

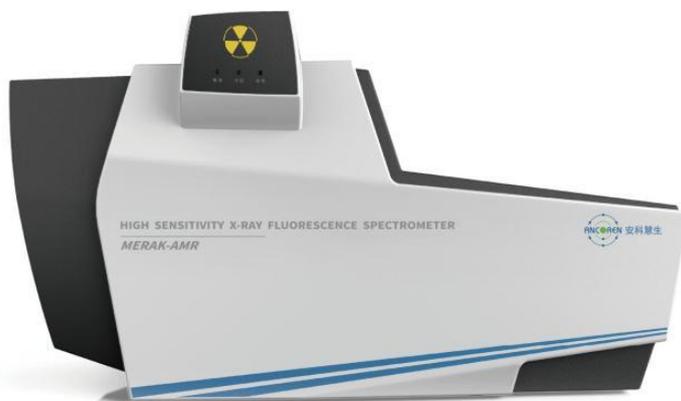
ANCOREN



RAY FLUORESCENCE

铝电解质元素与分子比测定

单波长 X 射线荧光光谱与快速基本参数法



单波长 X 射线荧光光谱仪 MERAK-AMR

应用概述

铝电解质成分决定初晶温度和电解温度的稳定性，近些年，国内部分企业铝电解质出现成分多元化、物相复杂化，由此带来铝电解质分子比的变化，从而对生产和能耗带来不确定性。

铝电解质分子比的分析是电解铝行业的难点，一般采用湿法化学法、X 射线荧光光谱法（XRF）、X 射线衍射法（XRD）等，湿法化学法分析周期长，无法满足生产工艺实时控制的需求；X 射线衍射法绘制标准曲线工作量大，定量所有物相十分困难，需要有经验者才能完成；常规 X 射线荧光光谱法在分析速度、样品制备等方面满足企业质量控制要求，但由于轻元素（尤其氧、氟）灵敏度较低，以及维护和稳定性差等问题，是企业在使用中面临的困难。

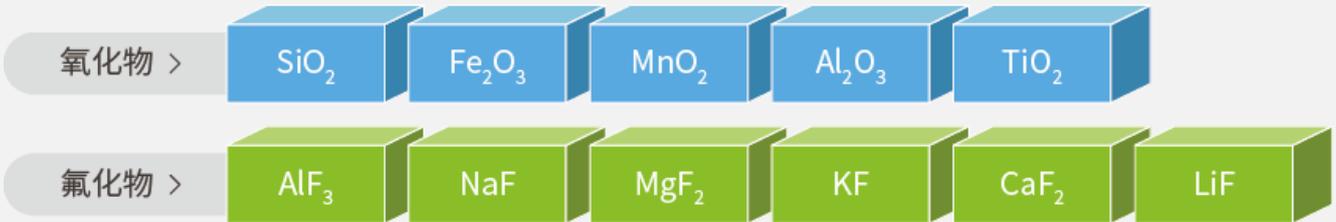
铝电解质分子比的分析需要准确定量电解质中 O、F、Na、Mg、Al、Si、K、Ca、Fe、Li 等元素含量，对 XRF 轻元素灵敏度与稳定性有极大的挑战。单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪（HS XRF®）采用双曲面弯晶单色化聚焦激发技术，大幅提升轻元素检测灵敏度，结合快速基本参数法（Fast FP®）精确计算元素间吸收-增强效应等，开创性改变铝电解质分析难点，为电解铝行业提供高效可行的分析方法。

