

X 射线荧光光谱法测定铝合金中主次元素

XRF-035

摘要：铝及铝合金的性质概括起来主要有以下几个方面：比重小、导电性好、导热性好、强度高、可塑性好、抗腐蚀性强。变形铝及铝合金牌号众多，共计约 130 个牌号；铸造铝及铝合金约 30 个牌号。按照 YST860-2020《铝及铝合金中化学元素的分析方法 X 射线荧光光谱法》的要求，我们展开实验。经过实验得出，X 射线荧光光谱法可以很好的测试和覆盖 Al、Cu、Si、Mg、Mn、Fe、Zn、Cr、Ni、Ti、Pb、Sn、Ga、Zr 等元素的分析，测试精度良好，准确度可以达到标准的要求。

关键词：铝合金 成分分析 波长色散 X 射线荧光光谱

铝是一种非常重要的有色金属，是应用最广泛的金属之一，其产量仅次于钢铁。铝的发现至今虽只有二百多年的历史，但由于它具有资源丰富，生产成本低，用途广泛等特点，因此，铝工业得到了迅猛的发展，随着科学技术的发展及人民生活水平的提高，对铝的需求也越来越广。

铝及铝合金的性质概括起来主要有以下几个方面：比重小、导电性好、导热性好、强度高、可塑性好、抗腐蚀性强等。

铝合金分为加工铝及铝合金和铸造铝及铝合金；加工铝及铝合金也叫变形铝及铝合金，共计约 130 个牌号；铸造铝及铝合金约 30 个牌号。按照 YST860-2020《铝及铝合金中化学元素的分析方法 X 射线荧光光谱法》的要求，我们展开实验。实验元素覆盖了 Al、Cu、Si、Mg、Mn、Fe、Zn、Cr、Ni、Ti、Pb、Sn、Ga、Zr 等元素，经过实验得出，X 射线荧光光谱法可以很好的测试和覆盖多数铝合金中的主次元素，测试精度良好，准确度可以达到标准的要求。

■ 实验部分

1.1 仪器设备

X 射线荧光光谱仪：XRF-1800
车床：CJM320B 型



XRF-1800X 射线荧光光谱仪



CJM320B 型普通车床

1.2 标准样品的选择

由于市售铝及铝合金标样众多，没有办法全部采用，我们选择了其中一部分有代表性的标样，标样覆盖元素的含量范围见表 1。

表 1 标样含量覆盖范围 (%)

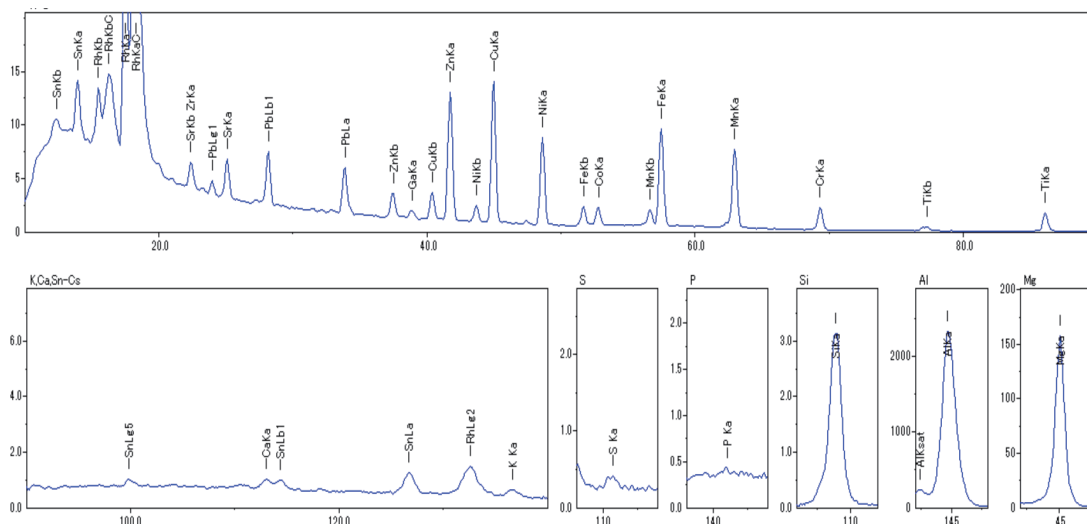
元素	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Pb	Sn	Ga
标准中最大值	8.60	1.20	0.30	0.30	0.60	0.20	0.20	0.40	0.20	0.20	0.20	0.065
标准中最小值	0.010	0.010	0.002	0.0010	0.0030	0.0010	0.0010	0.0020	0.0025	0.0050	0.0060	0.002
标样最大值	14.57	1.92	7.44	2.19	6.33	0.31	1.33	5.26	0.23	0.17	0.33	0.02
标样最小值	0.010	0.010	0.002	0.001	0.003	0.001	0.001	0.002	0.003	0.005	0.003	0.002

