菱镁矿与镁砂中元素含量测定

单波长 X 射线荧光光谱仪与全息基本参数法

单波长 X 射线荧光光谱仪 MERAK-SC

概　述

菱镁矿是镁的硅酸盐矿物，是制造含镁耐火材料的最主要的天然矿物原料。全世界菱镁矿储量约为 120 亿吨，其中中国大约为 50 亿吨，占比十分庞大。

菱镁矿的化学成为为 $MgCO_3$，其它氧化物 CaO、SiO_2、Fe_2O_3、Al_2O_3 等为杂质，当菱镁矿中杂值含量大时，会严重降低其耐火性能，并且会给生产工艺造成困难，因此分析杂质元素含量尤为重要。

安科慧生研制的单波长 X 射线荧光光谱仪 MERAK-SC 与全息基本参数法（Holospec FP 2.0），同步分析菱镁矿各元素成分含量，对各个元素氧化物的分析精密度满足《GB/T 34332-2017 菱镁矿与白云石耐火制品化学分析方法》要求，同时具有样品制备简单、分析速度快、分析成本低等优势，也可延伸到镁砂各个元素成分分析。

测试步骤

样品采用压片法处理，具体流程见下图：

粉碎研磨

将菱镁矿矿石样品粉碎至100目以上

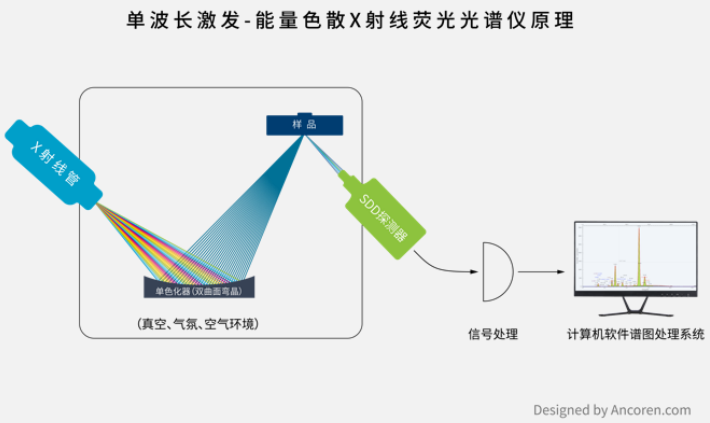
压 片

取4g样品，用压片机25MPa制成样品压片

测 试

将样品压片放入样品杯，在MERAK-SC上进行测试，三分钟得到测试结果

技术原理



1. 单波长聚焦激发技术

单波长 X 射线荧光光谱仪 MERAK-SC 将全聚焦型双曲面弯晶单色化技术与二次靶完美结合，全聚焦型双曲面弯晶将 X 射线光管出射谱中靶材特征射线单色化衍射并聚焦到样品一点，大幅降低 X 射线管出射谱中连续散射线背景对样品元素谱的干扰，提升元素检测信噪比，弥补了传统能量色散 X 射线荧光光谱仪对轻元素灵敏度不足，单波长 X 射线荧光光谱仪实现对微量和痕量元素的检测分析。（发明专利：201510970857.0）

