



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.11—2006
代替 YS/T 273.11—1994

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第 11 部分：X 射线荧光光谱 分析法测定硫含量

Chemical analysis methods
and physical properties of cryolite—
Part 11: Determination of sulphur content
by X-ray fluorescence spectrometric method

2006-05-25 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 273《冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法》共分为 13 部分：

- 第 1 部分 重量法测定湿存水含量；
- 第 2 部分 灼烧减量的测定；
- 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 重量法测定游离氧化铝含量；
- 第 11 部分 X 射线荧光光谱分析法测定硫含量；
- 第 12 部分 火焰原子吸收光谱法测定氧化钙含量；
- 第 13 部分 试样的制备和贮存。

本部分为第 11 部分。

本部分是对 YS/T 273.11—1994 的修订，与 YS/T 273.11—1994 相比，主要变化为：

- 试样研磨时，不加粘结剂，直接研磨，加丙酮或无水乙醇作分散剂，防止结块；
- 试样压片时，用硼酸垫底；
- 增加了精密度(重复性)条款。

本部分参照 ISO 5938:1979《工业用天然和人造冰晶石及氟化铝 硫含量的测定 X 射线荧光光谱法》。

本部分代替 YS/T 273.11—1994。

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。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 273.11—1994。

冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

第 11 部分: X 射线荧光光谱

分析法测定硫含量

1 范围

本部分规定了冰晶石中硫含量(以硫酸根表示)的测定方法。

本部分适用于冰晶石中硫含量的测定。测定范围(质量分数): $\leq 2.00\%$ 。

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。

采用研磨方法和加压制片方法来消除粒度效应和表面效应对荧光强度的影响。

3 试剂

3.1 丙酮或无水乙醇。

3.2 冰晶石(光谱纯)。

3.3 无水硫酸钠(光谱纯)。

3.4 硫酸钠标准溶液:称取 20.000 g 无水硫酸钠(3.3)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 mg 硫酸钠,相当于含 0.013 5 g 硫酸根。

3.5 硫酸钠标准溶液:称取 100.000 g 无水硫酸钠(3.3)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,相当于含 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

试样应符合 YS/T 273.13 中 3.3 的要求。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 20 g 试样(5),精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

对同一试样应独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 压片

6.3.1 称量:称取 20.000 g 干燥试样(5)放在研钵中(4.1),加入 2~5 滴丙酮或无水乙醇(3.1),以防止试样结块,并用研磨机研磨 20 s。