

粉末压片-X射线荧光光谱法测定氧化铝中杂质

MXF-037

摘要： 本文使用岛津 MXF-2400 多道 X 射线荧光光谱仪分析氧化铝中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Na_2O 等主要杂质成分，采用粉末压片法制样，以氧化铝行业标准样品建立校准曲线，曲线线性良好，正确度在可接受范围之内，相关系数 r 均在 0.999 以上。通过研磨方式及研磨时间实验，确认了合适的研磨方法。对精度进行了考察，同一样品重复测定多次，极差在允许范围之内，方法精度良好，满足 GB/T 6609.30-2022《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法第 30 部分：微量元素含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法》对分析结果的要求。

关键词： X 射线荧光光谱仪 粉末压片 氧化铝 杂质

技术特点：

- ❖ 采用研磨压片法，灵敏度高、分析速度快，适合工业生产。
- ❖ 加入助磨剂，优化研磨时间，提高了分析方法精度。

工业上氧化铝通常是由铝土矿提取得到的白色粉末，氧化铝主要用于电解铝、耐火材料、磨料、陶瓷、吸附材料等，其中电解铝用量最大。根据氧化铝生产工艺及电解铝对氧化铝成分的要求，工业氧化铝中主要关注的杂质元素是 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Na_2O ，此外，氧化铝中还会有少量 CaO 、 K_2O 等其他杂质。

目前，工业氧化铝杂质测定方法中 X 荧光光谱法是常用的分析方法。GB/T 6609.30-2022《氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法第 30 部分：微量元素含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法》中规定了 X 射线荧光光谱法分析氧化铝有熔融制样法和研磨压片法两种分析方法，研磨压片分析方法具有灵敏度高、操作简单、分析速度快等特点，非常适合生产工艺控制。标准涵盖的分

析元素包含钠、硅、铁、钙、钾、钛、磷、钒、锌、镓，基于生产工艺需求通常 Na_2O 、 SiO_2 、 Fe_2O_3 为常规分析组分。本文依据用户需求，在用户现场进行了 Na_2O 、 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 CaO 等组分研磨压片分析方法实验，结果表明本方法精度良好，是工业氧化铝杂质成分检测的有效手段。

使用研磨压片制样 X 射线荧光光谱分析方法时，研磨效果对分析结果的影响非常大，通过条件实验，我们确认了最佳研磨条件。以确认的研磨条件制样，选用成套的 8 个行业标准样品，按标准要求建立校准曲线，曲线正确度良好。对方法的精度进行了考察，其结果能够满足标准要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

- MXF-2400 多道同时型 X 射线荧光光谱仪；
- ZHM-1 型振动磨，带碳化钨磨盒；
- ZHY-401 型粉末压样机，带碳化钨压头。

1.2 分析条件

表 1 元素分析条件

元素名称	分析线	晶体	电压 /kV	电流 /mA	PHA-L	PHA-H	测量时间 /s
Fe	K α	LiF	40	70	20	140	40
Si	K α	PET	40	70	25	125	40
Ca	K α	LiF	40	70	25	165	40
Na	K α	SX-13	40	70	30	175	40

1.3 样品前处理

称取 20.0 样品于碳化钨磨盒中，加入 3 滴 1,2- 丙二醇助磨剂，按设定的研磨程序研磨 70 s。将塑料环置于擦净的专用压头上，取适量研磨好的样品放置于塑料环中央，用称样勺压平，尽量使样品充满塑料环。启动压样机，设定压样时间 20 s、压力 300 kN，将放好试样的压头置于压样机活塞上，确认压样机上臂关合到位，按启动键，压样机自动完成压样过程，取下压头及样片，编号备测。制备好的样片要保持清洁，并尽早测试，测试前用洗耳球吹扫表面。

■ 结果与讨论

2.1 标样的选择

依据标准 GB/T 6609.30-2022 要求，建立分析方法的校准标样至少在 5 个以上；依据生产要求，标样元素含量范围应足够宽，各元素含量应覆盖生产样品元素含量的高低限。基于以上两点要求，本实验选取郑州轻金属研究院氧化铝套标，共 8 个标准样品，各组分含量见表 2。

表 2 标样含量表 (%)