性能数据

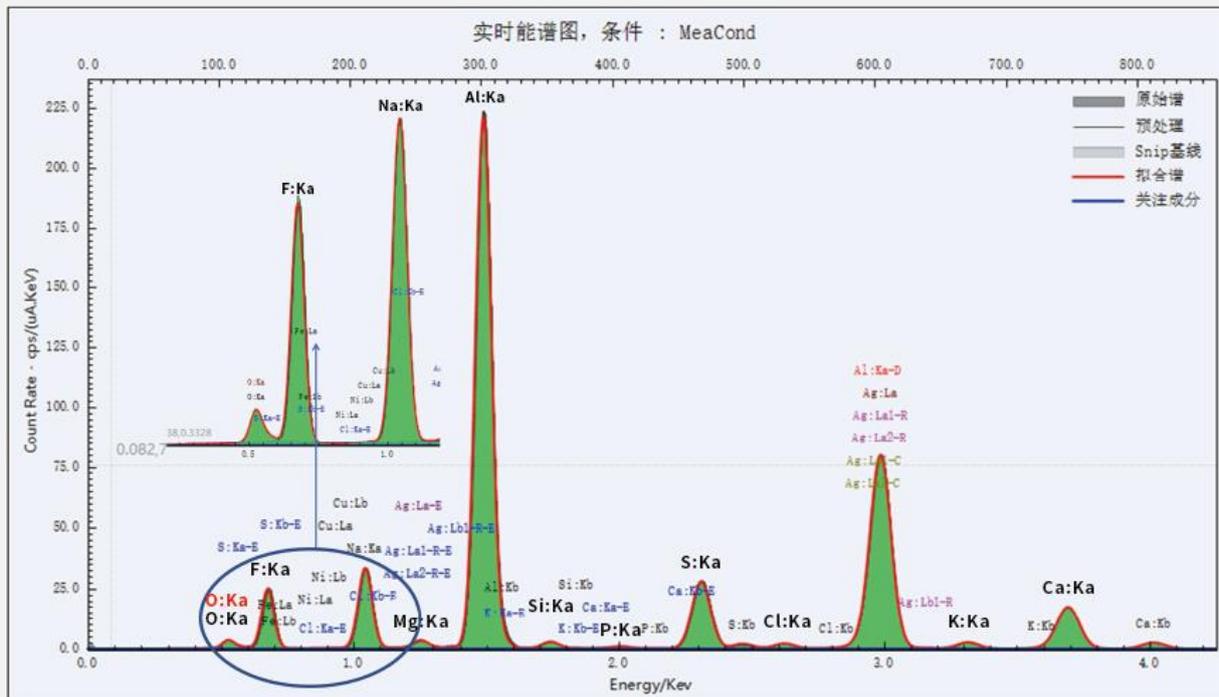
• 铝电解质分子比分析方法：全元素化学平衡法

HS XRF®与 Fast FP2.0 定量分析铝电解质样品中 O、F、Na、Mg、Al、Si、K、Ca、Fe、V、Ti、Mn 等元素含量，将测定的 Si、Fe、V、Ti、Mn 换算为氧化物的含量，余量的 O 为 Al₂O₃ 结合的 O，则可推算出 Al₂O₃ 中 Al 的含量；则余量的 Al 为 AlF₃；将测定的 Na、Mg、K、Ca 含量换算为 NaF、MgF₂、KF、CaF₂；余量的 F 为 LiF。根据标准物质或企业质控样品建立计算和含量值的校正关系模型，减少分析误差。

全元素化学平衡分析法：



• 铝电解质样品元素荧光谱图



• 元素检出限

元素	O	F	Na\Mg	Al\Si	P\S\Cl	K\Ca	Fe
检出限 (%)	0.3	0.1	0.01	0.005	0.0005	0.001	0.0005

• 稳定性

表 3 三七质控样品 ICP-MS 和 HS XRF 测定结果汇总表

样品名称	时间	表达式	Major	Minor				
			F(%)	Na(%)	Al(%)	Ca(%)	SiO2(%)	Fe2O3(%)
		分子比	校正值	校正值	校正值	校正值	校正值	校正值
S610629-1	2021-11-29	2.47	54.33	25.50	12.10	3.041	0.529	0.0216
S610629-1	2021-11-29	2.52	54.38	25.41	12.02	3.006	0.527	0.0214
S610629-1	2021-11-29	2.50	54.51	25.42	11.98	3.017	0.525	0.0211
S210629-1	2021-11-30	2.45	54.59	25.47	12.05	3.003	0.518	0.0214
S210629-1	2021-11-30	2.45	54.53	25.54	12.04	3.011	0.520	0.0211
S210629-1	2021-11-30	2.46	54.58	25.45	12.02	3.009	0.517	0.0206
S210629-1	2021-12-01	2.54	54.40	25.39	11.97	3.020	0.523	0.0210
S210629-1	2021-12-01	2.54	54.53	25.34	11.94	2.989	0.521	0.0209
S210629-1	2021-12-01	2.52	54.50	25.37	11.95	2.976	0.514	0.0209

