择多个测量面，取其测量结果的平均值，以提高块状岩（矿）石分析结果的代表性。

8.5.2 测量面准备

块状岩（矿）石标本的测量面面积应大于PXRFA的有效探测面积。测量面应尽可能地平整，可用地质锤等工具修整，测量面凹凸起伏幅度应不大于0.5cm。测量面要保持新鲜，必要时清除测量面表层覆盖物（如碎石屑、土、树叶等）。岩石或块状样品的裂隙面或节理面不可作为现场X射线荧光分析的测量面。

8.5.3 块状岩（矿）石标本测量

将PXRFA探测窗置于块状岩（矿）石的测量面上，或者将块状岩（矿）石置于PXRFA探测窗上并使块状岩（矿）石测量面覆盖探测窗，按下测量键或打开测量开关。对块状岩石的测量时间一般为200s，RSFE应小于30%；对块状矿石的测量时间一般为100s，RSFE应小于30%。若RSFE超出上述限值，应增加测量次数1~2次，或者延长测量时间。在测量过程中，PXRFA探测窗与测量面的空间位置应保持固定。

8.6 粉末样品取样分析

8.6.1 样品制备

将粉末样品置于手动压样器的样品盒中，装样量应不小于样品盒装容量的四分之三，用手动压样器制样。施加压力应不小于20MPa，施压时间不小于5s。

8.6.2 样品测量

将制备好的饼状样品置于样品杯中，按下测量键或打开测量开关。测量时间一般为200s，RSFE应小于30%。若RSFE超出上述限值，应增加测量次数1~2次，或者延长测量时间。

8.7 现场分析质量监控测量

8.7.1 现场校准样、标准参考物质和单元素样品均可作为质量监控样品。

8.7.2 将质量监控样品置于PXRFA探测窗上，连续测量2次，单次测量时间为200s。

8.7.3 以下情况应进行质量监控测量：

- a) 在仪器开机校准时；
- b) 在仪器关机前；
- c) 在仪器出现故障修复后重新测量时；
- d) 在仪器连续正常工作状态下每2h测量一次。

8.7.4 现场分析质量监控测量记录，按7.2.6仪器校准记录步骤进行。

8.7.5 现场分析日常质量监控图。以质量监控时测量的时间为横坐标，以现场校准样品中标注元素含量为纵坐标，绘制日常质量监控图。在日常质量监控图上，标注元素含量的误差应控制在表4的误差限要求以内。

8.8 现场记录与整理

8.8.1 现场记录

8.8.1.1 按照附录D便携式X射线荧光分析仪现场分析记录表格式，在表头栏填写测区、气候条件、仪器操作者姓名、记录者姓名、测量日期、仪器型号及编号、仪器测量模式和测量对象等。其中测量对象是指岩石露头、岩心、块状矿石、天然土壤、粉末样品等。

8.8.1.2 在附录D表格中测线、测点栏填写测量点的测线号与测点编号。测线和测点编号的记录格式应按附录D的编排格式，且与仪器输入的存档文件名格式相同。

8.8.1.3 在附录D表格中元素和RSFE栏分别填写标注元素的分析结果。若PXRFA具有分析结果的记录与存贮功能，可以在现场分析过程中不作纸介质记录。

8.8.1.4 在附录D表格中备注栏记录被测目标体的属性描述，如岩性、土壤取样层位，以及在现场分析过程中在测量点位进行地质取样等特殊事项。

8.8.2 记录整理

8.8.2.1 现场分析的纸介质记录与仪器存贮记录应及时整理。仪器存贮记录应在一个工作日内导出，按附录D格式形成便携式X射线荧光分析仪现场分析记录表，并作电子介质备份。

8.8.2.2 在纸介质记录表和仪器导出的电子介质记录表上，计算各测量点两次或两次以上标注元素含量和RSFE的平均值，并填写在记录表的平均值栏。

8.8.2.3 现场分析的纸介质记录表或电子介质记录表应及时进行复核。复核人员与记录人员不应为同一人。复核人员检查现场分析记录表格各项内容无误后，在记录表格的复核者处签字。

9 现场分析质量控制

9.1 现场原位分析质量控制

9.1.1 现场原位分析质量检查的工作量，应不少于总工作量的 3%。

9.1.2 检查点位应布置在同一条测线或剖面上，且应把开展现场原位分析时出现的含量异常点位和有疑问的点位作为检查分析的检查点位。对岩（矿）石原生露头上的检查点位，一般选择与开展现场原位分析时相同或相近的点位；对土壤原位分析的检查点位，与开展现场原位分析时测量点的距离间隔应不大于 50cm，以尽可能减小土壤中元素分布的不均匀效应。

