

Практическое применение EDX

Центр аналитических измерений Shimadzu

АНАЛИЗ КЕРАМИКИ

ОПИСАНИЕ

В данном приложении описан анализ порошкообразного образца керамики. Элементы в таких образцах часто присутствуют в виде оксидов. Содержание оксидов в керамике определено двумя способами. Первый, нестандартный способ, использует метод фундаментальных параметров (метод FP) для определения количественного состава. При втором способе создают калибровочные кривые для каждого элемента, используя стандартные образцы. Сравниваются два метода. Из полученных результатов ясно, что во многих случаях способ FP является очень точным методом анализа неизвестных образцов. Порошок керамики получен из массивного керамического образца путем размол в мельнице.

ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

Ниже приведены спектры стандартного образца керамики R-603 компании Shimadzu, Япония.

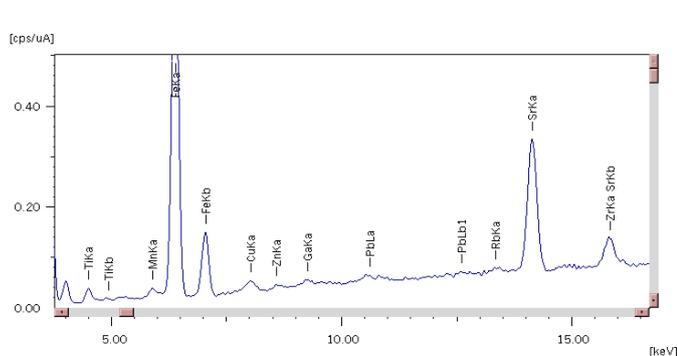


Рис. 1 Спектр порошка керамики

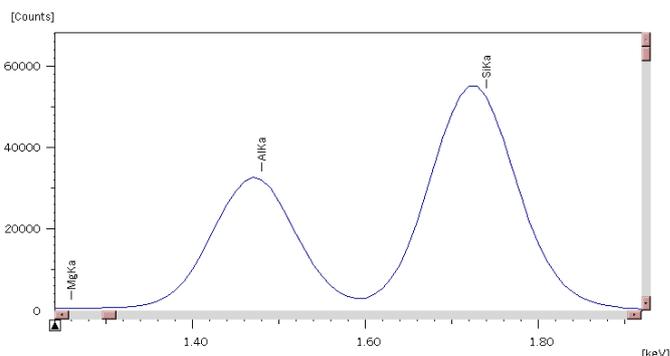


Рис. 2 Участок спектра с Al и Si

Приведенные в таблице 1 результаты показывают, что метод FP, используемый в программном обеспечении Shimadzu, позволяет проводить количественный анализ неизвестного образца без использования стандартов.

Таблица 1. Сравнение результатов полуколичественного анализа с сертифицированными значениями.

| | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | CaO | Fe ₂ O ₃ | K ₂ O | Na ₂ O | MgO | TiO ₂ |
|--------------------------------|------------------|--------------------------------|------|--------------------------------|------------------|-------------------|-------------------|-------------------------|
| Измеренное значение (%) | 46.6 | 37.2 | 1.69 | 0.60 | 0.42 | 0.34 | 0.31 | 0.09 |
| Сертифицированное значение (%) | 46.1 | 37.0 | 1.66 | 0.65 | 0.40 | 0.84 | 0.29 | 0.08 |
| | SO ₃ | MnO | CuO | Ga ₂ O ₃ | PbO | ZnO | Rb ₂ O | Потери при прокаливании |
| Измеренное значение (%) | 0.05 | 0.03 | 0.01 | 0.005 | 0.005 | 0.003 | 0.002 | 12.60 |
| Сертифицированное значение (%) | — | — | — | — | — | — | — | — |

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ

Хотя применение метода FP обеспечивает получение точных данных количественного элементного состава, часто необходимо использовать метод калибровочных кривых. Этому есть несколько причин. Во-первых, точность анализа. Метод калибровочных кривых обеспечивает пользователю большую точность. Меньшая точность метода FP объясняется физическими различиями между образцами, такими, например, как размер частиц.

Кроме того, часто анализ необходимо выполнять в соответствии с требованиями ISO-900х. В этом случае процедуру контроля качества необходимо документировать. Из-за сложной структуры метода FP это не всегда возможно и крайне затруднено. В случае же метода калибровочных кривых пользователь получает полный комплект всех параметров количественного анализа. Результаты анализа легко интерпретируются пользователем и могут быть документированы для ISO-900х.

Ниже приведены примеры созданных калибровочных кривых, используемых для расчета содержания оксидов в керамике.