• 准确性

Al₂O₃ 数据对比结果

样品编号	Al ₂ O ₃ (%)		
	MERAK-AMR	重量法	偏差
D20211202-F2-0930	40.55	40.93	-0.9%
D20211019-X3-0830	22.04	21.56	2.2%
D20211021-X1-0830	26.45	27.08	-2.3
D20211123-X1-0830	21.61	21.02	2.8%
D20211123-X2-0830	17.04	16.62	2.5%

说明：根据单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱法针对铝电解质的全元素化学平衡分析法，关键是分析除去 Li 之外的元素含量，通过化学平衡法得到各组分的含量，上述数据表明 MERAK-AMR 通过对各元素的精确定量分析，得到的 Al₂O₃ 含量值与重量法的一致性，即表明了此检测方法的可行性与准确性。

方法原理

(专利号:ZL 2017 1 0285264.X)

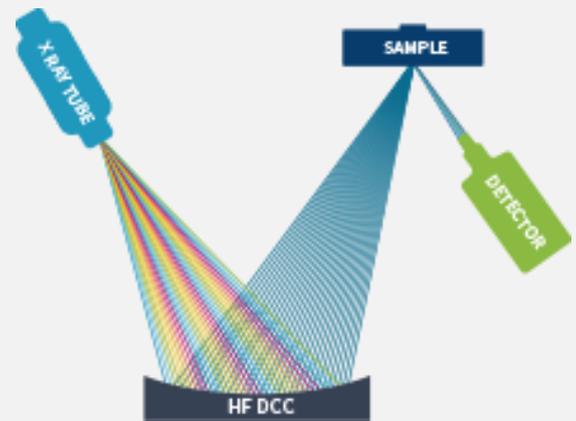
- **硬件核心技术：单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪 (HS XRF®)**

1. **单色化激发**

X 射线管出射谱经全聚焦型双曲面弯晶单色化入射样品，降低由于 X 射线管出射谱连续散射线产生的背景干扰 2 个数量级以上

2. **聚焦激发**

能量聚焦，进一步增加 SDD 探测器接收样品元素荧光射线强度



单波长聚焦激发技术



快速基本参数法 Fast FP2.0

- **软件核心技术：快速基本参数法 (Fast FP2.0®)**

1. X 射线入射、与物质相互作用、探测的整个物理过程进行数学描述
2. 采用基本参数库和先进数学模型相结合
3. 采用少量标样可进一步提升元素定量精度
4. 解决无标准样品情况下元素定量分析难题

特点优势



全元素分析

同步分析铝电解质样品中 O、F、Na、Mg、Al、Si、K、Ca、Fe，以及 P、S、Cl、Mn、Ti 等杂质元素；



稳定性

无需制冷、无需真空、无需钢瓶气体，在实验室条件下，仪器长期运行稳定可靠；



准确性

通过少量标准样品或质控样品，即可快速建立分析方法，得到高准确度的铝电解质分子比测试数据；



速度快

仅需要对样品研磨和压片处理，仪器分析时间 3-5 分钟/样品；



运行成本低

无需气体、化学试剂等消耗，仪器使用成本是大型 XRF 的五分之一；

分析流程图

1 样品研磨



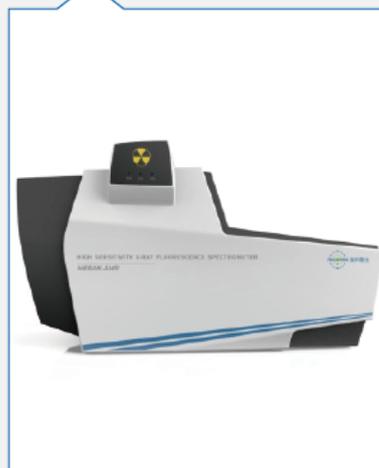
将电解质样品研磨至200目以上

2 压片



取6g以上样品，采用20Mpa以上压力将样品制作成压片

3 仪器分析



将压片样品置入MERAK-ARM仪器，几分钟得到分析结果

原创声明：本文除注明引用之外属于安科慧生（Ancoren）公司原创，若有转发和引用，必须注明出处，否则可能涉及侵权行为！

更详细技术信息，请咨询安科慧生工作人员！