9.1.3 检查分析时应采用不同的 PXRFA 或不同的操作者。检查分析的工作步骤与现场原位分析的步骤相同。

9.1.4 在整条测线或剖面线上，按下式(2)计算检查分析与现场原位分析各测点某一元素含量的平均相对误差。

$$RD = \frac{\sum_{i=1}^n (C_{i\text{检}} - C_{i\text{原}})}{n} \times 100\% \quad \text{-----(2)}$$

式中：

RD —— 平均相对误差；

n —— 检查测点的个数；

$C_{i\text{检}}$ —— 第*i*测点检查分析某元素的含量；

$C_{i\text{原}}$ —— 第*i*测点原位分析某元素的含量。

检查分析与对应现场原位分析某一元素含量的平均相对误差应小于±30%，且在剖面或测线上显著偏高点（或异常点）的位置、强度、形态等基本吻合。

9.2 现场取样分析质量控制

9.2.1 粉末样品的现场取样分析的质量检查工作量，应不少于总工作量的 10%。

9.2.2 检查分析样品可从现场取样分析样品中随机抽取或者选择需检查的样品。待测元素含量异常的样品和现场取样分析过程中有疑问的样品可作为检查分析样品。

9.2.3 检查分析的步骤与现场取样分析步骤相同。

9.2.4 检查分析与现场取样分析某一元素含量的误差评价按表 4 的计算公式和误差限进行评价，误差限内的样品合格率应达到 75%。

10 报告提交

便携式X射线荧光现场分析工作结束后，应及时提交分析结果报告，分析报告格式参见附录E和附录F。报告中要说明使用仪器的类型、仪器编号、测量工区、线号点号、测量日期和操作者、测量模式的选择记录等基本信息，以及分析质量评述，并附上现场分析日常质量监控图。

附录 A (规范性附录)

RSFE、IDL、仪器稳定度的计算方法

A.1 RSFE 的计算方法

RSFE 指由于放射性统计涨落而引起的 PXRFA 分析元素含量的误差，以仪器谱上特征 X 射线特征峰面积计数的相对均方差 (%) 表示，由式 A.1 计算：

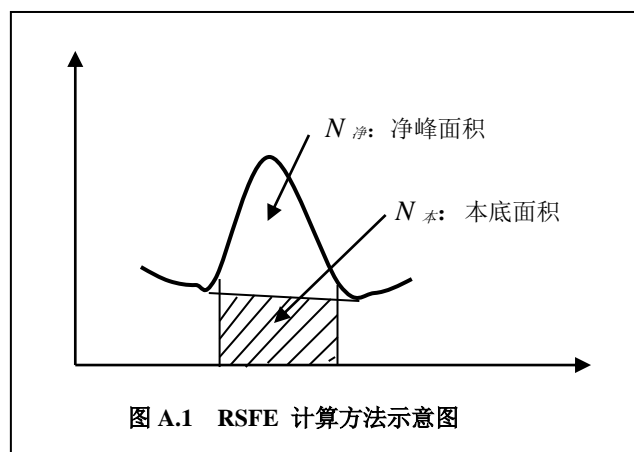
$$RSFE(\%) = \frac{\sqrt{N_{\text{总}} + N_{\text{本}}}}{N_{\text{净}}} \times 100\% \quad \text{----- (A.1)}$$

式中：

$N_{\text{总}}$ —— PXRFA 仪器谱上待测元素特征 X 射线特征峰的总峰面积计数；

$N_{\text{净}}$ —— PXRFA 仪器谱上待测元素特征 X 射线特征峰的净峰面积计数；

$N_{\text{本}}$ —— PXRFA 仪器谱上待测元素特征 X 射线特征峰的本底面积计数，如图 A.1 所示。



放射性统计涨落是影响便携式 X 射线荧光分析仪分析元素含量精确度的因素之一，可通过延长测量时间来减小仪器的放射性统计涨落误差。

A.2 IDL 的计算方法

在无显著干扰条件下，PXRFA 的 IDL 以仪器谱上待测元素特征 X 射线特征峰最小净峰面积计数等于本底计数三倍均方差来计算，以质量分数表示。由式 A.2 计算：

