



Рентгенофлуоресцентный анализатор «РЕАН»

Рентгенофлуоресцентный анализ криолита



Применяемый в настоящее время для электролиза алюминия промышленный электролит в основном состоит из обогащенного фтористым алюминием криолитоглиноземного расплава, свойства которого улучшены добавками различных химических соединений. Сумма этих добавок, как правило, не превышает 8—10%. Основное назначение добавок — снижение температуры плавления электролита и увеличение его электропроводности. Однако все добавки приводят в той или иной степени к снижению растворимости глинозема в электролите, что ограничивает их содержание в промышленном электролите.

В практике электролиза алюминия принято выражать состав электролита молекулярным отношением его составляющих $\text{NaF}:\text{AlF}_3$, так называемым криолитовым отношением. Следовательно, для криолита ($3\text{NaF}:\text{AlF}_3$) молекулярное отношение равняется 3. При избытке в составе электролита фтористого алюминия криолитовое отношение будет меньше трех (кислые электролиты), а при избытке фтористого натрия — больше трех (щелочные электролиты). Спектрометр «РЕАН» позволяет регистрировать элементы от углерода (C^6) до урана (U^{92}) и, соответственно, может быть использован для определения содержания фторидов в электролитах.

Результаты измерений

Образцы для исследования: порошки фторида алюминия.

Пробоподготовка: образцы предварительно высушивали и прессовали в таблетки.

Метод количественного анализа: линейная регрессия, метод Лукаса-Туса.

Были измерены таблетки фторида алюминия (с борной кислотой). На спектрах наблюдаются пики кислорода и фтора (рис. 1). При количественных расчетах методом линейной регрессии отклонение от тренда интенсивностей линий алюминия, фтора и кислорода значительное (рис. 2, 3). Это связано с сильным взаимным влиянием элементов на интенсивность линий флуоресценции друг друга. Они могут быть учтены при расчетах методами сложных регрессий, например, методом Лукаса-Туса. В качестве примера представлены градуировочные графики кислорода и фтора (рис. 5, 6).

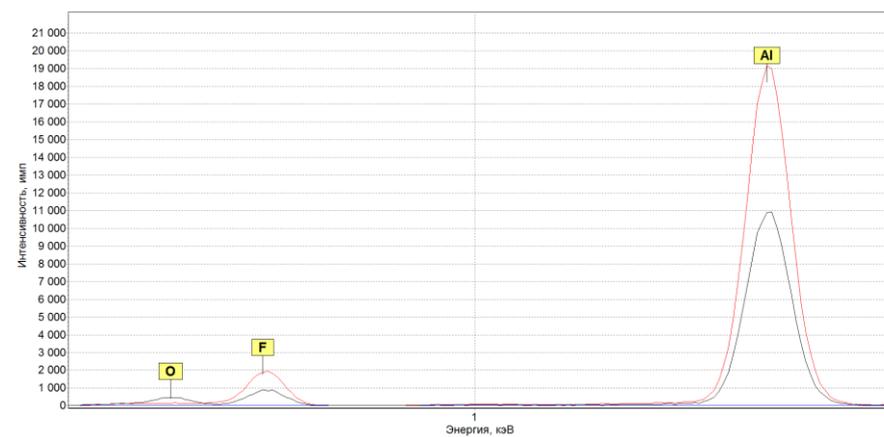


Рис. 1. Спектры фторида алюминия (AlF_3).
Красный спектр: F^9 - 63,66%; O^8 - 1,16%;
Черный спектр: F^9 - 31,83%; O^8 - 39,4%.

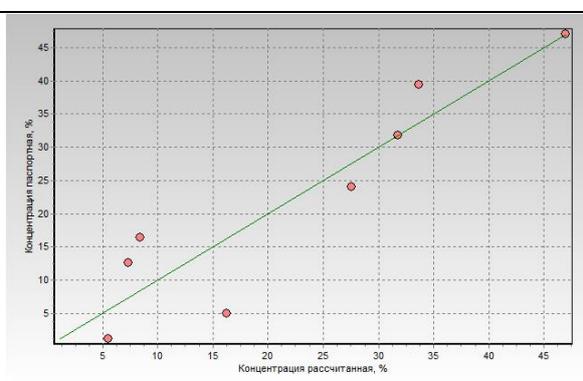


Рис. 2. Градуировочный график кислорода (O^8).
Диапазон концентраций: 1 - 40%.
Линейная регрессия.

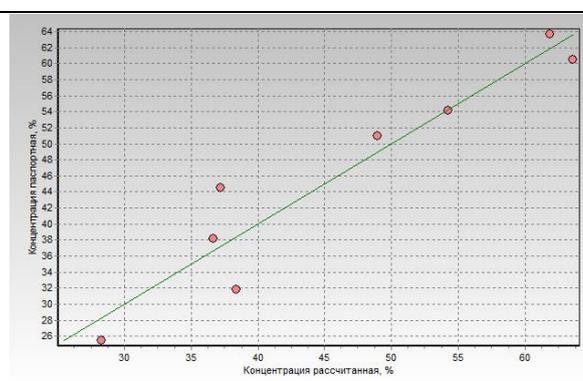


Рис. 3. Градуировочный график фтора (F^9).
Диапазон концентраций: 32 – 64%.
Линейная регрессия.

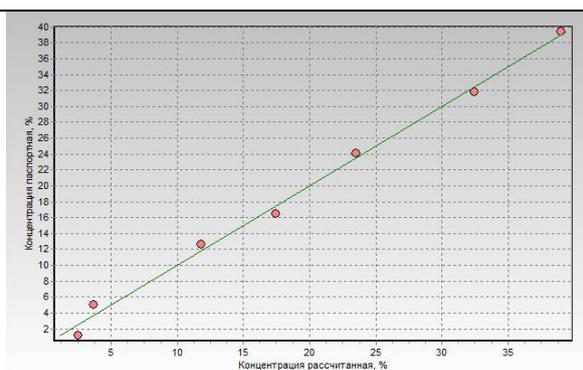


Рис. 4. Градуировочный график кислорода (O^8).
Диапазон концентраций: 1 - 40%.
Метод Лукаса-Густа.

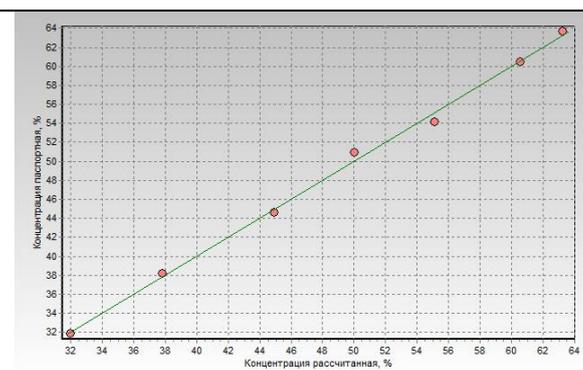


Рис. 5. Градуировочный график фтора (F^9).
Диапазон концентраций: 32 – 64%.
Метод Лукаса-Густа.

УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

- напряжение: 10кВ
- ток: 3000 мкА
- трубка: Rh анод

- атмосфера: вакуум
- время измерения: 100 сек
- мертвое время: 0–2 %