

稀土镁合金的能量色散 X 射线荧光 (EDX) 分析

EDX-027

摘要：使用能量色散型 X 射线荧光法对稀土镁合金进行了定性与半定量分析，并给出了重复分析结果，建立了一种方便快捷无损的稀土镁合金分析方法。

关键词：X 射线荧光 无损分析 稀土镁合金

稀土镁合金泛指含有稀土元素 (rare earth) 的镁合金。镁合金是最轻的金属材料，具有密度低、比强度高、比刚度高、减震性高、易加工、易回收等优点，在各领域有着广泛的应用，尤其在目前铁、铝、锌等金属资源紧缺的大背景下，镁的资源、价格和产品优势得到充分发挥，其合金材料成为一种迅速崛起的工程材料。

鉴于镁合金材料研究的迅速发展，对镁合金分析方法的开发具有积极意义。国标 GB/T 13748-2009《镁及镁合金化学分析方法》给出了镁合金中各种元素的测定方法。涉及原子吸收光谱法 (AAS)、电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-AES)、重量法、分光光度法和光电直读原子发射光谱分析方法 (OES) 等。其

中对稀土元素的分析有 ICP-AES、OES 和重量法。重量法准确度好，但操作较为繁琐；ICP-AES 和 OES 对各种元素均有很好的灵敏度和较宽的浓度适用范围，是使用较多的稀土镁合金分析方法。以上均为定量测定方法，在明确稀土镁合金种类时，可以给出准确的定量值，当所含稀土元素种类未知时则需要其它手段定性后才能进行。

能量色散型 X 射线荧光光谱仪 (EDX) 是一种无损、快速、方便的光谱分析方法，尤其适合对各种金属元素的定性以及定量分析。本文使用 EDX 对各种类镁合金进行了定性半定量分析，可以快速鉴别出稀土镁合金及其所含稀土元素种类。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光光谱仪



1.2 样品制备或样品前处理

选择样品平整面，以无水乙醇清洁表面后进行分析，1# 样品刮去表层后分析。

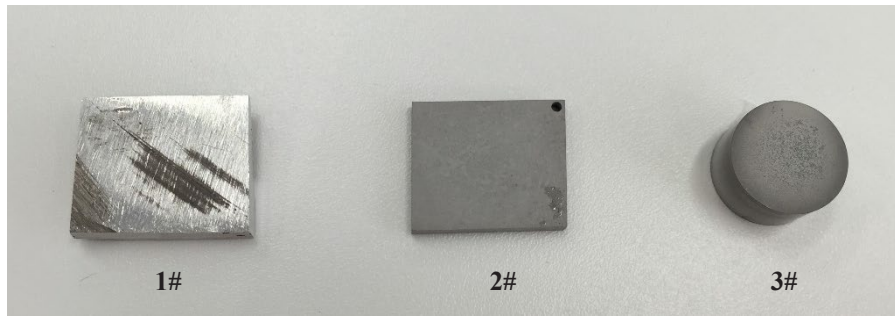


图 1 样品状态

1.3 仪器参数

靶材：Rh
电压：50kV
氛围：真空
滤光片：1#/4#
积分时间：60s
定量类型：定性半定量基本参数法

■ 结果讨论

2.1 测试结果

使用定性基本参数法对三块镁合金分别进行分析，结果如图 2~4。数据显示，1# 样品为含有 Y、Nd 和 Gd 的稀土镁合金，同时含有 Fe 和 Zn 等微量元素，其中 Cl、K 和 S 元素可能为表面划痕部分引入，对表面打磨后再测试时中未检测到这些元素（图 5）。2# 和 3# 样品中均未检测到稀土元素，并非稀土镁合金材料。2# 样品中含有 Si、Al、P、Na、Cl 和 K 元素，而这些元素并非镁合金中大量存在的常规元素，应是来源于表面处理层。3# 样品中也检测到较高浓度的 Al、Si、V 等元素，推测同样由表面处理引入。对表面处理元素的判定与在光电子能谱仪 (XPS) 上得到的分析结果相符 [1]。

