

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 273.14—2008

---

### 冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法 第 14 部分：X 射线荧光光谱分析法 测定元素含量

Chemical analysis methods and determination of  
physical performance of synthetic cryolite—  
Part 14: X-ray fluorescence spectrometric method  
for the determination of elements content

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

---

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 14 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：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；
- 第 14 部分：X 射线荧光光谱分析法测定元素含量。

本部分为第 14 部分。

本部分附录 A 为资料性附录。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由多氟多化工股份有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝业股份有限公司、福建南平铝业股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：张爱芬、张树朝、马慧侠、席欢、薛旭金、李志辉、施继琴。

# 冰晶石化学分析方法和物理性能测定方法

## 第 14 部分：X 射线荧光光谱分析法

### 测定元素含量

#### 1 范围

本部分规定了冰晶石中氟、铝、钠、硅、铁、硫、磷、钙含量(以 F、Al、Na、SiO<sub>2</sub>、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>、P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、CaO 表示)的测定方法。

本部分适用于冰晶石中氟、铝、钠、硅、铁、硫、磷、钙含量的测定。测定范围见表 1。

表 1

组分	测量范围/%	组分	测量范围/%
F	40.00~60.00	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.010~0.50
Al	11.00~18.00	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0.10~2.00
Na	20.00~35.00	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.001 0~0.30
SiO <sub>2</sub>	0.010~0.60	CaO	0.006 0~1.00

#### 2 方法原理

试样用无水四硼酸锂和偏硼酸锂混合熔剂熔融,加少量溴化锂(或碘化铵)作脱模剂。在熔样机中熔融,制成玻璃样片。用 X 射线荧光光谱仪进行测量。用理论  $\alpha$  系数或基本参数法校正元素间的吸收-增强效应。

#### 3 试剂

- 3.1 无水四硼酸锂和偏硼酸锂混合熔剂[Li<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>(67%) + LiBO<sub>2</sub>(33%)]:在 700℃ 下灼烧 2 h,置于干燥器中保存。
- 3.2 脱膜剂:溴化锂饱和溶液或碘化铵溶液(300 g/L)。
- 3.3 监控样品:监控样品应是稳定的玻璃片,含有所有校准元素,其含量应使其计数率的统计误差小于或等于校准元素的计数率统计误差。

#### 4 仪器

- 4.1 铂-金合金坩埚(95%Pt+5%Au)。
- 4.2 铂-金合金铸模(95%Pt+5%Au):铸模材料底厚度约 1 mm,使其不易变形。  
注:熔样器皿铸型模可合二为一。若试样在坩埚中熔融后直接成型,则要求坩埚底面内壁平整光滑。
- 4.3 熔样机:自动火焰熔样机或高频电感熔样机,若用其他类型熔样机,温度不低于 1 100℃,且可控制温度,控温精度±15℃。
- 4.4 波长色散 X 射线荧光光谱仪:端窗铑靶 X 射线管。

#### 5 试样

试样应符合 YS/T 273.13 中 3.3 的要求。