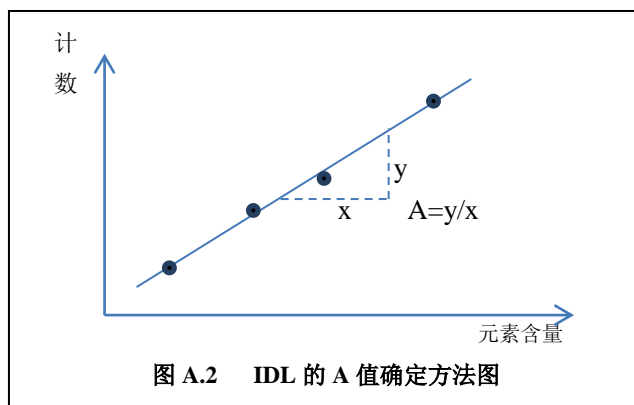
$$IDL = \frac{3}{A} \times \sqrt{N_{\text{本}}} \quad \text{----- (A.2)}$$

式中：

$N_{\text{本}}$ —— PXRFA 仪器谱上待测元素特征 X 射线特征峰所对应的本底计数；

A —— 待测元素单位含量引起 PXRFA 仪器谱上待测元素特征 X 射线特征峰净峰面积计数的变化。

用一组低含量元素样品（元素含量不大于 50 倍 IDL），建立该元素含量与仪器谱上特征 X 射线特征峰净峰面积计数的工作曲线，如图 A.2 所示，计算工作曲线的斜率，即 A 值。



A.3 仪器稳定度的计算方法

在现场分析过程中，仪器稳定度是指 PXRFA 测定相同目标体中某一元素含量随时间保持不变的能力，要求 PXRFA 开机连续工作 4 小时内，在同一条件下对某一现场校准样品或单元素样品进行 n 次测量 ($n \geq 30$)，每次测量标注元素含量的 RSFE 小于 10%， n 次测量标注元素含量的 RSD 小于 10%。RSD 计算公式如 A.3 所示：

$$RSD = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C}_{测})^2}{n-1}}}{\bar{C}_{测}} \times 100 \quad \text{----- (A.3)}$$

式中：

n —— 重复测量次数；

C_i —— 第 i 次测量某一元素的含量；

$\bar{C}_{测}$ —— 第 n 次测量某一元素含量的平均值。

附 录 B

(规范性附录)

便携式 X 射线荧光分析仪功能检查表

表 B.1 给出了便携式 X 射线荧光分析仪进行功能检查时记录表的格式。

表B.1 便携式X射线荧光分析仪功能检查表

仪器型号及编号:		检查日期:	年	月	日
功 能 项	功能描述		检查结果 ^a		
开机提示	打开仪器测量开关, PXRFA 开机的提示灯或显示器发出确定的信息		正常 <input type="checkbox"/>	不正常 <input type="checkbox"/>	
显示功能	PXRFA 显示器具有一定的亮度, 清晰显示确定的内容		正常 <input type="checkbox"/>	不正常 <input type="checkbox"/>	
测量点信息输入	在 PXRFA 显示器上输入测量点的确定信息并存贮		正常 <input type="checkbox"/>	不正常 <input type="checkbox"/>	
测量模式及设置	在 PXRFA 的显示器上人工交互式设置确定的测量模式		正常 <input type="checkbox"/>	不正常 <input type="checkbox"/>	
分析时间设置	在 PXRFA 的显示器上人工交互式设置分析时间		正常 <input type="checkbox"/>	不正常 <input type="checkbox"/>	
分析数据显示	在确定的测量模式下, PXRFA 显示元素含量与 RSFE		正常 <input type="checkbox"/>	不正常 <input type="checkbox"/>	
分析数据查看	查看已分析点位或样品的历史分析数据		正常 <input type="checkbox"/>	不正常 <input type="checkbox"/>	
数据导出功能	通过通讯接口连接 PXRFA 主机与计算机后, PXRFA 分析数据导出到计算机		正常 <input type="checkbox"/>	不正常 <input type="checkbox"/>	
手动压样器压力与保持	打开手动压样器, 制作样品的压力值显示与压力保持时间		正常 <input type="checkbox"/>	不正常 <input type="checkbox"/>	
检查者(签字)			负责人(签字)		
^a 功能项检查结果正常, 应在正常 <input type="checkbox"/> 中标记“√”; 检查结果异常, 应在不正常 <input type="checkbox"/> 中标记“√”。					

附录 C

(规范性附录)