分析物	结果	[3-sigma]	处理-计算	线	强度
Mg	90.042 %	[0.179]	定量-FP	MgKa	95.9241
Y	4.914 %	[0.010]	定量-FP	Y Ka	398.0976
Nd	2.469 %	[0.051]	定量-FP	NdLa	60.5180
Gd	1.534 %	[0.030]	定量-FP	GdLa	61.0036
Zr	0.555 %	[0.003]	定量-FP	ZrKa	47.0252
Si	0.132 %	[0.006]	定量-FP	SiKa	0.3062
Zn	0.103 %	[0.003]	定量-FP	ZnKa	1.8441
Cl	0.070 %	[0.001]	定量-FP	ClKa	0.0420
Al	0.061 %	[0.010]	定量-FP	AlKa	0.0558
Ca	0.036 %	[0.002]	定量-FP	CaKa	0.3048
K	0.029 %	[0.002]	定量-FP	K Ka	0.0534
S	0.023 %	[0.002]	定量-FP	S Ka	0.1949
Fe	0.017 %	[0.004]	定量-FP	FeKa	2.5936
Ag	0.004 %	[0.000]	定量-FP	AgKa	0.0197

图 2 1# 样品定性分析结果

分析物	结果	[3-sigma]	处理-计算	线	强度
Mg	49.960 %	[0.181]	定量-FP	MgKa	22.1489
Si	34.630 %	[0.087]	定量-FP	SiKa	46.1603
Al	4.995 %	[0.047]	定量-FP	AlKa	2.9016
P	3.694 %	[0.023]	定量-FP	P Ka	6.7242
Na	2.778 %	[0.130]	定量-FP	NaKa	0.2692
S	1.431 %	[0.044]	定量-FP	S Ka	0.1506
Zn	1.228 %	[0.007]	定量-FP	ZnKa	9.5895
Mn	0.550 %	[0.009]	定量-FP	MnKa	27.2876
Cl	0.449 %	[0.017]	定量-FP	ClKa	0.1017
Ca	0.155 %	[0.006]	定量-FP	CaKa	0.5308
K	0.084 %	[0.004]	定量-FP	K Ka	0.0627
Cu	0.037 %	[0.003]	定量-FP	CuKa	4.6738
Ga	0.006 %	[0.000]	定量-FP	GaKa	0.0645
Pb	0.002 %	[0.000]	定量-FP	PbLb1	0.0302

图 3 2# 样品定性分析结果

分析物	结果	[3-sigma]	处理-计算	线	强度
Mg	77.597 %	[0.222]	定量-FP	MgKa	30.9511
Al	9.415 %	[0.086]	定量-FP	AlKa	3.6915
Si	5.639 %	[0.044]	定量-FP	SiKa	5.2403
V	3.448 %	[0.034]	定量-FP	V Ka	96.5972
Zn	2.752 %	[0.012]	定量-FP	ZnKa	19.0092
Mn	0.981 %	[0.014]	定量-FP	MnKa	44.8771
K	0.062 %	[0.006]	定量-FP	K Ka	0.1538
S	0.059 %	[0.003]	定量-FP	S Ka	0.2076
Cu	0.039 %	[0.003]	定量-FP	CuKa	4.3108
Pb	0.006 %	[0.001]	定量-FP	PbLb1	0.0580
Mo	0.002 %	[0.001]	定量-FP	MoKa	0.0879
Zr	0.001 %	[0.000]	定量-FP	ZrKa	0.0476

图 4 3# 样品的定性分析结果

通过 EDX 的定性分析结果，可以十分方便地从各种镁合金中鉴别出稀土镁合金，而且同时能得到其中稀土元素的种类。为了进一步开发 EDX 对稀土镁合金的分析效果，我们也对 1# 样品进行了静态重复分析，结果如表 1. 结果显示，EDX 对镁合金的分析呈现出良好的稳定性，可以达到定量分析要求。