Standard	GAO-1	GAO-2	GAO-3	GAO-4	GAO-5	GAO-6	GAO-7	GAO-8
SiO ₂	0.027	0.0051	0.014	0.019	0.029	0.046	0.065	0.090
Fe ₂ O ₃	0.016	0.0072	0.011	0.012	0.014	0.017	0.020	0.026
Na ₂ O	0.286	0.351	0.236	0.247	0.274	0.317	0.335	0.408
CaO	0.114	0.012	0.018	0.022	0.030	0.044	0.058	0.081

2.2 助磨剂加入量实验

依据压样方法及磨盒容量考虑，本实验采用 20.0 克固定装样量。任意选取一个生产样品进行实验，不加助磨剂时样品粘附磨盒及团聚现象明显，加入 1 滴、2 滴、3 滴、4 滴、5 滴助磨剂，粘附现象明显减弱，加入更多助磨剂时，磨盒内表面形成白色粘附，不易清洗。因此选择中位值，加入 3 滴助磨剂。

2.3 研磨时间实验

取任意试样，称取 12 份，每份 20.0 克，分别研磨 20、30、40、50、60、70、80、90、100、120、150、180 秒，研磨好的样品按 1.3 的压样方法压制成荧光分析用样片，按 1.2 的测量条件测定元素强度，测定数据见表 3。以研磨时间为横坐标，测量强度为纵坐标分别做三个元素的折线图并叠加，见图 1。由图可见研磨时间在 50~90 秒区间内元素强度相对稳定，综合考虑设定研磨时间为 70 秒。

表 3 研磨时间与测量强度

研磨时间	20s	30s	40s	50s	60s	70s	80s	90s	100s	120s	150s	180s
Si	0.0342	0.0344	0.0351	0.0348	0.0355	0.0359	0.0356	0.0352	0.0348	0.0343	0.0352	0.0330
Fe	3.0631	3.0746	3.0780	3.1132	3.1089	3.1153	3.1096	3.1107	3.1106	3.1107	3.1105	3.1057
Na	0.6083	0.6087	0.6098	0.6120	0.6119	0.6121	0.6127	0.6117	0.6106	0.6099	0.6087	0.6082

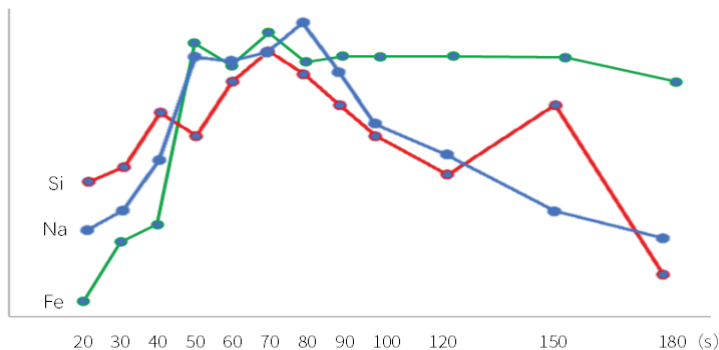


图 1 研磨时间与元素测定强度关系曲线

2.4 校准曲线

在仪器上建立分析方法，以 2.1 的系列标准样品按 1.3 的制样方法制样，按 1.2 的测量条件测定各元素荧光强度值，按仪器软件设置，采用最小二乘法计算浓度和强度的对应关系曲线。氧化铝基体单一，杂质含量低，不同样品成分差异很小，杂质元素之间没有明显的吸收增强效应，因此，各组分采用无共存元素校正的一次曲线，校准曲线见图 2。