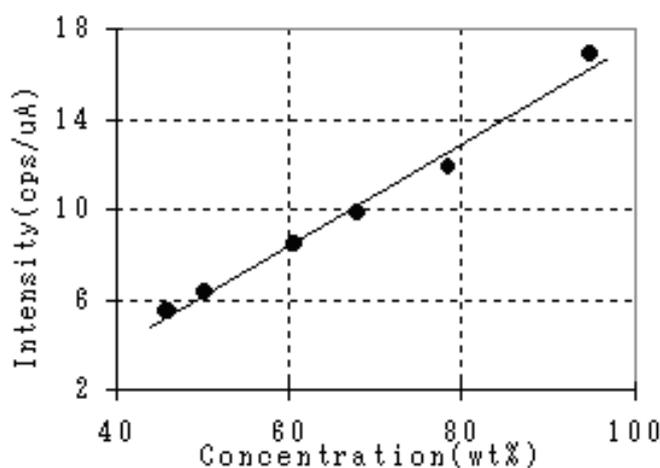


Рис. 3 Калибровочная кривая для SiO₂

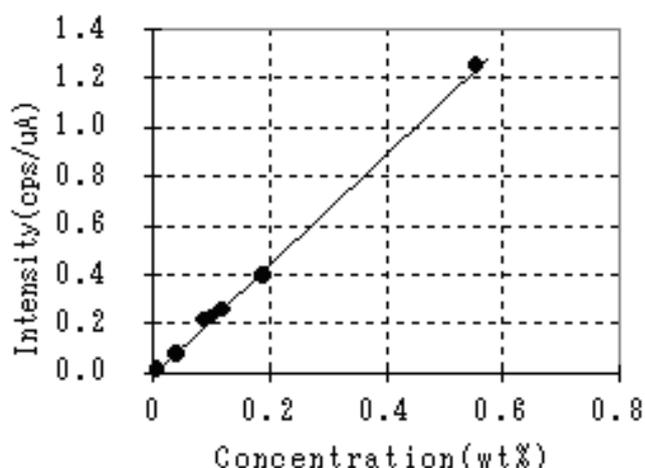


Рис. 4 Калибровочная кривая для TiO₂

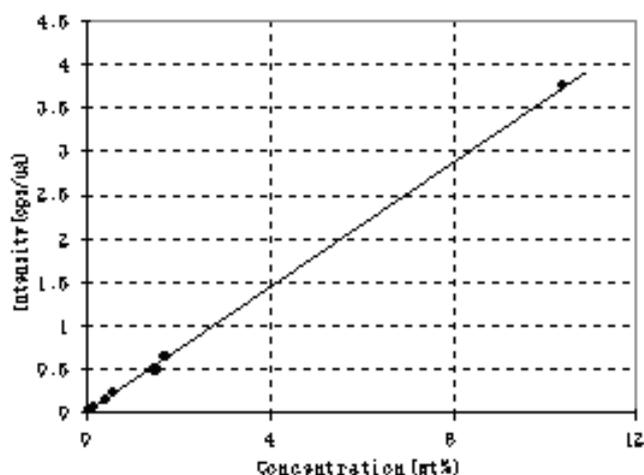


Рис. 5 Калибровочная кривая для K₂O

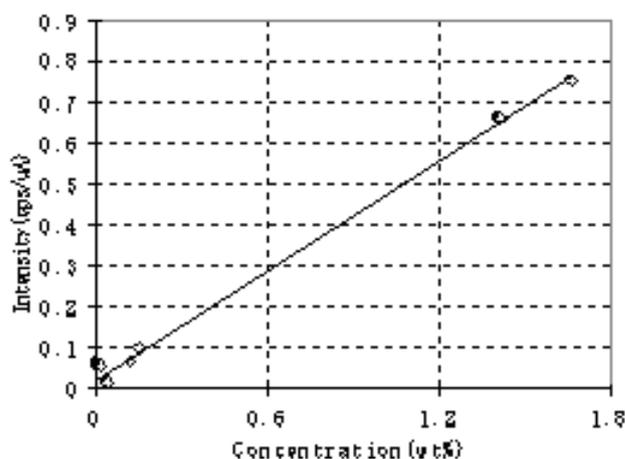


Рис. 6 Калибровочная кривая для CaO

■ ПОВТОРЯЕМОСТЬ РЕЗУЛЬТАТОВ

Для определения точности аппаратуры образцы измеряли в 10-кратной повторности. Два параметра связаны с точностью измерений. Первый — это стандартное отклонение, и оно характеризует абсолютную точность спектрометра. Второй — это коэффициент вариации, и он характеризует относительную точность спектрометра. Результаты, полученные на сертифицированном стандартном образце керамики R-603, приведены в таблице 2.

Таблица 2. Результаты теста на повторяемость

| <i>Соединение</i> | <i>SiO₂</i> | <i>Al₂O₃</i> | <i>Fe₂O₃</i> | <i>TiO₂</i> | <i>CaO</i> | <i>MgO</i> | <i>Na₂O</i> | <i>K₂O</i> |
|-----------------------------------|------------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------------------|------------|------------|------------------------|-----------------------|
| <i>Среднее значение (%)</i> | 47.10 | 36.89 | 0.67 | 0.099 | 1.62 | 0.22 | 0.67 | 0.41 |
| <i>Стандартное отклонение (%)</i> | 0.061 | 0.150 | 0.004 | 0.004 | 0.010 | 0.015 | 0.091 | 0.010 |
| <i>Коэффициент вариации (%)</i> | 0.13 | 0.41 | 0.61 | 4.0 | 0.60 | 7.7 | 13.7 | 2.5 |

■ УСЛОВИЯ АНАЛИЗА:

| | |
|---------------------|---------------------------|
| Спектрометр: | EDX-700 |
| Трубка: | Rh-анод |
| Фильтр: | без фильтра |
| Атмосфера: | вакуум |
| Мощность: | 15-50 кВ при 30 - 250 мкА |
| Мертвое время: | 25% |
| Измеряемый диаметр: | 10 мм |
| Время измерения: | 40 секунд |