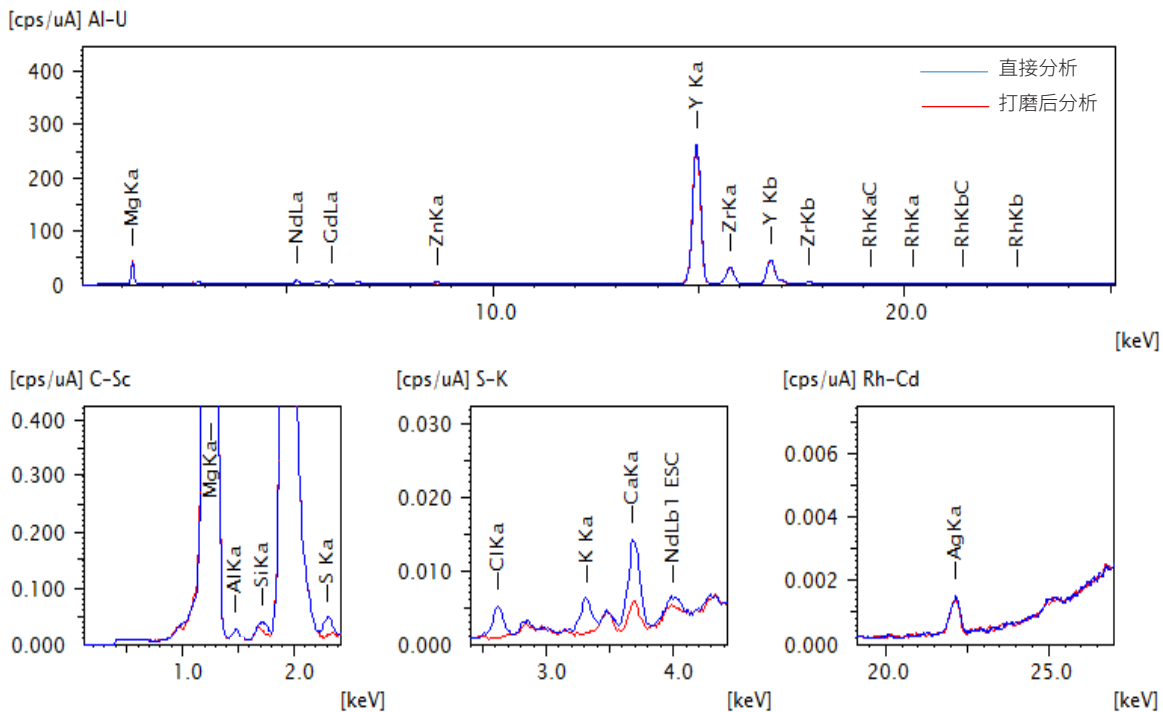


图 5 1# 样品的分析谱图

表 1 1# 样品的重复分析结果

元素	Mg %	Y %	Nd %	Gd %	Zr %	Si %	Al %	Zn %	Ca %	Fe %	Ag %
1	89.92	5.06	2.30	1.51	0.590	0.129	0.127	0.112	0.019	0.029	0.004
2	89.91	5.07	2.30	1.55	0.591	0.126	0.120	0.112	0.021	0.029	0.004
3	89.88	5.06	2.29	1.56	0.592	0.126	0.129	0.111	0.022	0.029	0.003
4	89.99	5.05	2.27	1.50	0.587	0.123	0.119	0.111	0.022	0.033	0.003
5	89.96	5.06	2.28	1.51	0.592	0.127	0.128	0.112	0.020	0.029	0.003
6	89.88	5.07	2.30	1.54	0.589	0.128	0.127	0.112	0.019	0.029	0.003
7	89.95	5.07	2.28	1.51	0.588	0.128	0.121	0.111	0.021	0.029	0.004
Ave	89.93	5.06	2.29	1.53	0.590	0.127	0.124	0.112	0.021	0.030	0.003
Std.	0.041	0.008	0.012	0.023	0.002	0.002	0.004	0.001	0.001	0.002	0.001
C.V.(%)	0.05	0.17	0.52	1.51	0.33	1.56	3.41	0.48	6.19	5.11	15.59

结论

使用岛津 EDX-7000 对各种镁合金中的稀土镁合金进行了鉴别, 并进行了重复分析评估了 EDX 进行稀土镁合金定量分析的稳定性。EDX 分析无需样品前处理, 快速无损, 且具有良好的灵敏度和稳定性, 可以同时满足定性和定量分析需求。

[1]: 参考岛津应用报告《岛津光电子能谱技术表征镁合金表面钝化膜》