2. 全息基本参数法（Holospec FP 2.0）

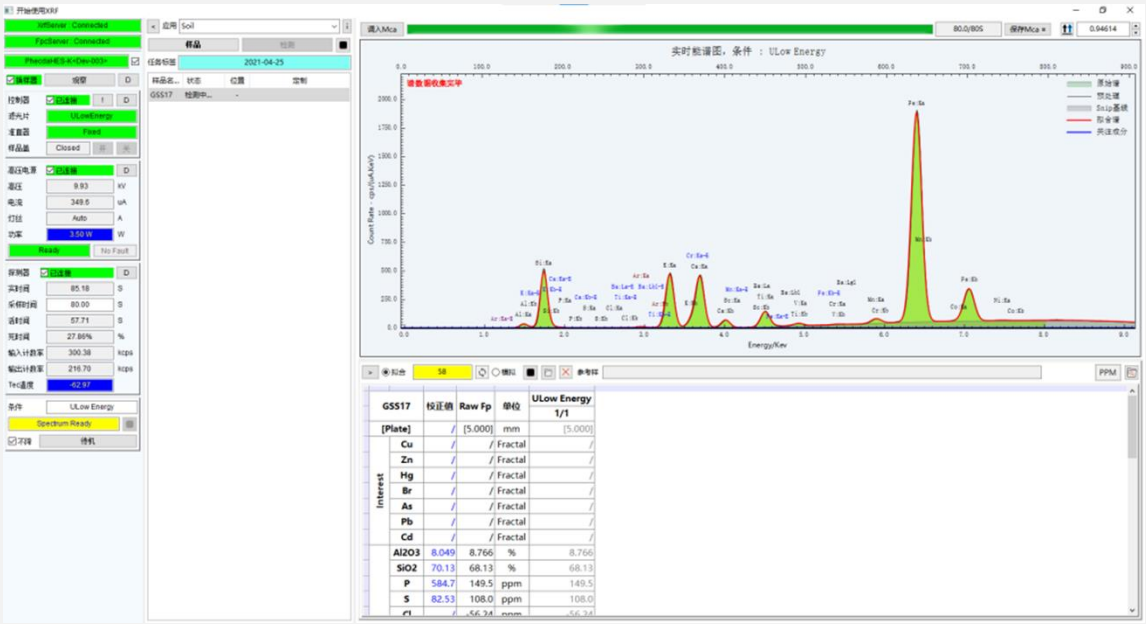
基本参数法（FP: Fundamental Parameters method）是 X 射线荧光领域的核心算法和研究重点。安科慧生研发人员历时十几年，颁布全息基本参数法-Holospec FP 2.0，将基本参数法的应用提升到前所未有的水平。

Holospec FP 与常规 FP 区别：

1) 全谱拟合：当前唯一采用全谱拟合的基本参数法
2) 完整性：基本参数库结合先进的数学模型（Advanced MM），从而完成对 XRF 整个物理学过程的数字化描述
3) 快速：CPU 多核并行运算结合 GPU 单元，采集谱图与海量运算同步完成
4) 可视化与支持用户开发：可视化图形界面与开放的参数设置

Holospec FP 功能与优势：

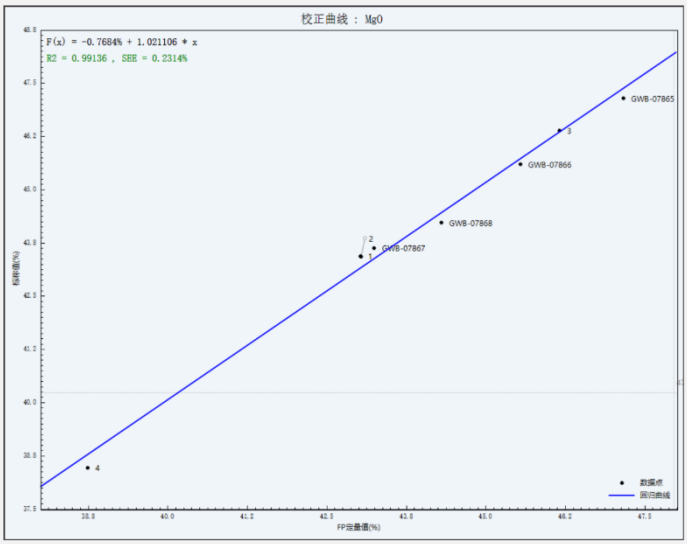
1) 通过精确计算消除（或减少）XRF 物理学各种效应
2) 达到元素无标定量分析精度
3) 减少标准物质要求，快速建立 XRF 元素分析方法
4) 提升元素定量精度和扩展样品适应性

