

# 铝质耐火材料 X 射线荧光光谱快速分析

MXF-003

**摘要：**使用岛津 MXF-N3 Plus 波长色散型 X 射线荧光光谱法对铝质耐火材料进行了定量分析，并进行了检出限、重复性、精确度试验，建立了一种方便快捷的铝质耐火材料荧光定量分析方法。

**关键词：**岛津 MXF-N3 Plus 波长色散型 X 射线荧光光谱法 铝质耐火材料定量分析

铝质耐火材料，是指以  $Al_2O_3$  为主要材质的耐火材料，又称高铝质耐火材料，主要是指  $Al_2O_3$  含量大于 48% 的硅酸铝质耐火材料统称为高铝质耐火材料，有铝矾土，刚玉，粘土等。按  $Al_2O_3$  含量的多少划分为三个等级：

- 1) I 等 : $w(Al_2O_3) > 75\%$ ;
- 2) II 等 : $w(Al_2O_3)=60\% \sim 75\%$  为;
- 3) III 等 : $w(Al_2O_3)=48\% \sim 60\%$ ;

根据矿物组成为：低莫来石及莫来石质 ( $w(Al_2O_3) = 48\% \sim 71.8\%$ )、莫来石 - 刚玉质及刚玉 - 莫来石质 ( $w(Al_2O_3) = 71.8\% \sim 95\%$ )、刚玉质 ( $w$

( $Al_2O_3$ ) = 95% ~ 100%) (注：刚玉质品是指以刚玉为主晶相的耐火制品，不同文献对  $Al_2O_3$  含量的限定范围不同，有些文献指出刚玉制品是指  $Al_2O_3$  大于 90% 的高铝质制品)。在  $w(Al_2O_3)$  小于 71.8% 的范围内，随  $w(Al_2O_3)$  含量的增加，高铝质制品中主晶相莫来石增加；在  $w(Al_2O_3)$  大于 71.8% 的范围内，随  $Al_2O_3$  含量的增加，莫来石数量减少而刚玉数量增加。制品的耐火性随  $Al_2O_3$  含量提高而提高。下面使用岛津 MXF-N3 Plus 来进行铝质耐火材料的光谱定量分析。

## 实验部分

### 1.1 仪器

1.1.2 岛津 MXF-N3 Plus (如图 1)

1.1.2 洛阳特耐 TNRY-01C 型全自动熔样炉

### 1.2 分析条件

分析条件如下表 1:



图 1 MXF-N3 Plus

表 1 分析条件

No.	分析元素	谱线	靶材	电压 (KV)	电流 (mA)	晶体 - 检测器	PHA	2θ (°)	时间 (S)
1	SiO <sub>2</sub>	Si-Kα	Rh	40	70	PET-Ne Exatron(Be)	12-122	108.98	40
2	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al-Kα	Rh	40	70	LiF-Ar Multitron	14-134	144.57	40
3	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe-Kα	Rh	40	70	LiF-Ar Multitron	16-106	57.54	40
4	CaO	Ca-Kα	Rh	40	70	LiF-Ne Multitron	22-100	113.17	40
5	MgO	Mg-Kα	Rh	40	70	TAP-Ne Exatron(Al)	24-122	45.19	40
6	K <sub>2</sub> O	K-Kα	Rh	40	70	LiF-Ar Exatron	34-132	136.87	40
7	Na <sub>2</sub> O	Na-Kα	Rh	40	70	SX-13-Ne Exatron(Al)	28-104	22.91	40
8	TiO <sub>2</sub>	Ti-Kα	Rh	40	70	LiF-Ar Exatron	10-104	86.19	40
9	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	P-Kα	Rh	40	70	SX-13-Ne Exatron(Al)	24-112	57.52	40
10	MnO	Mn-Kα	Rh	40	70	PET-Ne Exatron(Be)	20-102	57.52	40

### 1.3 样品的前处理

1.3.1 称取适量标样（或配制标样）及混和溶剂（67% 无水四硼酸锂 + 33% 偏硼酸锂），混匀，倒入铂金钳锅中，加入几滴溴化铵脱模剂，于 1050°C 下制成熔片（如图 2）。



图 2 熔片样

### 1.4 标样及工作条件

#### 1.4.1 标样

使用国家标准样品及使用这些标样配制标样。

#### 1.4.2 工作曲线

按上述标样制作工作曲线如下图 3:

