

---

***PRACE***

---

**Instytutu Szkła, Ceramiki  
Materiałów Ogniotrwałych  
i Budowlanych**

---

***Scientific Works***  
of Institute of Glass, Ceramics  
Refractory and Construction Materials

---

**Nr 2**

ISSN 1899-3230

**Rok I**

**Warszawa–Opole 2008**

---

# Analiza chemiczna materiałów korundowych z zastosowaniem technik XRF i ICP-OES

W artykule przedstawiono dwie alternatywne metodyki pomiaru materiałów i surowców korundowych. Zaletą opracowanych metod jest możliwość równoczesnego pomiaru składnika głównego, jak i składników askcesorycznych, przy zastosowaniu wzorców wielopierwiastkowych. Pozwala to w znaczący sposób obniżyć koszt i skrócić czas wykonania pojedynczej analizy.

## 1. Wstęp

Tlenek glinu jest materiałem występującym w różnych odmianach polimorficznych, z których największe znaczenie mają  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Odmianę krystaliczną  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  nazwano korundem. Jest to najtrwalsza odmiana tlenku glinu, trudno topliwa, cechująca się wysoką odpornością na ścieranie oraz działanie czynników chemicznych [1]. W przyrodzie korund jest składnikiem niektórych złóż pegmatytowych i skał magmowych. Dobrze rozpoznane i eksploatowane złoża naturalnego korundu znajdują się w Grecji (Naxos), na Cejlonie, w Birmie, na Madagaskarze, w Kazachstanie i Rosji (Ural). W Polsce występują na Dolnym Śląsku koło Karpacza i w okolicach Złotoryi. Bogate w korund skały zawierają 80–90%  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , a ponadto: spinel, magnetyt, andaluzyt, piryty, diaspor, kwarc, hematyt i inne minerały. Jednak niewielka ilośći wydobywanego naturalnego korundu nie pokrywa przemysłowego zapotrzebowania na ten surowiec. Dlatego ogromna większość korundu, wykorzystywanego jako jeden z podstawowych surowców do produkcji materiałów ogniotrwałych i materiałów ściernych, otrzymywana jest w procesie wysokotemperaturowej obróbki tlenków glinu lub boksytu. Jeżeli w cyklu produkcyjnym wykorzystuje się proces krystalizacji korundu z fazy ciekłej prowadzony w piecach elektrycznych, to otrzymany produkt nazywamy elektrokorundem [1]. Korundy czy też elektrokorundy produkowane na skalę przemysłową zawierają zazwyczaj 91–99%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  oraz takie domieszki, jak:  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  i  $\text{Na}_2\text{O}$  w ilości

\* Dr inż., Instytut Szkła, Ceramiki, Materiałów Ogniotrwałych i Budowlanych w Warszawie, Oddział Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach.

od dziesiątych procenta do kilku procent wagowych. Wyroby produkowane na bazie korundów charakteryzują się dużą odpornością na ścieranie nawet w wysokich temperaturach oraz w agresywnych warunkach chemicznych. Technologie stosowane w przemyśle materiałów ogniotrwałych, jak i w przemyśle materiałów ściernych stawiają odmienne wymagania co do składu chemicznego surowców korundowych. W technologiach istotna jest zarówno wiedza o udziale podstawowego składnika, tlenku glinowego – korundu, jak i zawartych w nich domieszek. Jest to niezbędne do przygotowania właściwego zestawu surowcowego. W związku z tym istnieje zapotrzebowanie na opracowanie szybkich i dokładnych analitycznych metod kontroli składu chemicznego surowców korundowych wykorzystywanych w wymienionych przemysłach.