注：Si、Cu、Mn、Mg、Zn 等主要合金元素都按照产品标准进行了扩展，远远大于 YST806-2020 标准的覆盖范围。标准中最大值最小值指 YST806-2020 中设定的范围。

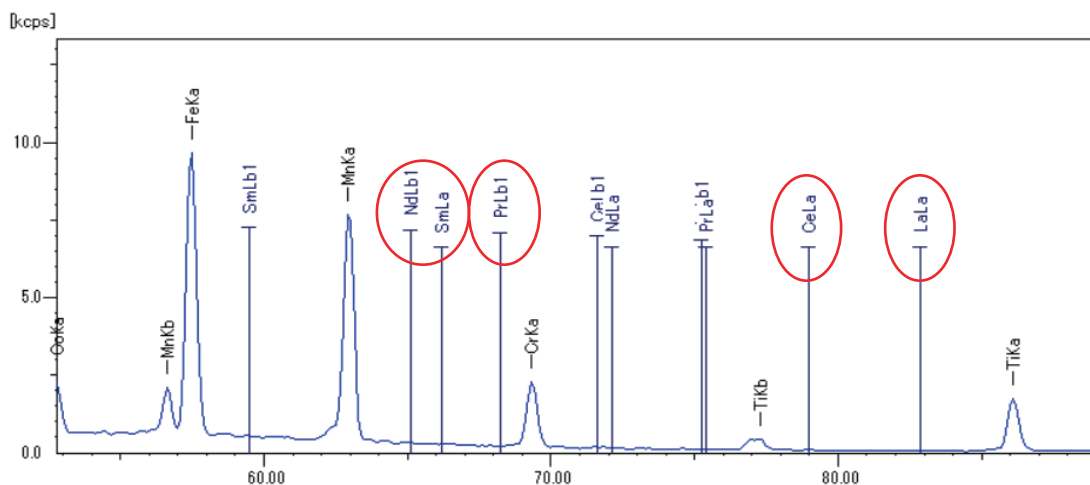
■ 结果讨论

2.1 全谱扫描

为了更直观的了解常见铝合金中各元素的峰位和干扰情况，特选有代表性样品进行全谱扫描。扫描谱图如下：



从扫描结果可以看出，铝合金中常见元素：Al、Si、Cu、Mn、Fe、Mg、Zn、Cr、Ti、Co、Ni、Ga、Pb、Sn 等都有较好的强度灵敏度和分辨率，适合工作曲线法进行分析。



