

ICS 71.100.10
H 21

YS

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

YS/T 273.11—2006

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

中华人民共和国有色金属
行业标准
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
YS/T 273.11—2006

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

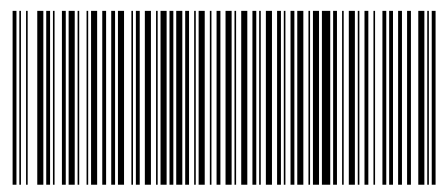
网址 www.bzcb.com
电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2006 年 9 月第一版 2006 年 9 月第一次印刷

*
书号：155066·2-17154 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



YS/T 273.11-2006

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

注：确定研磨时间应以条件试验为依据，使试样和标样能达到之极限粒度。

6.3.2 压片：将研磨混合好的试样(6.3.1)三分之二以上倒入模具(4.2)，用压片机(4.2)加压至总压力25 MPa 以上，并保持15 s 时间将粉末压成小块。取出样片保存于干燥器内。

6.4 标定

6.4.1 标准样片的制备

于一系列大小适当的表面皿内加入20.000 g 冰晶石(3.2)，按表1指定的体积加入硫酸钠标准溶液(3.4和3.5)，逐滴将溶液加在粉末表面中心，注意不要湿到表面皿上，对含量高的标准样片，按表1加固体硫酸钠(3.3)，放入烘箱中烘12 h 以上，按照6.3.1和6.3.2的步骤进行研磨、混合和压片。标准样片保存在干燥器中。

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⁻ 的质量/g	相当于SO ₄ ²⁻ 的质量分数/%
3.4	0 mL	0	0
	0.5 mL	0.006 76	0.033 8
	1.0 mL	0.013 52	0.067 6
	1.5 mL	0.020 28	0.101 4
3.5	0.5 mL	0.033 8	0.169
	1.0 mL	0.067 6	0.338
	1.5 mL	0.101 4	0.507
3.3	0.207 1 g	0.140 0	0.700
	0.266 2 g	0.180 0	0.900
	0.355 0 g	0.240 0	1.200
	0.473 3 g	0.320 0	1.600
	0.591 6 g	0.400 0	2.000

6.4.2 谱测量

将仪器(4.3)预热使其稳定。根据X射线管型号调节管电流，根据X射线荧光光谱仪的型号选定工作参数。将标准样片放到测量位置上，在规定的操作条件下测量每一个标准样片的硫的Ka线的强度。

6.4.3 工作曲线的绘制

以标准样片中硫的Ka线的强度I(净计数率)为纵坐标，相应的硫量(以SO₄²⁻的质量分数表示)为横坐标，绘制校准曲线。

6.4.4 回归曲线的选择

将标准样片中硫酸根的质量分数和相对应的硫的Ka线的强度输入计算机进行回归计算。可得出计算公式(1)或(2)：

$$\text{SO}_4^{2-}(\%) = a + bI \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$\text{SO}_4^{2-}(\%) = a + bI + I^2 \quad \dots\dots\dots(2)$$

两式中：

a、b、c 均为回归系数，I 为Ka线的强度。

可以根据X射线荧光光谱仪(4.3)配备计算机的情况在6.4.3或6.4.4中任选一款。

6.5 测量

将6.1中未知试样样片放入仪器(4.3)并按照6.4.2的步骤测量试样中硫的Ka线的强度I。

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，以求出仪器漂移系数，并用来

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。