

# 中华人民共和国国家标准

UDC 661.482 : 543.06

## 工业用氟化铝中硫量的测定 X射线荧光光谱分析法

GB 8156.10—87  
ISO 5938—1979

Aluminium fluoride for industrial use—  
Determination of sulphur content—  
X-ray fluorescence spectrometric method

本标准适用于工业用氟化铝中硫量(以硫酸根表示)的测定。测定范围:0.01~2%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准参照采用 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》。

### 1 方法提要

按一定比例将试样和粘结剂混合、研磨,然后加压制成样片,用配有铬(或铈、钨)靶 X 射线管的真空 X 射线荧光光谱仪在波长 0.5373 nm 处测定硫的 K<sub>α</sub> 射线强度,再用标准样片制作的工作曲线上(或用计算式)求出试样中硫的含量。

由于各种来源的试样颗粒大小各不相同,本标准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。

### 2 试剂

2.1 粘结剂:硼酸。

2.2 氟化铝:如果是含结晶水氟化铝  $\text{AlF}_3 \cdot 3\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ , 其中所含结晶水必须在烘箱 (3.2) (300±10 °C) 中烘 12 h 以上以保证脱水完全。

2.3 无水硫酸钠。

2.4 硫酸钠标准溶液:20.0 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{L}$ ;称取 20.000 g 无水硫酸钠 (2.3) 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  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,相当于 0.01352 g 硫酸根。

2.5 硫酸钠标准溶液:100.0 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{L}$ ;称取 100.00 g 无水硫酸钠 (2.3),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 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,相当于 0.0676 g 硫酸根。

### 3 仪器和设备

一般实验室用仪器设备及

3.1 电烘箱:能控制在 110±5 °C。

3.2 电烘箱:能控制在 300±10 °C。

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

3.4 压片机及模具:压片机总压力在 25 t 以上,模具的内径以在 35 mm 以上为宜。

3.5 X 射线荧光光谱仪:配有铬(铈、钨)靶 X 射线管, PET 分光晶体、真空系统、自动脉冲高度分析器及流比计数器。

中国有色金属工业总公司 1987-05-28 批准

1988-06-01 实施

## 4 分析步骤

## 4.1 制片

4.1.1 称量: 称取 20.000 g 在  $300 \pm 10$  °C 烘 12 h 的试样和 6.000 g 粘结剂 (2.1)。试样: 粘结剂 = 10:3。

4.1.2 试样的混合和研磨: 将称好的试样和粘结剂 (4.1.1) 放在研钵中 (3.3) 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, 使试样和标样都达到研磨机能达到之极限粒度。

4.1.3 压片 将研磨、混合好的试样 (4.1.2) 三分之二以上倒入模具 (3.4), 用压片机 (3.4) 加压至总压力 25 t 以上, 并保持压力 15 s 以上, 取出样片保存于干燥器内。

## 4.2 光谱测定

将仪器 (3.5) 预热使其稳定, 根据 X 射线管型号调节高压和管电流, 以及根据 X 射线荧光光谱仪型号 (3.5) 选定工作参数 (见附录 A), 然后测定每个样品中硫的  $K_{\alpha}$  射线强度。

在测定试样样片时, 选定一个硫酸根含量适中的标样样片同时测定, 求出仪器漂移系数, 并用它来校正仪器漂移对测定试样的影响。

## 4.3 工作曲线或计算公式

4.3.1 标准样片的制备和光谱测定: 于一系列大小适当的表皿内加入 20.000 g 氟化铝 (2.2), 按表 1 指定的体积加入硫酸钠标准溶液 (2.4 和 2.5), 逐滴将溶液加在粉末表面中心, 注意湿到表皿上; 对含量比的标准样片, 按表 1 加入固体硫酸钠 (2.3), 放入  $110 \pm 5$  °C 的烘箱中 (3.1) 烘 12 h 以上, 再称量 6.000 g 粘结剂 (2.1), 一起小心全部转入研钵 (3.3), 按照 (4.1.2) 和 (4.1.3) 操作步骤进行研磨和压片, 然后按 (4.2) 进行光谱测量。

表 1 标准样片含硫量

硫酸钠标准溶液或固体	加入量	相当于 $SO_4^{2-}$ 的重量, g	相当于 $SO_4^{2-}$ 的含量, %
2.4	0ml	0	0
	0.5ml	0.00676	0.0338
	1.0ml	0.01352	0.0676
	1.5ml	0.02028	0.1014
2.5	0.5ml	0.0338	0.169
	1.0ml	0.0676	0.338
	1.5ml	0.1014	0.507
固体 2.3	0.2071g	0.1400	0.700
	0.2662g	0.1800	0.900
	0.3550g	0.2400	1.200
	0.4733g	0.3200	1.600
	0.5916g	0.4000	2.000

4.3.2 绘制工作曲线: 以标准样片中硫酸根的含量为横坐标, 以所测标准样片中硫的  $K_{\alpha}$  射线强度 ( $I_{cps}$ ) 为纵坐标, 绘制工作曲线。

4.3.3 求出计算公式: 将标准样片中硫酸根的含量和其中硫的  $K_{\alpha}$  射线强度 ( $I_{cps}$ ) 输入计算机, 进行回归运算, 得出计算公式

$$SO_4^{2-}(\%) = a + bI \quad \text{或}$$

$$SO_4^{2-}(\%) = a + bI + cI^2$$

式中:  $a, b, c$  均为回归系数。