对于 La、Ce、Pr、Nd、Sm 等几个稀土元素，从图中可以看到，均有较好的分辨程度，对标准中要求的含量也能获得满意的分析效果。

2.2 分析条件

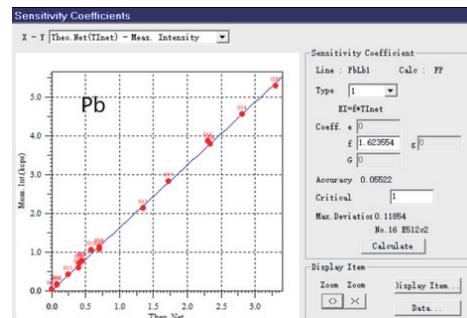
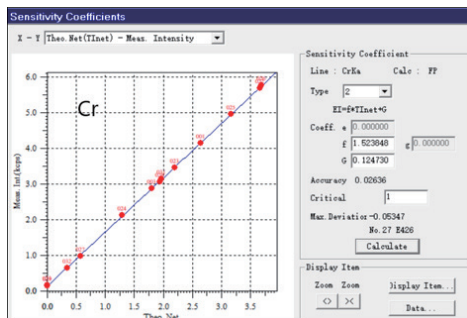
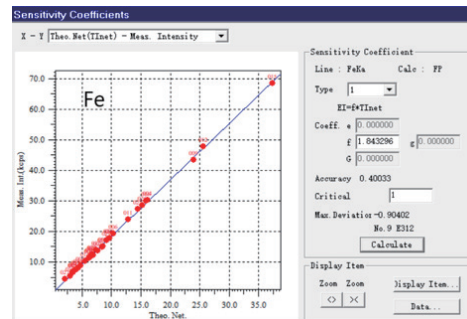
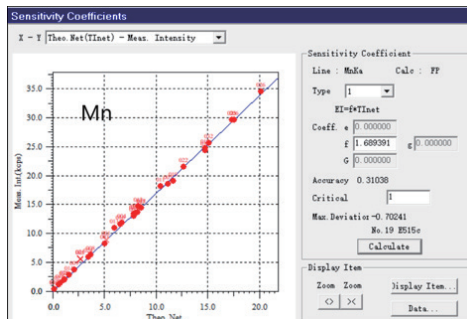
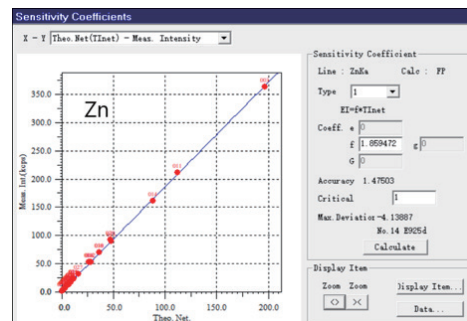
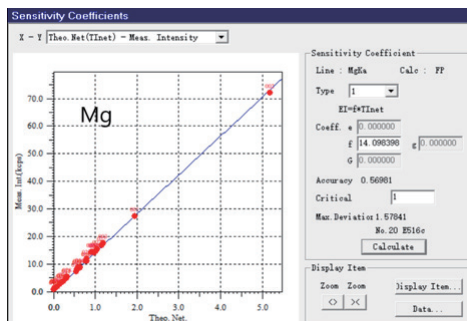
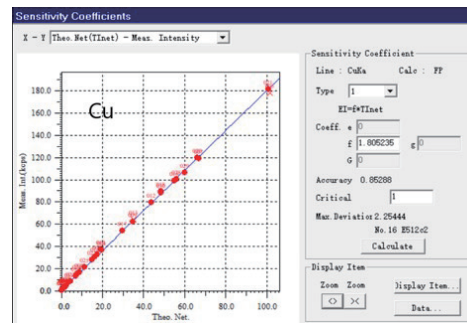
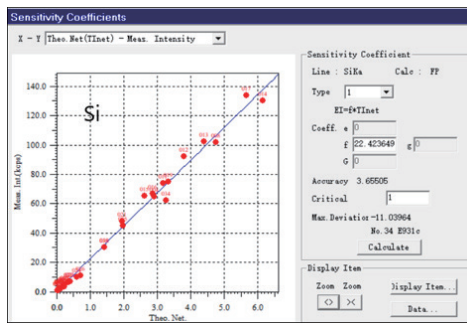
岛津 XRF-1800 型 X 射线荧光光谱仪，端窗 Rh 靶 X 射线管，最大功率 4 KW，元素测定条件见表 2。

