

铝铜中间合金控样熔制与 X 射线荧光光谱法分析应用

韩亚鹏 李琴

(青海桥头铝电股份有限公司中心化实验室 青海 西宁 810100)

摘要: 本文研究了铝合金冶炼材料铝铜合金样品制备、分析检测方法,在目前经典化学法分析周期长、资源投入大的困境下,开展 X 荧光快速分析,满足工业化生产需求的同时,为铝硅中间合金、铝镁中间合金等其他材料的快速分析提供了理论依据。

关键词: 中间合金; X 射线荧光光谱分析; 烧损

中图分类号: TF821 文献标识码: B

Analysis and application of aluminum copper intermediate alloy controlled sample casting and X ray fluorescence spectrometry

Han Yapeng, Li Qing

(Qinghai Qiaotou Aluminium Power Co.,Ltd. Testing Center)

Abstract: this paper studies the method of preparation and analysis of aluminum-copper intermediate alloy samples for aluminum alloy smelting. Under the difficult situation of long cycle of classical chemical analysis and large resource input, the rapid analysis of X-ray fluorescence is carried out to meet the needs of industrial production, and provides the theoretical basis for the rapid analysis of aluminum-Silicon intermediate alloy and aluminum-magnesium intermediate alloy and other materials.

Key words: intermediate alloy; X-ray fluorescence spectroscopy; Combustion losses

铝铜中间合金又称铝铜合金,是指将铜单质做成合金,使其便于加入到合金中,解决烧损及高熔点合金元素不易熔入等问题,同时对原材料影响不大的特种合金,是目前铝合金冶炼行业普遍使用的合金材料。铝铜合金中铜含量高达 40% 以上,无法用光谱仪进行常规分析(超出仪器检测上限),只能用传统的化学法进行检测,从制样到分析结果发出需要四至五个工作日,而且铝铜中间合金分析检测工作需要多名分析人员互相协作来完成,劳动强度大,人力资源占用比例高,分析检测成本也很高。而 X 荧光光谱仪检测范围大,效率高,准确性稳定性有保障,非常符合分析要求但有缺乏制作工作曲线的控制样品。

本文针对当前铝合金冶炼企业普遍应用的中间合金样品,自行熔制样品并应用制 X 荧光光谱分析方面,快速、高效、准确完成铝铜中间合金分析,满足工业化生产需求。

1 仪器、设备

1.1 铝铜中间合金控制样品的熔制过程中需要以下试验设备与材料:

TM-3014P 型高温陶瓷纤维马弗炉,功率 6KW,最高使用温度 1400℃,温度

稳定性 0.2%FS。

AG285 电子天平,测量范围 0-210g,测量精度 0.001%。

高纯石墨,容积 600ml;

高纯铝,铝含量大于 99.995%;高纯铜,铜含量大于 99.995%,刚玉棒,Φ14mm×400mm。

1.2 样品检测过程中使用的主要设备及参数:

试验样品检 XRF 测选用 ARL9900XP 型 X 射线荧光光谱仪;荧光仪参数: Rh

靶,管电压 50KV,管电流 50mA,配备流气正比计数器(FPC)和闪烁计数器(SC)两种探测器,全角范围 0°-152°,角分辨率 0.001°,主要用于检测样品化学成分。

样品加工选用 CO630 车床车削加工。

样品定值与比对验证选用硫代硫酸钠滴定法。

2 铝铜中间合金样品熔制

2.1 熔制材料预处理: 将熔制铝铜合金控样用高纯铝、高纯铜预先加工成屑状,

便于熔化后能够均匀的融合,同时可以更精确的称量。

2.2 开展初熔试验和烧损试验,以确定熔制前质量的误差范围及后期的试验条件。

值,以减小计算配比与熔制配比的误差。

2.2.1 初熔试验从高纯铝熔点温度 890℃ 开始试验,以铝铜比 1:1 的比例混合熔制,以 50℃ 为间隔分步试验,直至材料全部熔化需求,最终确定熔制温度为 1300℃。

表 1 铝铜合金标样熔制条件表

试验名称	参数值	试验名称	实验结果
熔制温度	1250-1300℃	搅拌次数	3
熔制时间	40min	搅拌时间	30min, 35min, 40min
搅拌棒预热	300℃, 20min	冷却时间	20min
模具预热	300℃, 25min	烧损确定	2.58%

备注: 铜含量按照 50% 配制,而实际检测含量均值为 47.42%,故确定铜元素烧损为 2.58%。

2.2.2 对熔制好的样品进行化学检测,确定烧损并验证均匀性。提供三批熔制样品上下端分析检测结果来看,样品在熔制过程中通过搅拌,均匀性能满足要求。

表 2 铝铜中间合金均匀性试验化学检测值统计表

试样编号	铜含量 (%)
1#上端	47.02
1#下端	47.86
2#上端	46.90
2#下端	47.85
3#上端	46.98
3#下端	47.89

从上述三批熔制样品上下端分析检测结果来看,样品在熔制过程中通过搅拌,均匀性能满足要求。

2.2.3 按照前期试验条件确认烧损后,开展熔制试验,并对熔制好的样品进行化学检测定值。

表 2 铝铜合金控样 20 次化学定值结果统计表

5%	10%	15%	20%	25%	30%	35%	40%	42%	45%	47%	50%	55%
----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

