



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 581.10—2006

氟化铝化学分析方法和物理性能 测定方法 第 10 部分 X 射线荧光光谱 分析法测定硫含量

Determination of chemical contents and physical properties
of aluminium fluoride Part 10: Determination of sulphur content
by X-ray fluorescence spectrometric method

2006-03-07 发布

2006-08-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 581《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 15 部分：

- 第 1 部分 重量法测定湿存水含量
- 第 2 部分 烧减量的测定
- 第 3 部分 蒸馏-硝酸钍容量法测定氟含量
- 第 4 部分 EDTA 容量法测定铝含量
- 第 5 部分 火焰原子吸收光谱法测定钠含量
- 第 6 部分 钼蓝分光光度法测定二氧化硅含量
- 第 7 部分 邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁含量
- 第 8 部分 硫酸钡重量法测定硫酸根含量
- 第 9 部分 钼蓝分光光度法测定五氧化二磷含量
- 第 10 部分 X 射线荧光光谱分析法测定硫含量
- 第 11 部分 试样的制备和贮存
- 第 12 部分 粒度分布的测定 筛分法
- 第 13 部分 安息角的测定
- 第 14 部分 松装密度的测定
- 第 15 部分 游离氧化铝含量的测定

本部分为第 10 部分。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝厂、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院起草。

本部分主要起草人：张爱芬、马慧侠、张树朝、刘丕旺。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

氟化铝化学分析方法和物理性能

测定方法 第 10 部分 X 射线荧光光谱

分析法测定硫含量

1 范围

本部分规定了氟化铝中硫含量(以硫酸根表示)的测定方法。

本部分适用于氟化铝中硫含量的测定。测定范围 0.01%~2.00%。

2 方法原理

按一定比例将试样和粘结剂混合、研磨,然后加压制成样片。用配有铈(或铬、钨)靶 X 射线荧光光谱仪测定硫的 Ka 射线强度。根据标准样片的硫的 Ka 线的强度制作的校准曲线计算出试样中硫的含量。

3 试剂

3.1 粘结剂:适合试样,不含所分析的元素。适合的粘结剂有色层分析用晶体纤维素和硼酸等。

3.2 丙酮。

3.3 氟化铝:高纯、不含 SO_4^{2-} 。

3.4 无水硫酸钠(光谱纯)。

3.5 硫酸钠标准溶液:称取 20.000 g 无水硫酸钠(3.4)溶于水,将溶液移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此标准溶液 1 mL 含 20.0 g 硫酸钠,相当于 0.013 5 mg 硫酸根。

3.6 硫酸钠标准溶液:称取 100.000 g 无水硫酸钠(3.4)溶于水,将溶液移入 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此标准溶液 1 mL 含 100.0 mg 硫酸钠,相当于 0.067 6 g 硫酸根。

4 仪器和设备

4.1 研磨机及研钵:研钵以能研磨 30 g~100 g 试样为宜,研磨试样的极限粒度约在 20 μm 以下。

4.2 压片机及模具:压制厚度至少 8 mm,压力在 25 MPa 以上,模具内径以在 35 mm 以上为宜。

4.3 X 射线荧光光谱仪:配有铈(或铬、钨)靶 X 射线管,安装有常用分光晶体、真空系统、自动脉冲高度分析器及流气正比计数器。

5 试样

应符合 YS/T 581.11 中 3.3 的要求。

6 分析步骤

6.1 压片

6.1.1 称量:称取 20.000 g 试样(5)和 6.000 g 粘结剂(3.1)。试样与粘结剂的比例为 10:3。

6.1.2 试样的混合和研磨:将称好的试样和粘结剂(6.1.1)放在研钵中,加入 10~15 滴丙酮(3.2),以防止试样结块,并用研磨机研磨 2 min 以上,同时达到混合和研磨的目的。

注:确定研磨时间应以条件试验为依据,使试样和标样都能达到研磨机能达到之极限粒度。

6.1.3 压片:将研磨混合好的试样(6.1.2)三分之二以上倒入模具(4.2),用压片机(4.2)加压至总压力