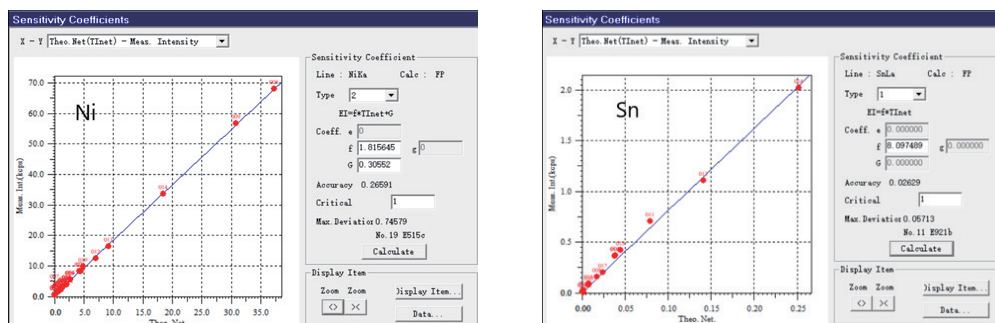
表 2 元素测定条件

元素	谱线	电压 kV	电流 mA	衰减器	分析晶体	检测器	脉冲高度范围	分析角度 (2θ)	分析时间 (秒)	Pb
Zr	La	40	70	Off	LiF	SC	24	82	22.550	10
Sr	Ka	40	70	Off	LiF	SC	20	80	25.100	10
Ga	Ka	40	70	Off	LiF	SC	20	80	38.920	10
Cu	Ka	40	30	Off	LiF	SC	20	80	45.030	10
Zn	Ka	40	70	Off	LiF	SC	20	80	41.800	10
Ni	Ka	40	70	Off	LiF	SC	20	80	48.670	10
Fe	Ka	40	70	Off	LiF	SC	20	80	57.500	10

Mn	Ka	40	70	Off	LiF	SC	20	80	62.970	10
Cr	Ka	40	70	Off	LiF	SC	20	80	69.360	10
Ti	Ka	40	70	Off	LiF	SC	20	80	86.150	10
Pb	Lb	40	70	Off	LiF	SC	20	80	28.200	15
Sn	La	40	70	Off	LiF	FPC	20	68	126.760	15
Mg	Ka	40	70	Off	TAP	FPC	20	80	45.170	15
Si	Ka	40	70	Off	PET	FPC	20	80	108.880	15
Al	Ka	40	70	On	PET	FPC	20	80	144.600	10

2.3 灵敏度曲线 (例)





2.4 精度、准确度实验

我们选择没有参与制作曲线的有证标样 G10H4 C、G02D6 K 进行精度和准确度实验，按照 YST860-2020 的重复性要求，对上述两个样品的重复性限进行了计算，并用 8 次单独分析的极差进行判断，结果全部 OK。表 3、表 4 为该方法动态测试 8 次平均值与证书给定值的比较以及重复性判断。

表 3 精度和准确性验证 (1) : G10H4 C 单位: %

G10H4	Cu	Zn	Ni	Fe	Mn	Cr	Ti	Pb	Sn	Mg	Si
平均值	0.1664	0.1237	0.1157	0.2019	0.2352	0.0826	0.1731	0.0778	0.0726	10.4837	0.2599
极差	0.0035	0.0036	0.0035	0.0058	0.0039	0.0026	0.0050	0.0011	0.0057	0.2265	0.0048
证书值	0.163	0.117	0.117	0.193	0.228	0.083	0.155	0.080	0.075	10.24	0.244
重复性限 r	0.0095	0.008	0.0069	0.0063	0.012	0.0045	0.009	0.0039	0.0059	0.353	0.0061
判定	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK

表 4 精度和准确性验证 (2) : G02D6 K 单位: %

G02D6	Cu	Zn	Ni	Fe	Mn	Cr	Ti	Pb	Sn	Mg	Si
平均值	0.569	0.623	0.054	0.527	0.313	0.368	0.061	0.065	0.037	0.377	11.137
极差	0.0149	0.0163	0.0021	0.011	0.0079	0.0123	0.0030	0.0013	0.00283	0.0130	0.105
证书值	0.510	0.597	0.051	0.528	0.300	0.366	0.060	0.059	0.036	0.376	11.550
重复性限 r	0.015	0.032	0.004	0.011	0.016	0.018	0.0048	0.0029	0.0029	0.0137	0.114
判定	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK

结论

综合以上实验可知，岛津波长色散 X 射线荧光光谱仪器 XRF-1800 可以满足 YST860-2020 中相关元素的分析（稀土元素由于标样的原因没有得到验证，但是从谱图情况和元素含量看，XRF 能满足分析要求），分析结果不仅可以覆盖标准中相关元素的含量范围，还可以兼顾 GBT3190 变形铝及铝合金、GBT1173 铸造铝合金中合金元素的上限要求，是一种简便易行的分析方法。

岛津应用云

