

# 团 体 标 准

T/CNFAGS XXXX—20XX

## 尿素系统含氨介质中硫、氯含量的测定 X 荧光光谱法

Determination of sulfur and chlorine in ammonia-containing medium of urea system  
X-ray fluorescence spectrometry

(报批稿)

20XX – XX – XX 发布

20XX – XX – XX 实施

中国氮肥工业协会 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。

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。

本文件由中国氮肥工业协会提出。

本文件由中国氮肥工业协会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：鲁西化工集团股份有限公司、XXX。

本文件主要起草人：XXX、XXX。

# 尿素系统含氨介质中硫、氯含量的测定

## X 荧光光谱法

警示—接触过量的X射线有害健康，试验者应及时关闭样品仓盖，避免X射线对身体造成危害；测试过程中用到氢气或氦气气源，应防止泄漏，做好相应的安全措施。

### 1 范围

本文件规定了一种X射线荧光光谱法检测尿素系统液体和固体含氨介质中硫、氯含量的测定方法。  
本文件适用于所取试液中硫、氯含量均为0.2 mg/L-50 mg/L。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJG 810 波长色散X射线荧光光谱仪检定规程

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

尿素系统含氨介质 ammonia containing medium of Urea system

以氨和二氧化碳为主要原料的尿素生产系统中组成成分含有氨的物料和工艺介质。

### 4 一般规定

除非另有说明，在分析中仅适用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682的三级水。

除非另有说明，分析中所用溶液、制剂及制品，均按GB/T 603配制。

### 5 方法原理

X射线光管发出的高强特征射线聚焦到样品表面，激发样品中元素的特征射线，通过分光晶体将硫、氯元素的特征射线聚焦到探测器上，由光电倍增管放大信号，光子计数器检测，采用硫、氯标准曲线，由所得信号值计算出试样的硫、氯含量。

## 6 仪器与设备

- 6.1 单波长色散 X 荧光光谱仪：应符合 JJG 810 的规定和要求。
- 6.2 气源：根据仪器工作条件选择合适的气源，一般采用氢气或氦气，气源纯度均不低于 99.99%（体积分数）。
- 6.3 电子天平：精确至 0.0001g。
- 6.4 容量瓶：50 mL、100 mL，也可根据实际需要确定。

## 7 试剂与材料

- 7.1 硫标准物质：无水硫酸钠，纯度 $\geq 99.0\%$ （质量分数），用于配制液体标样。也可采用市售的与被测试样硫含量相近的液体无机标样。
- 7.2 氯标准物质：氯化钠，纯度 $\geq 99.5\%$ （质量分数），用于配制液体标样。也可采用市售的与被测试样氯含量相近的液体无机标样。
- 7.3 硫标准储备液（硫含量约为 500 mg/L）：准确称取于 105℃~110℃干燥至恒重的无水硫酸钠约 0.222 g（精确至 0.0001 g）于烧杯中，并转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，定容摇匀。标准储备液应密封保存。
- 7.4 氯标准储备液（氯含量约为 500 mg/L）：准确称取于 500℃~600℃灼烧至恒重的氯化钠约 0.082 g（精确至 0.0001 g）于烧杯中，并转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，定容摇匀。标准储备液应密封保存。

## 8 采样

按 GB/T 3723、GB/T 6679 和 GB/T 6680 规定的安全与技术要求采取样品。

## 9 测定步骤

### 9.1 仪器准备

单波长色散 X 荧光光谱仪在测量之前应按照仪器制造商的要求使工作条件得到最优化，并在仪器稳定后使用，建议仪器出气口引出的气管线接上单向截止阀。

### 9.2 标准曲线的绘制

标准曲线范围和标准溶液浓度的选择：使用硫、氯标准储备液（7.3、7.4）作为校准用标准溶液。针对不同浓度范围的试样可以采用不同的标准曲线，推荐标准曲线的浓度范围见表 1。建立标准曲线用的标准溶液浓度范围应包含待测试样的浓度。

表 1 推荐标准曲线的浓度范围

序号	硫或氯的浓度/（mg/L）
1	空白
2	0.20
3	1.00
4	5.00
5	10.00
6	20.00
7	50.00

9.3 试样的测定

9.3.1 试样溶液制备

9.3.1.1 准确称取适量固体试样，精确至 0.0001 g，记录质量为 m，配制成硫、氯含量为 0.2 mg/L～50 mg/L 的水溶液，记录总体积为 V，该溶液作为试样溶液。

9.3.1.2 液体试样作为试样溶液直接测定。

9.3.2 测定步骤

选择合适浓度范围的标准曲线检测试样中硫、氯含量。将试样溶液注入样品杯中，确保最小深度为 5 mm（至少 1 mL），并进行压膜密封后，将样品杯放入仪器样品仓中进行检测，记录测定结果为 C。

注：单个样品准备时间小于10秒，单个样品检测时间不大于300秒。

10 结果计算

10.1 计算

10.1.1 固体试样中硫、氯含量的计算

试样中硫（氯）含量 ω，单位为mg/kg，按式（1）计算：

$$\omega = \frac{C \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C—— 固体试样溶液硫（氯）含量检测结果，单位为毫克每升（mg/L）；

V—— 固体试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

m —— 称取固体试样的质量，单位为克（g）。

10.1.2 液体试样中硫、氯含量由仪器直接得出。

## 10.2 结果表示

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 mg/L,按 GB/T 8170 中修约值比较法进行处理。