Ilościowe oznaczenie składu chemicznego surowców korundowych jest trudnym zadaniem analitycznym. Przyczyną tego są przede wszystkim trudności związane z roztworzeniem minerału w celu całkowitego przeprowadzenia jego składników do roztworu [2]. Materiał ten trudno roztwarza się w kwasach i jest trudno topliwy. Najczęściej stosowanymi w procesie stapiania korundu są topniki alkaliczne, takie jak metaboran litu ( $\text{LiBO}_2$ ) lub kwas borowy ( $\text{H}_3\text{BO}_4$ ) [3]. Rozpuszczanie próbki w stopie przebiega powoli (ok. 3,5 h) i wymaga intensywnego mieszania. Taki sposób stapiania stwarza ryzyko wprowadzenia wraz z topnikiem dodatkowych zanieczyszczeń. Bardzo skutecznym i szybkim sposobem przeprowadzania próbek stałych do roztworu jest roztwarzanie ich w kwasach, w zamkniętych urządzeniach mikrofalowych [4–6]. Taka procedura minimalizuje czas roztwarzania oraz wpływ zanieczyszczeń pochodzących z powietrza atmosferycznego. Do badania składu chemicznego korundu znajdują zastosowanie zarówno klasyczne (analiza wagowa, miareczkowa), jak i instrumentalne metody analizy, głównie spektrometryczne i elektrochemiczne. Wykonanie pełnej analizy chemicznej korundu metodami klasycznymi jest pracochłonne i czasochłonne, dlatego coraz częściej wykorzystuje się metody instrumentalne, które umożliwiają oznaczanie nie tylko pierwiastków śladowych, ale także składników głównych, co znacznie skraca czas i obniża koszt analizy.

Najbardziej popularną metodą instrumentalną wykorzystywaną do analizy materiałów korundowych jest metoda fluorescencji rentgenowskiej. Umożliwia ona oznaczenie szeregu głównych składników próbki oraz składników akcesorycznych bez konieczności przeprowadzenia próbki do roztworu. Nie oznacza to jednak, że próbkę można poddać analizie bez wstępnego przygotowania. W technice XRF etap przygotowania próbek korundowych polega na stopieniu materiału z topnikami i uzyskaniu perły, którą następnie poddaje się analizie.

Spośród pozostałych metod instrumentalnych wykorzystywanych do analizy materiałów korundowych najbardziej przydatna jest metoda spektrometrii emisyjnej, ze wzbudzeniem plazmowym ICP-OES. Umożliwia ona równoczesne

oznaczanie kilkunastu pierwiastków i cechuje ją wysoka czułość oraz dobra precyzja, a także szeroki zakres prostoliniowości zależności kalibracyjnych. Z tych względów metoda doskonale nadaje się do oznaczania zarówno składników głównych, jak i śladowych w próbkach korundu.

Celem pracy był dobór optymalnych warunków roztworzenia materiałów korundowych z zastosowaniem promieniowania mikrofalowego do badań metodą ICP-OES oraz dobór topników do topienia podczas przygotowywania pereł do badań metodą XRF. Kolejnym celem było takie dopracowanie obu tych metod, aby gwarantowały uzyskanie powtarzalnych i odtwarzalnych wyników pomiaru składu chemicznego badanych materiałów.

## 2. Część doświadczalna

Aparatura i odczynniki:

- wysokosprawne urządzenie mikrofalowe UNICLEVER z możliwością kontroli temperatury i ciśnienia w naczyniu, produkcji firmy PLAZMATRONIKA (Wrocław, Polska);
- spektrometr emisyjny z plazmą wzbudzoną indukcyjnie (IC-POES) z rozpylaczem krzyżowym, produkcji firmy Jobin Yvon (Francja);
- certyfikowane materiały referencyjne Magdeburg FF 9 (Niemcy), seria JRMM 300-310 (Japonia);
- kwas chlorowodorowy (32%), kwas fluorowodorowy (40%) o czystości superczyste firmy Merck;
- stężone kwasy czysta, dodatkowo destylowane ( $H_2SO_4$ ,  $H_3PO_4$ , HF);
- wzorce jednopierwiastkowe firmy Merck;
- topniki tetraboran litu  $Li_2B_4O_7$ , metaboran litu  $LiBO_2$ , spektralnej czystości;
- spektrometr fluorescencji rentgenowskiej z dyspersją fali WD XRF, PW 2424 MagiX firmy PANalytical (Holandia);
- woda dejonizowana NANOpure firmy Barnstead NANOpure, Boston (USA);
- gazowy argon o czystości 99,998%.