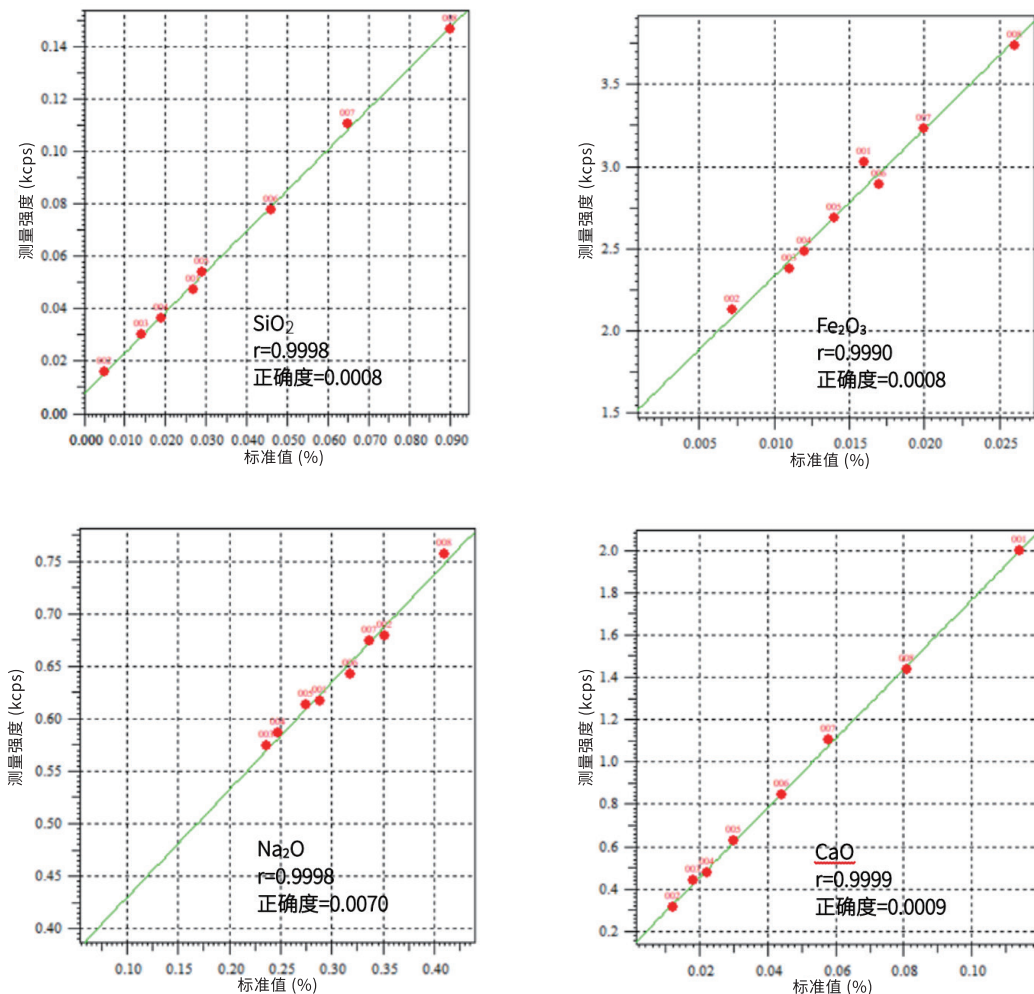


图 2 校准曲线

2.5 精度实验

任意选取一个生产样品，重复测定多次，每次测定均需包含研磨制样、压样等全过程。用建好的校准曲线进行测定。表 4 列出了同一个样品 8 次的测定结果，各组分极差满足标准要求，确认此方法精度良好。

表 4 测定结果精度表 (%)

	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	CaO
XHKJ2#-1	0.0103	0.0113	0.381	0.0282
XHKJ2#-2	0.0115	0.0119	0.382	0.0282
XHKJ2#-3	0.0112	0.0106	0.390	0.0289
XHKJ2#-4	0.0113	0.0115	0.391	0.0280
XHKJ2#-5	0.0108	0.0104	0.392	0.0279

XHKJ2#-6	0.0110	0.0107	0.390	0.0279
XHKJ2#-7	0.0100	0.0103	0.392	0.0282
XHKJ2#-8	0.0092	0.0103	0.392	0.0277
平均值	0.0107	0.0110	0.389	0.0281
极差	0.0023	0.0016	0.011	0.0012
1.54r	0.0054	0.0031	0.062	0.0046

注：依据标准 GB/T 6379.6-2009，八次分析结果极差小于 1.54r 即符合标准对精度要求

■ 结论

本方法采用岛津 MXF-2400 测定氧化铝中杂质元素，采用碳化钨磨盒振动研磨，粉末压片制样，方法快速、简单，测定结果精度良好。本方法采用行业套标建立校准曲线，曲线正确度良好，满足生产工艺需求。本方法具有精度良好、操作简单、分析速度快等特点，可用于氧化铝中主要杂质含量的测定。

岛津应用云