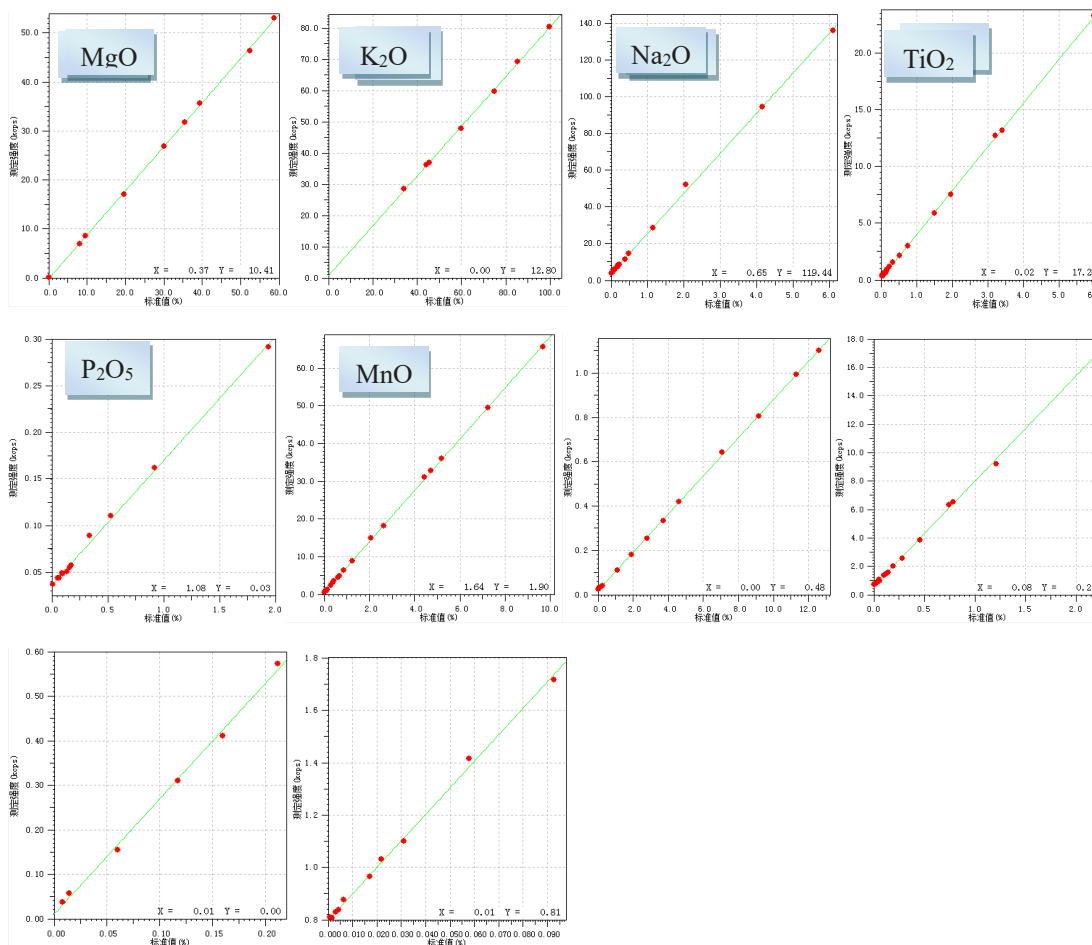


图 3 各元素的工作曲线

## ■ 结论部分

### 2.1 工作曲线的检出下限

使用近似空白熔样连续进行 10 次分析，空白的 3 倍标准偏差即为本工作曲线的检出下限，如下表 2：单位：%

表 2 检出下限

No.	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MnO
检出下限	0.004	0.148	0.001	0.002	0.029	0.002	0.046	0.001	0.002	0.001

### 2.2 工作曲线的精确度

按同样操作制作 GWB03133 熔片，动态连续测试 10 次结果如下表 3： 单位：%

表 3 精确度分析结果

No.	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MnO
1	8.12	85.49	1.268	0.254	0.365	0.464	0.257	3.809	0.147	0.002
2	8.15	85.43	1.270	0.254	0.388	0.462	0.240	3.804	0.148	0.002
3	8.11	85.49	1.267	0.255	0.354	0.465	0.267	3.805	0.148	0.002
4	8.13	85.48	1.269	0.253	0.361	0.463	0.269	3.811	0.145	0.002
5	8.14	85.46	1.268	0.253	0.387	0.464	0.247	3.808	0.147	0.003
6	8.14	85.36	1.269	0.255	0.363	0.464	0.258	3.810	0.147	0.002
7	8.13	85.47	1.268	0.254	0.373	0.463	0.253	3.802	0.148	0.003
8	8.13	85.38	1.268	0.253	0.380	0.463	0.276	3.798	0.147	0.003
9	8.12	85.52	1.266	0.253	0.350	0.461	0.260	3.809	0.149	0.002
10	8.12	85.47	1.268	0.253	0.374	0.463	0.262	3.803	0.149	0.001
平均值	8.13	85.45	1.268	0.254	0.369	0.463	0.259	3.806	0.148	0.002
参考值	8.19	85.32	1.183	0.241	0.211	0.441	0.080	3.771	/	/

### 2.3 工作曲线的重复性

按同样操作制作配样熔片，连续动态测试 10 次结果如下表 4：单位：%

表 4 短期重复性分析

No.	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O	MnO
1	16.678	73.724	4.147	0.068	0.219	0.284	0.592	0.264	0.060	0.022
2	16.682	73.831	4.147	0.068	0.217	0.284	0.620	0.262	0.058	0.021
3	16.631	73.794	4.149	0.069	0.214	0.283	0.599	0.263	0.058	0.021
4	16.659	73.781	4.148	0.069	0.216	0.282	0.621	0.263	0.059	0.021
5	16.620	73.636	4.148	0.069	0.211	0.282	0.614	0.262	0.059	0.021
6	16.608	73.787	4.152	0.068	0.205	0.283	0.596	0.264	0.058	0.022
7	16.657	73.735	4.150	0.068	0.216	0.283	0.646	0.264	0.058	0.022
8	16.628	73.689	4.153	0.067	0.216	0.281	0.634	0.264	0.059	0.021

9	16.635	73.679	4.147	0.069	0.206	0.282	0.609	0.265	0.058	0.021
10	16.658	73.737	4.151	0.069	0.217	0.280	0.636	0.263	0.058	0.021
平均值	16.646	73.739	4.149	0.068	0.214	0.282	0.617	0.263	0.058	0.021
C.V	0.148	0.081	0.053	1.217	2.351	0.410	2.947	0.367	0.969	1.961

## ■ 结论

本方法使用岛津 MXF-N3 Plus 波长色散型 X 射线荧光光谱仪对铝质耐火材料进行熔片法光谱分析，灵敏度高、精确度及重复性较好，操作简单，方便快捷，是一种行之有效的快速光谱分析方法。

### 参考文献

《耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析 - 熔铸玻璃片法》(GBT 21114-2007)。