便携式 X 射线荧光分析仪校准记录表

表 C.1 给出了便携式 X 射线荧光分析仪进行仪器校准时记录表的格式。

表 C.1 便携式 X 射线荧光分析仪校准记录表

测区 日期		天气状况 仪器型号		操作者 编 号				记录者 核对者												
现场分析参考 样品及编号 ^a	测量模式	分析时刻 (时:分)	元素 1					...					元素 n							
			参考 含量	含量	平均 值	RSFE	平均 值	分析 误差	参考 含量	含量	平均 值	RSFE	平均 值	分析 误差	参考 含量	含量	平均 值	RSFE	平均 值	分析 误差
^a 现场分析参考样品及编号宜以文件名的格式输入和存贮在 PXRFA 仪器中。文件名宜用如下格式编排： XYYYYZ 其中，X 代表现场分析参考样品的标识符，标准参考物质的标识符可用 B 表示，单元素样品的标识符可用 D 表示，现场校准样品的标识符可用 J 表示，空白样品的标识符可用 K 表示；YYY 为现场分析参考样品的编号；ZZ 为测量次数。不足位的左侧可以 0 代替。																				

附录 D

(规范性附录)

便携式X射线荧光分析仪现场分析记录表

表 D.1 给出了便携式 X 射线荧光分析仪进行现场分析时现场记录表的格式。

表 D.1 便携式 X 射线荧光分析仪现场分析记录表

测区 日期 仪器测量模式		天气状况 仪器型号 测量对象				操作者 编号 样品采集者				记录者 核对者										
测线、测点、 和样品编号 ^a	测点地 理坐标	单次分析 时间 (s)	元素 1				元素 2				…				元素 n				备注	
			含 量	平均 值	RSFE	平均 值	含 量	平均 值	RSFE	平均 值	含 量	平均 值	RSFE	平均 值	含 量	平均 值	RSFE	平均 值		

^a 测区、测线、测点和样品编号宜以文件名的格式输入和存储在 PXRFA 仪器中。
测区、测线和测点的文件名宜用如下格式编排：
AAABBCCDD
其中 AAA 为测区编号；BBB 为测线编号；CCC 为测点编号；DD 为测量次数。不足位的左侧以 0 代替。
样品编号的文件名宜用如下格式编排：
EEEEEDD
其中 EEEEE 为样品编号；DD 为测量次数。不足位的左侧可以 0 代替。

附 录 E
（资料性附录）
便携式X射线荧光现场分析报告格式

表 E.1 给出了便携式 X 射线荧光分析仪现场分析报告的参考格式。

表 E.1 便携式X射线荧光现场分析报告格式

任务来源	（便携式 X 射线荧光现场分析的任务来源、基本要求）
现场分析概况	（包括测区及范围、测线、测点、工作周期等基本信息，以及野外原位测量、野外驻地测量、气候、室内测量等环境条件）
分析对象与测点布置	（岩石露头、岩心、土壤及分析层位、粉末样品及颗粒度，测线与测点布置方案、原位测点定位方法及精度等）
仪器及设置	（仪器名称、型号、测量模式、标注元素、报警元素限值等）
分析质量评述	（质量保证措施、仪器稳定度、统计涨落误差评述、质量监控评述、质量检查分析评述）
数据处理与统计	（便携式 X 射线荧光现场分析数据报表中元素含量的计算方法）
数据处理者（签字）	报告编写者（签字）
报告审核者（签字）	报告编写单位名称（盖章）

附 录 F
(资料性附录)
便携式X射线荧光现场分析数据报表

表 F.1 给出了便携式 X 射线荧光现场分析数据报表的参考格式。

表 F.1 便携式X射线荧光现场分析数据报表

序号	样品编号和测点编号	元素 1	元素 2	元素 3	••••	元素 n	备注 (如测点描述、是否地质采样、样品采集者等信息)
		含量 (10^{-6})	含量 (10^{-6})	含量 (10^{-6})		含量 (10^{-6})	
1							
2							
3							
4							
5							
6							
7							
8							
9							
10							
11							
12							
:							
:							
检测人 (签字): 单位 (盖章): 日期: 年 月 日							
附加声明: 一、本分析结果仅对采样点和来样负责。 二、复印本报告, 未重新加盖单位公章无效。 三、对本报告若有异议或质量存在问题, 三十日内与本单位联系。							

参 考 文 献

- [1] GB/T 31364-2015 能量色散 x 射线荧光光谱仪主要性能测试方法
 - [2] GBZ115-2002 X 射线衍射仪和荧光分析仪防护标准
 - [3] DZ-T 0205-1999 地面伽玛能谱测量技术规范
 - [4] Method 6200 (美国环境保护署)
 - [5] Operator of Portable X-ray Fluorescence Analyzers (加拿大自然资源部)
 - [6] 葛良全等编著, 原位 X 辐射取样技术[M], 成都, 四川科学技术出版社, 1997
 - [7] 章晔等编著. X 射线荧光探矿技术[M]. 北京, 地质出版社, 1984
-