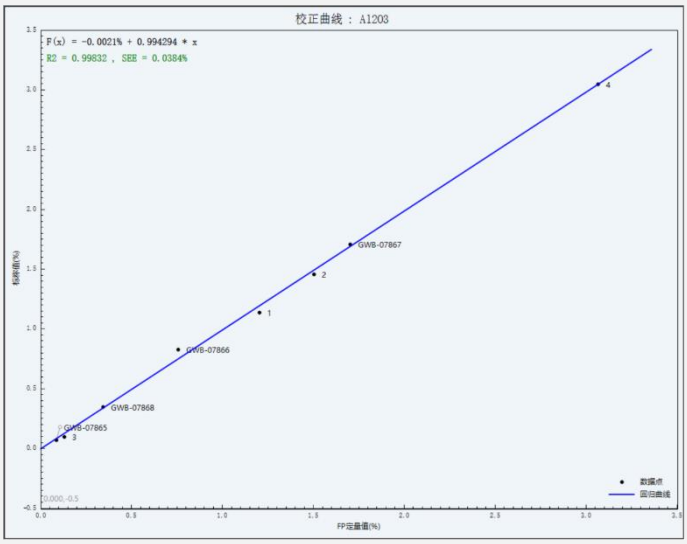


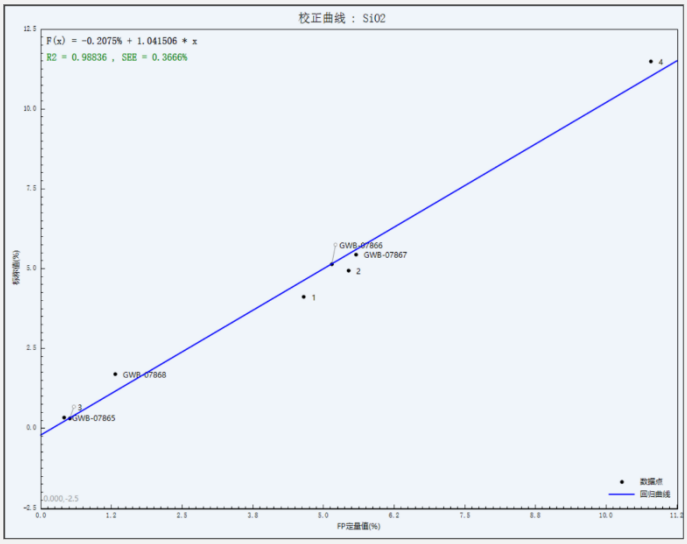
性能数据

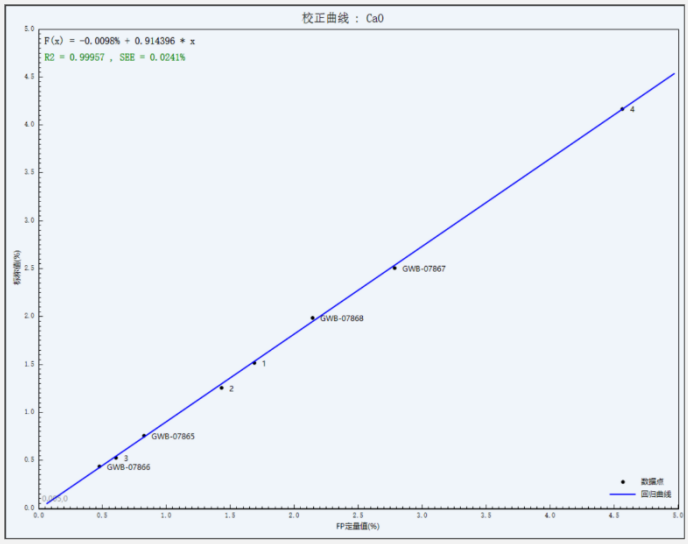
- **线性**

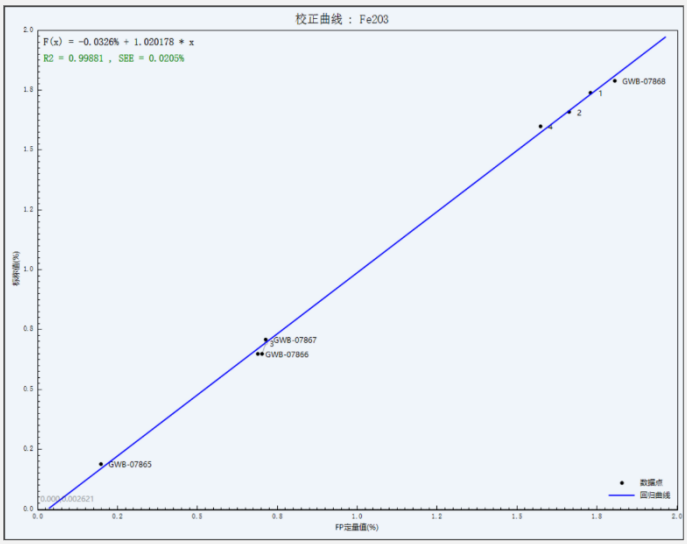
全息基本参数法（Holospec FP 2.0）通过全谱拟合和理论计算得到各元素（或氧化物）含量值，通过对菱镁矿标准样品的 Holospec FP 2.0 计算值与标准含量值之间建立校正曲线。下述各目标元素（或氧化物）线性相关性图表，可见线性相关系数 R^2达到 0.99~0.999 之间，良好的线性关系是定量准确性的保证。


校正曲线 : MgO
F(x) = -0.7684% + 1.021106 * x
R2 = 0.99136 , SEE = 0.2314%
GWB-07865
GWB-07866
GWB-07868
GWB-07867
标样值(%)
FP定量值(%)
数据点
回归曲线


校正曲线 : Al2O3
F(x) = -0.0021% + 0.994294 * x
R2 = 0.99832 , SEE = 0.0384%
GWB-07867
GWB-07866
GWB-07868
GWB-07865
标样值(%)
FP定量值(%)
数据点
回归曲线


校正曲线 : SiO2
F(x) = -0.2075% + 1.041506 * x
R2 = 0.98836 , SEE = 0.3666%
GWB-07866
GWB-07867