### 2.1. Dobór warunków roztwarzania surowców korundowych

Kluczowym problemem w analizie korundów jest szybki sposób przygotowania próby do analizy. Dotyczy to zarówno całkowitego przeprowadzenia próbki do roztworu przed pomiarem techniką ICP-OES, jak i przygotowania pereł do analizy techniką XRF.

Próbkę korundu stanowiącą certyfikowany materiał odniesienia (CRM) oraz próbki technicznego korundu i elektrokorundu z bieżących dostaw surowców, stosowanych do produkcji materiałów ogniotrwałych, przygotowywano dwoma

sposobami. Próbkę do techniki ICP-OES przygotowano przez roztwarzanie mikrofalowe, natomiast do techniki XRF przez stapianie z topnikami.

Niezwykle skutecznym i szybkim sposobem umożliwiającym przeprowadzenie do roztworu nawet trudno rozpuszczalnych i topiących się stałych substancji nieorganicznych jest zastosowanie roztwarzania w zamkniętym systemie mikrofalowym. Zastosowane do badań jednostanowiskowe urządzenie mikrofalowe charakteryzowało się skoncentrowanym doprowadzeniem energii mikrofalowej do próbki. Pozwalało to na precyzyjne sterowanie parametrami roztwarzania i uzyskanie bardzo wysokiej wydajności procesu. Zastosowano dwustopniowy program roztwarzania. W pierwszym etapie do teflonowego naczynia odważano nie więcej niż 0,2 g próbki i dodawano 10 ml mieszaniny (1+1) stężonego kwasu siarkowego i stężonego kwasu fosforowego. Po zamknięciu naczynia system mikrofalowy pracował przez 120 min z mocą 600 W. Temperatura procesu wynosiła 210°C (z dopuszczalnym błędem pomiaru 10%), ciśnienie w naczyniu reakcyjnym – 14 bar. W drugim etapie po schłodzeniu naczynia dodano 3 ml stężonego kwasu fluorowodorowego, a następnie roztwarzano próbkę z mocą 600 W przez 30 min. Temperatura rozkładu wynosiła 220°C, a ciśnienie – 14 bar. Po skończonym procesie roztwory były w całej objętości klarowne, co świadczyło o całkowitym rozpuszczeniu próbek. Roztwory przenoszono do kolb i dopełniano do poj. 100 cm<sup>3</sup>.

Przygotowanie próbek do analizy metodą XRF przez stapianie polegało na eksperymentalnym doborze topników. Ostatecznie ustalono, że najskuteczniejszym topnikiem jest mieszanina tetraboranu litu z metaboranem litu w stosunku 3:1. Do analizy pobierano 0,5 g próbki i dodawano dziewięciokrotny nadmiar topnika. Temperaturę procesu ustalono na poziomie 1200°C, a czas topienia na 30 min, wraz z mieszaniem podczas procesu stapiania. Wylana na płytkę formującą perła charakteryzowała się przejrzystością i jednorodnością w całej objętości.

## 2.2. Dobór parametrów pracy spektrometru ICP-OES

### 2.2.1. Metoda ICP-OES

Roztworzone w piecyku mikrofalowym materiały korundowe oznaczano metodą ICP-OES. Z uwagi na obecność w roztworzonych próbkach kwasu fluorowodorowego do rozpylania analizowanych roztworów zastosowano nebulizer, należący do rozpylaczy typu krzyżowego z kwasoodpornym wyłożeniem z teflonu. Przy stosowaniu rozpylacza krzyżowego próbka w postaci roztworu dostarczana jest prostopadle do strumienia argonu i poprzez komorę mgielną, w której oddzielane są duże krople, doprowadzana do palnika. Niższa czułość oznaczenia, jaką cechuje się metoda ICP-OES z zastosowaniem tego typu rozpylacza, w porównaniu z innymi sposobami rozpylania, rekompensowana jest możliwością

cią analizowania roztworów zawierających ponad 5% rozpuszczonych soli, nie powodując przy tym zatykania otworów doprowadzających.

W tabeli 1 przedstawiono ustalone eksperymentalnie optymalne parametry pracy spektrometru emisyjnego ze wzbudzeniem plazmowym.