1	5.86	10.24	14.77	20.83	25.11	29.94	34.81	40.63	42.13	45.38	46.41	47.76	54.48
2	5.94	10.26	14.65	20.91	25.11	29.86	34.68	40.63	42.29	45.30	46.28	47.84	54.44
3	5.88	10.33	14.91	21.07	25.19	30.25	34.97	40.71	41.98	45.30	46.01	47.6	54.75
4	5.89	10.31	14.99	20.91	25.19	30.29	34.89	40.87	42.13	45.14	45.94	47.76	54.67
5	5.94	10.24	14.81	21.38	25.82	30.01	34.81	41.45	42.72	45.7	47.04	48.63	54.99
6	5.94	10.20	14.46	21.32	25.58	30.12	34.89	41.50	42.74	45.86	46.97	48.72	54.83
7	5.87	10.33	14.94	21.51	25.74	29.96	34.65	41.50	42.69	45.78	46.93	48.79	54.60
8	5.90	10.33	14.86	21.30	25.38	29.91	34.73	41.58	42.64	45.86	46.78	48.79	54.60
9	5.91	10.22	14.62	21.66	25.74	29.96	34.81	41.64	42.88	46.41	47.08	48.64	54.99
10	5.90	10.31	14.73	21.46	25.5	30.04	34.65	41.61	42.83	46.44	47.13	48.87	54.99
11	5.92	10.29	14.62	21.14	25.46	30.04	34.76	41.48	42.63	45.74	46.73	48.4	54.77
12	5.88	10.22	14.59	21.38	25.51	30.20	34.71	41.32	42.68	45.62	46.57	48.32	54.74
13	5.89	10.17	14.46	21.14	25.59	29.96	34.77	41.48	42.75	45.30	46.89	48.64	54.61
14	5.88	10.25	14.54	21.30	25.75	29.88	34.74	41.56	42.75	45.38	46.89	48.48	54.63
15	5.88	10.24	14.54	21.14	25.67	29.88	34.82	41.64	43.07	45.30	47.05	48.64	54.54
16	5.94	10.26	14.56	21.22	25.83	29.96	34.88	41.48	43.23	45.54	46.97	48.56	54.57
17	5.91	10.24	14.88	21.20	25.83	30.07	34.81	41.51	42.77	45.69	46.6	48.52	54.83
18	5.89	10.27	14.92	21.09	25.75	29.98	34.78	41.64	42.68	45.77	46.44	48.54	54.82
19	5.89	10.26	14.77	21.30	25.72	30.01	34.79	41.64	42.91	45.61	47.05	48.56	54.88
20	5.90	10.27	14.77	21.22	25.75	30.03	34.80	41.68	42.75	45.54	47.13	48.64	54.87
平均值	5.90	10.26	14.72	21.22	25.56	30.02	34.79	41.38	42.66	45.63	46.74	48.44	54.73

试验结论：利用化学方法对熔制的 13 批控样进行化学分析，每个样品分

析 20 日，以确定样品的均匀性和结果的可靠性，有表中数据可知，单批样品化学分析结果偏差小，均匀性靠，可用于荧光仪建立曲线使用。

3 分析方法

3.1 确定分析条件

利用 X 射线荧光光谱仪分析助手软件及仪器 QA 报告，查证铝铜中间合金铜

含量分析条件，见下表：

表 3 铝铜合金荧光法分析条件确认表

分析元素	晶体	探测器	准直器	线系	管压 KV	管流 mA	分析时间 s
Cu	LiF200	SC	0.15	CuKa1	50	50	10
				4	50.36	51.03	0.67
				5	51.07	51.52	0.45
				6	50.24	50.11	0.13
				7	49.91	50.17	0.26

3.2 建立工作曲线

将熔制所得的 13 块样品，利用车床车削加工后，分别放入荧光仪样品盒内，利用荧光仪工作曲线制作步骤建立铜含量分析工作曲线，曲线系数及曲线回归方程见下图：

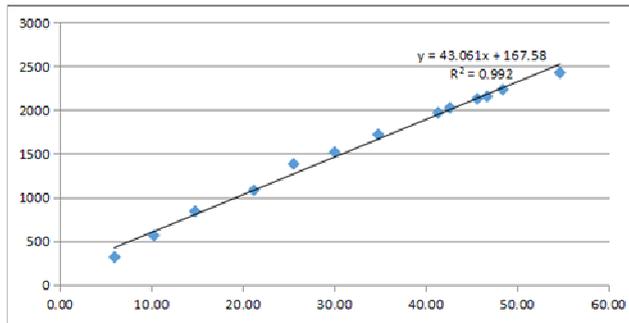


图 1 铝铜中间合金 XRF 分析工作曲线图

3.3 试验结果

表 4 铝铜中间合金化学-荧光比对试验结果统计表

序号	化学分析值	荧光分析值	偏差
1	49.88	49.74	0.14
2	51.12	51.17	0.05
3	48.57	49.11	0.54

有表中验证数据可见，铝铜中间合金 XRF 分析方法在保证检测结果与化学检

测结果极小的允许差的同时，可快速实现铝铜中间合金铜含量分析，极大提高工业生产配料时的分析检测效率，完全适用于铝合金冶炼企业生产过程检测工作。

4 结论

铝铜中间合金 XRF 分析方法样品分析前处理便捷，单纯进行车削加工便可用

于分析，检测耗时短，检测结果满足工业生产需求，且铝硅、铝锰、铝镁、铝锌等常用铝合金冶炼材料的分析检测也可按照本文中的方法进行检测。

参考文献：

- [1]高新华.X 射线荧光分析[M].北京：冶金工业出版社，19730.
- [2]E.P.P 伯廷.X 射线光谱分析原理和应用[M].北京：国防工业出版社，1975:397-453

作者简介：

韩亚鹏（1984-），男，回族，工程师，学士，铝合金材料研究。