

中華民國國家標準

CNS

天然及人造冰晶石與工業用氟化鋁中硫定量法

(X射線螢光光譜分析法)

總號 10124

類號 M3125

Method for Determining Sulphur Content in Natural and Artificial Cryolite and Aluminium Fluoride for Industrial Use (X-ray Fluorescence Spectrometric Method)

1. 適用範圍：本標準規定以X射線螢光光譜分析法定量天然及人造冰晶石與工業用氟化鋁中之硫含量。本法適用於硫含量(以 SO_4^{2-} 表之)在 0.01~2% 間之產品。
2. 要 點：試樣與膠結劑混合均勻後製成平圓試片，以裝配有銠 (Rh) 鉻 (Cr) 或鎢 (W) 等對陰極 (金屬靶) X射線管的真空X射線螢光光譜儀，測定硫在 0.5373 nm 波長下所放出 $\text{K}\alpha$ 線的強度。比較未知試樣與已知 SO_4^{2-} 含量之標準樣品在同樣條件下所測定強度以定硫含量。
3. 試 藥：分析過程中除非特別規定，只可使用國家標準試藥級試藥，蒸餾水或具相當純度之水。
 - 3.1 膠結劑：在分層分離法所使用結晶纖維素，或其他相等品質之膠結劑。
 - 3.2 氟化鋁：使用下述兩者之一。
 - (a) 純度極高 (96.4%)，僅含微量 SO_4^{2-} 之氟化鋁。
 - (b) 在真空度 0.01 至 0.1 Pa⁽¹⁾，溫度控制在 $860 \pm 20^\circ\text{C}$ 之真空式電爐 (4.5) 中昇華工業級氟化鋁所得到之昇華物。
 註：1. Pa 係 SI 單位， $1 \text{ Pa} = 1 \text{ N/m}^2 = 10 \mu \text{ bar}$ ， $133 \text{ Pa} = 1 \text{ torr}$
 - 3.3 氟化鈉：由水溶液結晶所得之氟化鈉，再經過 600°C 煅燒者。
 - 3.4 冰晶石：置氟化鋁 (3.2) 及氟化鈉 (3.3) 之化學計量混合物於鎳坩堝 (4.2) 中，在 $1000 \pm 20^\circ\text{C}$ 電爐 (4.4) 中熔融 2 小時者，為避免熔融時氟化物蒸發，置鎳坩堝於鐵容器 (4.3) 中以蓋子密封之。
 - 3.5 丙酮。
 - 3.6 無水硫酸鈉。
 - 3.7 硫酸鈉標準溶液：相當於每公升含 Na_2SO_4 20.0 g 稱取 20.0 g 無水硫酸鈉 (3.6) (稱至 0.0001 g)，溶解於水移入 1000 ml 之量瓶，稀釋至標線後混合之。本標準溶液 1 ml 含 Na_2SO_4 20.0 mg，相當於 0.01352 g SO_4^{2-} 。
 - 3.8 硫酸鈉標準溶液：相當於每公升含 Na_2SO_4 100.0 g 稱取 100.0 g 無水硫酸鈉 (3.6) (稱至 0.001 g) 溶解於水，移入 1000 ml 量瓶，稀釋至標線後混勻之。本標準溶液 1 ml 含 Na_2SO_4 100.0 mg，相當於 SO_4^{2-} 0.0676 g。
4. 設 備：
 - 4.1 一般實驗室設備。
 - 4.2 鎳坩堝。
 - 4.3 鐵製容器：可放置坩堝 (4.2)，並具螺紋蓋以封閉容器者。
 - 4.4 電爐：溫度可控制在 $1000 \pm 20^\circ\text{C}$ 者。
 - 4.5 真空電爐：溫度可控制在 $860 \pm 20^\circ\text{C}$ 者。
 - 4.6 實驗室用混合器。
 - 4.7 研磨機：能研磨粉末至小於 $20 \mu\text{m}$ 粒度，用以壓製小平圓試片者。
 - 4.8 壓片機：用以壓製厚大於 8 mm，直徑 40 mm 之平圓試片。
 - 4.9 電烘箱：溫度可控制在 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 者。
 - 4.10 真空X射線螢光光譜儀：裝配有銠 (Rh)、鉻 (Cr) 或鎢 (W) 等對陰極 (金屬靶) X線管，一個氯化鈉 (NaCl) 或季戊四醇 (PET) 分光晶體，一套物理性波高分析器及一只氣流式比例計數檢出器。
5. 分析程序：
 - 5.1 試樣：稱取 15 g (稱至 0.10 g) 之乾試樣 (具 CNS 10111 及 CNS 6202)。
 - 5.2 研磨及壓製平圓試片：小心混合 1.5 g 膠結劑 (3.1) 及 5 g 冰晶石或氟化鋁試樣 (5.1) 後，以混合器混合之以獲得均質混合物，加 10 至 15 滴丙酮 (3.5) 以防止混合物之固結，並在研磨器 (4.7) 中研磨一分鐘，最後使用壓片機 (4.8) 在 250 MPa 壓力下保持約 15 秒鐘壓製粉末成平圓試片。
 - 5.3 校準：
 - 5.3.1 製作標準平圓試片：準備 7 個適當大小之鍍玻璃，各放置 20 g 研磨過的氟化鋁 (3.2) 或冰晶石 (3.4)。依表 1 所規定劑量各加硫酸鈉標準溶液 (3.7或3.8) 於此系列樣品。

(共 3 頁)

公 布 日 期
72 年 3 月 10 日

經 濟 部 標 準 檢 驗 局 印 行

修 訂 日 期
年 月 日

印行日期94年10月

本標準非經本局同意不得翻印

甲 4 (210×297)