Tabela 1

*Warunki pracy spektrometru emisyjnego ICP OES*

Częstotliwość generatora	40,68 MHz
Moc generatora	1 kW
Całkowity przepływ argonu	12 l/min
Przepływ argonu nośnego	3 l/min
Przepływ argonu osłonowego	2,5 l/min
Nebulizer	krzyżowy teflonowy
Szczeliny wejściowa/wyjściowa	30/25 $\mu$
Obroty pompki	15 obr. /min

Do kalibracji urządzenia stosowano pięć wielopierwiastkowych roztworów wzorcowych, zawierających oznaczany pierwiastek matrycowy Al oraz: Si, Fe, Ti, Ca, Mg, Na i K.

Poprawność opracowanej procedury analitycznej i dokładność uzyskanych wyników z zastosowaniem roztwarzania mikrofalowego i techniki ICP-OES oceniono na podstawie porównania z atestowanymi zawartościami badanych pierwiastków w materiale referencyjnym korundu, a w przypadku oznaczeń próbek korundu i elektrokorundu stosowanych w bieżącej produkcji materiałów ogniotrwałych – z wynikami uzyskanymi innymi standardowymi metodami analitycznymi, zalecanymi przez polskie normy.

### 2.2.2. Metoda XRF

Przygotowane przez stapienie z topnikami perły oznaczano metodą spektrometrii rentgenowskiej z dyspersją fali. Jedną z cech charakterystycznych metody XRF jest – oprócz przeprowadzenia kalibracji na serii wzorców – konieczność wyboru korekcji wpływów międzypierwiastkowych i korekcji tła. Proces wyboru korekcji wymaga od analityka opracowującego metodę pomiarową bardzo dużej wiedzy i doświadczenia. Możliwość zastosowania szeregu algorytmów, które w dużej mierze nie są kompatybilne, dodatkowo utrudnia ten proces.

Wzorce do kalibracji wytypowano według składu chemicznego. Zastosowano serię 10 wzorców wysokoglinowych, zalecanych do metody XRF. Skład chemiczny zastosowanych wzorców przedstawiono w tab. 2. Do korekcji wpływów międzypierwiastkowych zastosowano korekcje  $\alpha$  – empiryczne. Sprawdzone poprawność wytypowanych korekcji, analizując certyfikowany materiał referencyjny.

W tabeli 3 przedstawiono ustalone eksperymentalnie optymalne parametry pracy spektrometru fluorescencji rentgenowskiej.

Tabela 2  
Skład chemiczny wzorców stosowanych do kalibracji spektrometru XRF

Oznaczenia	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	MnO	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O
JRRM 301	43,9 <sub>1</sub>	46,8 <sub>0</sub>	3,52 <sub>9</sub>	1,03 <sub>1</sub>	0,01 <sub>8</sub>	0,79 <sub>7</sub>	0,69 <sub>0</sub>	0,17 <sub>6</sub>	2,00 <sub>7</sub>
JRRM 302	37,7 <sub>0</sub>	53,9 <sub>3</sub>	4,49 <sub>0</sub>	0,59 <sub>2</sub>	0,20 <sub>6</sub>	0,87 <sub>1</sub>	0,69 <sub>7</sub>	0,56 <sub>3</sub>	0,66 <sub>7</sub>
JRRM 303	36,1 <sub>6</sub>	59,2 <sub>5</sub>	1,47 <sub>6</sub>	0,16 <sub>4</sub>	0,00 <sub>8</sub>	1,03 <sub>9</sub>	0,85 <sub>5</sub>	0,69 <sub>9</sub>	0,20 <sub>7</sub>
JRRM 304	27,5 <sub>5</sub>	64,0 <sub>6</sub>	3,46 <sub>9</sub>	4,34 <sub>0</sub>	0,05 <sub>9</sub>	0,18 <sub>3</sub>	0,37 <sub>6</sub>	0,27 <sub>6</sub>	0,38 <sub>8</sub>
JRRM 305	20,0 <sub>3</sub>	68,6 <sub>9</sub>	2,81 <sub>6</sub>	3,30 <sub>0</sub>	0,01 <sub>0</sub>	0,65 <sub>5</sub>	0,30 <sub>4</sub>	0,80 <sub>8</sub>	3,11 <sub>6</sub>
JRRM 306	17,3 <sub>5</sub>	74,1 <sub>9</sub>	1,95 <sub>6</sub>	2,68 <sub>5</sub>	0,01 <sub>9</sub>	0,62 <sub>6</sub>	0,10 <sub>0</sub>	0,99 <sub>4</sub>	1,75 <sub>8</sub>
JRRM 307	10,8 <sub>7</sub>	80,1 <sub>4</sub>	2,97 <sub>2</sub>	1,22 <sub>9</sub>	0,01 <sub>6</sub>	0,15 <sub>2</sub>	0,61 <sub>2</sub>	1,08 <sub>1</sub>	2,36 <sub>1</sub>
JRRM 308	10,2 <sub>5</sub>	86,5 <sub>9</sub>	0,41 <sub>2</sub>	1,79 <sub>6</sub>	0,11 <sub>2</sub>	0,09 <sub>9</sub>	0,05 <sub>3</sub>	0,26 <sub>3</sub>	0,10 <sub>8</sub>
JRRM 309	2,12 <sub>4</sub>	89,8 <sub>3</sub>	1,27 <sub>7</sub>	3,85 <sub>6</sub>	0,00 <sub>3</sub>	1,02 <sub>3</sub>	0,28 <sub>8</sub>	0,42 <sub>2</sub>	0,92 <sub>2</sub>
JRRM 310	0,41 <sub>2</sub>	94,7 <sub>1</sub>	0,02 <sub>4</sub>	2,06 <sub>4</sub>	0,04 <sub>5</sub>	0,03 <sub>8</sub>	0,97 <sub>9</sub>	0,08 <sub>1</sub>	1,32 <sub>6</sub>

Tabela 3  
Warunki pracy spektrometru fluorescencji rentgenowskiej

Kanał	Linia	Kryształ analityczny	Kolimator	Detektor	kV	mA	Kąt 2θ
Al	Kα	PE 002	550 μm	przeptywowy	24	100	144,9916
Fe	Kα	LiF 200	150 μm	przeptywowy	60	40	57,5406
Si	Kα	PE 002	550 μm	przeptywowy	24	100	109,1810
Ti	Kα	LiF 200	1150 μm	przeptywowy	40	60	86,1974
Mn	Kα	LiF 200	150 μm	przeptywowy	60	40	62,9958
Ca	Kα	LiF 200	150 μm	przeptywowy	30	80	113,1456
Mg	Kα	PX 1	550 μm	przeptywowy	24	100	23,2862
Na	Kα	PX 1	550 μm	przeptywowy	24	100	28,1544
LiF 200	Kα	LiF 200	150 μm	przeptywowy	25	96	136,7260

### 2.3. Wyniki analiz

Wyniki oznaczenia metodą ICP-OES tlenku glinowego oraz głównych domieszek zawartych w materiale referencyjnym (FF9 Magdeburg, Niemcy) wraz z oszacowaniem statystycznym oraz porównaniem z wartościami certyfikowanymi zestawiono w tab. 4. Według podanych w niej wartości, nie występują istotne różnice pomiędzy otrzymanymi wynikami metodą ICP-OES a certyfikowanymi. Wartości odchyłeń standardowych wyników w metodzie ICP-OES są w większości przypadków mniejsze niż dla certyfikowanych.

Tabela 4

Porównanie wyników oznaczania techniką ICP-OES referencyjnej próbki korundu (FF9, Magdeburg, Niemcy) z wartościami certyfikowanymi

Oznaczany składnik	Wyniki oznaczania metodą ICP-OES		Wartości atestowane	
	$\bar{X}$ [%]	S [%]	$\bar{X}$ [%]	S [%]
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	93,29	0,12	93,32	0,34
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,05	0,08	1,02	0,07
CaO	0,51	0,05	0,50	0,10
MgO	0,14	0,02	0,14	0,05
TiO <sub>2</sub>	0,14	0,02	0,14	0,03
SiO <sub>2</sub>	4,43	0,06	4,49	0,18
K <sub>2</sub> O	0,16	0,09	0,16	0,02
Na <sub>2</sub> O	0,41	0,06	0,43	0,04

$\bar{X}$  – średnia arytmetyczna wyników oznaczeń, s – odchylenie standardowe.

W tabeli 5 przedstawiono wyniki oznaczania składu chemicznego próbek korundu techniką XRF. Spójność uzyskanych wyników z wartościami podanymi w certyfikacie pozwala wnioskować, że opracowana metoda pomiaru składu chemicznego próbek korundowych jest poprawna. Na uwagę zasługuje fakt, że w pomiarach wykonanych techniką fluorescencji rentgenowskiej uzyskano mniejsze wartości odchyłeń standardowych od podanych w certyfikacie. Jest to spowodowane prawdopodobnie sposobem certyfikacji, jakim posługiwano się w latach 80., kiedy stosowano najczęściej metody mokre, których jedną z cech jest większa wartość odchyłeń standardowych spowodowanych predyspozycjami analitycznymi osób wykonujących oznaczania.

Tabela 5

Porównanie wyników oznaczania techniką XRF referencyjnej próbki korundu (FF9, Magdeburg, Niemcy) z wartościami certyfikowanymi

Oznaczany składnik	Wyniki oznaczania metodą XRF		Wartości atestowane	
	$\bar{X}$ [%]	S [%]	$\bar{X}$ [%]	S [%]
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	93,33	0,08	93,32	0,34
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,02	0,03	1,02	0,07
CaO	0,55	0,04	0,50	0,10
MgO	0,14	0,02	0,14	0,05
TiO <sub>2</sub>	0,13	0,02	0,14	0,03
SiO <sub>2</sub>	4,51	0,03	4,49	0,18
K <sub>2</sub> O	0,16	0,01	0,16	0,02
Na <sub>2</sub> O	0,42	0,02	0,43	0,04



### 3. Wnioski

Dopracowano dwie alternatywne metody pomiaru składu chemicznego próbek korundowych; pierwszą jest skuteczna metoda roztwarzania technicznych korundów w zamkniętym systemie mikrofalowym ze skoncentrowanym dostarczeniem energii mikrofalowej w przypadku ICP-OES, druga polega na optymalnym doborze składu topników do techniki XRF. Czas roztwarzania i oznaczania głównego składnika  $\text{Al}_2\text{O}_3$  i towarzyszących mu składników obydwoma metodami – ICP-OES i XRF – nie przekracza trzech godzin, podczas gdy oznaczenie tych składników metodą normową PN-85/H-04154 wymaga pięciu dni pracy.

W przypadku spektrometru fluorescencji rentgenowskiej dobrano korekcje wpływów międzypierwiastkowych i korekcje tła, tak że uzyskane wyniki analizy materiału referencyjnego są zgodne z zawartościami podanymi w certyfikacie.

Zaletą opracowanych metod jest możliwość równoczesnego pomiaru składnika głównego, jak i składników akcesorycznych przy zastosowaniu wzorców wielopierwiastkowych. Pozwala to w znaczący sposób obniżyć koszt i skrócić czas wykonania pojedynczej analizy. Dodatkową zaletą jest możliwość wykorzystywania obu technik w analizach rozjemczych, gdyż sposób przygotowania próbki jest całkowicie różny, tak samo jak podstawy fizyczne, jakie wykorzystują oba typy aparatów.

### Literatura

- [1] Gibas T., *Corundum and its technical application*, Katowice 1971.
- [2] Beck R., *A Handbook of Decomposition Methods in Analytical Chemistry* (in Russian), Chimija, Moscow 1984.
- [3] Kaničky V., *Collect. Czech. Chem. Commun.*, 58(1993)2905.
- [4] Kingston H.M., Jassie L.B. (eds.), *Introduction to Microwave Sample Preparation. Theory and Practice*, ACS, Washington, DC, 1988.
- [5] Kuss H. M., „Fresenius J. Anal. Chem” 1992, No 343, s. 788.
- [6] