

ICS 71.100.10
CCS H 30

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 581.10-202X

代替YS/T 581.10-2006、YS/T 581.16-2008和YS/T 581.18-2012

氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第10部分：元素含量的测定

X射线荧光光谱分析法

Methods for chemical analysis and physical properties test of aluminium fluoride-

Part 10: Determination of elements content-

X-ray fluorescence spectrometric method

(送审稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 YS/T 581 的第 10 部分。YS/T 581 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分 湿存水含量和灼减量的测定 重量法
- 第 3 部分 氟含量的测定
- 第 4 部分 铝含量的测定 EDTA 滴定法
- 第 5 部分 钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 6 部分 二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 7 部分 邻二氮杂菲分光光度法测定三氧化二铁
- 第 8 部分 硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法
- 第 9 部分 五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法
- 第 10 部分 元素含量的测定 X 射线荧光光谱法
- 第 11 部分 试样的制备和贮存
- 第 12 部分 粒度分布的测定 筛分法
- 第 13 部分 安息角的测定
- 第 14 部分 松装密度的测定
- 第 15 部分 游离氧化铝含量的测定
- 第 17 部分 流动性的测定

本文件代替 YS/T 581.10-2006《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第 10 部分：X 射线荧光光谱分析法测定硫含量》、YS/T 581.16-2008《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第 16 部分：X 射线荧光光谱分析法测定元素含量》、YS/T 581.18-2012《氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第 18 部分：X 射线荧光光谱分析（压片）法测定元素含量》。本文件与 YS/T 581.10-2006、YS/T 581.16-2008、YS/T 581.18-2012 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了元素的测量范围（见第 1 章，2006 版的 YS/T 581.10，2008 年版的 YS/T 581.16，2012 年版的 YS/T 581.18）；
- b) 增加了 12:22 混合熔剂的适用（见 4.2.1）；
- c) 更改了熔融温度（见 4.5.3.1，2008 年版的 YS/T 581.16）；
- d) 增加了“1,2-丙二醇”的使用（见 5.5.2）；
- e) 增加了“推荐的研磨时间”（见 5.5.3.1）；
- f) 增加了样片测量次数的要求（见 5.5.3.3）；

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本文件负责起草单位：中国铝业郑州有色金属研究院有限公司、多氟多新材料股份有限公司、岛津企业管理（中国）有限公司、陕西榆林有色新材料集团有限责任公司、包头铝业有限公司、内蒙古霍煤鸿骏铝电有限公司、云南云铝海鑫铝业有限公司、盈氟金和科技有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

YS/T 581.10-20XX

——首次发布为 YS/T 581.10-2006。YS/T 581.16-2008、YS/T 581.18-2012。

——本次修订为第一次修订，修订时并入了 YS/T 581.16-2008、YS/T 581.18-2012 的内容。

氟化铝化学分析方法和物理性能测定方法

第 10 部分：元素含量的测定

X 射线荧光光谱分析法

1 范围

本文件规定了氟化铝中氟、铝、钠、硅、铁、硫、磷含量（以F、Al、Na、SiO₂、Fe₂O₃、SO₄²⁻、P₂O₅表示）的测定方法。

本文件适用于氟化铝中氟、铝、钠、硅、铁、硫、磷含量的测定。测定范围见表1。

表 1 测定范围

元素	测量范围 / %	元素	测量范围 / %
F	57.00~66.00	Fe ₂ O ₃	0.010~0.15
Al	30.00~35.00	SO ₄ ²⁻	0.050~1.00
Na	0.030~1.00	P ₂ O ₅	0.0010~0.15
SiO ₂	0.010~0.50	-	-

2 规范性引用文件

下列文件的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法一 熔融法

4.1 原理

样品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 α 系数或基本参数法校正元素间的吸收-增强效应。

4.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 所规定的二级水。

4.2.1 无水四硼酸锂和偏硼酸锂混合熔剂（质量比为 12:22 或 67:33），在 700℃ 下灼烧 2h，置于干燥器中保存。

4.2.2 脱模剂：溴化锂饱和溶液或碘化铵溶液（300g/L）。

4.2.3 标准物质：宜选择有证标准物质，标准物质数量应大于5个，且每个元素的含量范围都应具有一定梯度。

4.2.4 监控样片：监控样片应是稳定的玻璃片，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。

4.3 仪器设备

4.3.1 铂-金合金坩埚（95%Pt+5%Au）。

4.3.2 铂-金合金铸模（95%Pt+5%Au）：铸模材料底厚度约1mm。

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。

4.3.3 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1100℃，且可控制温度，控温精度±15℃。

4.3.4 烘箱：温度精度110℃±5℃

4.3.5 波长色散X射线荧光光谱仪：端窗铑靶X射线管。

4.4 试样

样品粒度应小于150 μm，预先在110℃±5℃的烘箱（4.3.4）中干燥2h，置于干燥器中，冷却至室温后备用。

4.5 分析步骤

4.5.1 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

4.5.2 试料

准确称量5.0000 g±0.0001 g 熔剂（4.2.1）和1.0000 g±0.0001 g 样品（4.4）于铂-金合金坩埚（4.3.1）中，搅拌均匀后，再称取2.0000 g±0.0001 g 熔剂（4.2.1）覆盖其上，加入1滴脱模剂（4.2.2）。
注：也可根据坩埚和模具大小选择其他合适的熔剂与样品比例，推荐熔剂与样品比例大于6，推荐采用上述覆盖的称量方式，以减少氟在高温环境下的损失。

4.5.3 样片的制备

4.5.3.1 将试料（4.5.2）放入熔样机，熔融温度为980℃±15℃，熔融时间为10 min~12 min，熔融过程要转动坩埚，使粘在坩埚壁上的熔珠和样品进入熔融体中，并使熔融物混匀。

4.5.3.2 将坩埚内熔融物（4.5.3.1）倾入已预热的铂-金合金铸模（4.3.2）中，将铸模移离火焰，冷却后，将已成型的玻璃样片与铸模剥离。样片在坩埚中熔融后直接成型的应在冷却前摇动坩埚，赶出气泡。成型后的玻璃样片应均匀透明，表面光滑，无气泡，无析晶。

4.5.3.3 在玻璃样片非测量面贴上标签，置于干燥器内保存。

4.5.4 校准

4.5.4.1 推荐的测量条件见附录A。

4.5.4.2 将选定的标准物质（4.2.3）按4.5.3制备成校准样片。按照选定的测量条件测定各元素的荧光强度，以y轴表示荧光净强度，x轴表示质量浓度来绘制校准曲线，并根据校准曲线情况选取理论α系数或基本参数法校正元素间的吸收增强效应。

4.5.4.3 对有谱线重叠干扰的元素，需进行谱线重叠干扰校准。

4.5.4.4 使用监控样片（4.2.4）建立仪器漂移校准。漂移校准应与校准曲线同步建立，以保证漂移校准的有效性。

4.5.5 测量

启动分析程序，测量与待测样片同时制备的标准样片，若标准样片中元素的分析结果满足表 3 规定的允许差要求，则进行测量；若不能满足要求，则需要测量监控样片（4.2.4），进行仪器漂移校准，或重新建立校准曲线，直至满足表 3 规定的允许差要求后，再进行测量。

4.6 试验数据处理

根据待测元素的荧光 X 射线强度，由工作曲线计算出各待测元素 X 的含量。X 含量以 X 的质量分数 ω_x 计。当 $\omega_x \geq 1.00\%$ 时，计算结果表示到小数点后两位；当计算结果 $\omega_x < 1.00\%$ 时，计算结果保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 中规定执行。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下获得两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两次测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）的情况不超过 5%，重复性限（ r ）按以下数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性限

元素	含量 / %	重复性限 (r) / %	元素	含量 / %	重复性限 (r) / %
F			Fe ₂ O ₃		
Al			SO ₄ ²⁻		
Na			P ₂ O ₅		
SiO ₂					

4.7.2 允许差

实验室间分析结果的差值不大于表 3 所列允许差。

表 3 允许差

元素	含量/%	允许差/%	元素	含量/%	允许差/%

F			Fe ₂ O ₃		
Al					
Na					
SiO ₂			SO ₄ ²⁻		
			P ₂ O ₅		

5 方法二 粉末压片法

5.1 原理

按一定比例将样品与研磨助剂研磨混合均匀，加压制成测量样片，用 X 射线荧光光谱仪测量样片中各元素的荧光 X 射线强度，建立校准曲线，使用校准方程进行元素间的吸收增强效应校正，由校准曲线求出样品中各元素含量。

5.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.2.1 丙酮。

5.2.2 无水乙醇。

5.2.3 1,2-丙二醇。

5.2.4 镶边垫衬材料：硼酸（分析纯），铝环，聚乙烯环等。

5.2.5 标准物质：宜选择有证标准物质，标准物质数量应大于 5 个，且每个元素的含量范围都应具有一定梯度。

5.2.6 监控样片：监控样片宜选用稳定的玻璃片，含有所有校准元素，其浓度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。

5.3 仪器设备

5.3.1 波长色散 X 射线荧光光谱仪：端窗铑靶 X 射线管。

5.3.2 震动磨及碳化钨研钵。

5.3.3 压片机：压力大于 10 MPa。

5.3.4 称量瓶：直径 50 mm~70 mm。

5.3.5 烘箱：温度精度 110 °C ± 5 °C。

5.4 试样

样品预先在 110°C ± 5°C 的烘箱（5.3.5）中干燥 2h，置于干燥器中，冷却至室温后备用。

5.5 试验步骤

5.5.1 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.5.2 试料

称取约 10.0 g 的样品 (5.4) 于称量瓶 (5.3.4) 中，盖上瓶盖。

5.5.3 样片制备

5.5.3.1 将试料 (5.5.2) 均匀铺于碳化钨研钵中，加 15 滴丙酮 (5.2.1) / 无水乙醇 (5.2.2) 或 2 滴丙二醇于试料表面不同位置，用震动磨 (5.3.2) 研磨。因不同实验室研磨设备的差异，研磨时间应以具体条件试验为依据，推荐研磨时间为 80 s~100 s。

5.5.3.2 将研磨后试样 (5.5.3.1) 倒入模具中，以镶边垫衬材料 (5.2.4) 镶边，用压片机 (5.3.3) 加压至 10 MPa，并保持压力 30 s 以上，取出样片修边，吹去样片表面附着的粉末。

5.5.3.3 在非测量面贴上标签，置于干燥器中保存。每个样片测量一次，不宜重复测量。

5.5.4 校准

5.5.4.1 根据 X 射线荧光光谱仪配置选择合适的测量条件。

5.5.4.2 将选定的标准物质 (5.2.5) 按 5.5.3 制备成校准样片。按照选定的测量条件测定各元素的荧光 X 射线强度，绘制校准曲线，并根据校准曲线情况选取共存元素校正元素间的吸收增强效应。

5.5.4.3 对有谱线重叠干扰的元素，需进行谱线重叠干扰校准。

5.5.4.4 使用监控样片 (5.2.6) 建立仪器漂移校准。漂移校准应与校准曲线同步建立，以保证漂移校准的有效性。

5.5.5 测量

启动分析程序，测量与待测样片同时制备的标准样片，若标准样片中元素的分析结果满足表 5 规定的允许差要求，则进行测量；若不能满足要求，则需要测量监控样片 (5.2.6)，进行仪器漂移校准，或重新建立校准曲线，直至满足表 5 规定的允许差要求后，再进行测量。

5.6 试验数据处理

根据待测元素的荧光 X 射线强度，由工作曲线计算出各待测元素 X 的含量。X 含量以 X 的质量分数 ω_x 计。当 $\omega_x \geq 1.00\%$ 时，计算结果表示到小数点后两位；当计算结果 $\omega_x < 1.00\%$ 时，计算结果保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 中规定执行。

5.7 精密度

5.7.1 重复性

在重复性条件下获得两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两次测试结果的绝对差值不超过重复性限 (r)，超过重复性限 (r) 的情况不超过 5%，重复性限 (r) 按以下数据采用线性内插法求得。

表 4 重复性限

组分	含量 / %	重复性限 (r) / %	组分	含量 / %	重复性限 (r) / %
F					

Al					
Na					
SiO ₂					

5.7.2 允许差

实验室间分析结果的差值不大于表 5 所列允许差。

表 5 允许差

组分	含量/%	允许差/%	组分	含量/%	允许差/%
F					
Al					
Na					
SiO ₂					

6 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 使用的方法；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A
(资料性附录)
推荐的测量条件

根据设备，在真空条件下，各元素推荐的测量条件见表 A.1。

表 A.1 推荐的测量条件

测定元素	谱线	准直器	探测器	晶体	2 θ 角 / (°)	干扰谱线
F	K α	粗	Flow	PX1 或 TIAP	44 或 90	Fe L α 2
Al	K α	粗	Flow	PET (PE)	145	Br L α 1
Na	K α	粗	Flow	PX1 或 TIAP	28 或 55	-
Si	K α	粗	Flow	PET (PE)	109	-
Fe	K α	粗	Duplex 或 Flow	LiF200	57	-
S	K α	粗	Flow	Ge111	110	-
P	K α	粗	Flow	Ge111 或 PET (PE)	141 或 89	-