GWB-07868
GWB-07865
标样值(%)
FP定量值(%)
数据点
回归曲线


校正曲线 : CaO
F(x) = -0.0098% + 0.914396 * x
R2 = 0.99957 , SEE = 0.0241%
GWB-07867
GWB-07868
GWB-07865
GWB-07866
标样值(%)
FP定量值(%)
数据点
回归曲线


校正曲线 : Fe2O3
F(x) = -0.0326% + 1.020178 * x
R2 = 0.99881 , SEE = 0.0205%
GWB-07868
GWB-07867
GWB-07866
GWB-07865
标样值(%)
FP定量值(%)
数据点
回归曲线

- **重复性**

使用菱镁矿 28727-2014-magnesite3#号标准样品重复测试 7 次，得到重复性结果如下表：

元素	SD(%)
MgO	0.036
CaO	0.002
Fe2O3	0.001
SiO2	0.008
Al2O3	0.002

仪器特点

稳定

开机 30 分钟，即可得到稳定分析数据，连续测试、日间测试、长期测试均具有优良的重复性；

精确

基于基本参数法的软件谱图分析计算，消除样品基体差异、谱线干扰带来的分析误差，仅需少数标准（定值）样品，即可得到准确定量结果；

低耗

无需消耗气体、液氮制冷、真空等，长期运行低故障率；

快速

3 分钟即可完成单个样品分析；

同步

同步分析菱镁矿和镁砂中 Na-Zn 十几种元素及氧化物含量；

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！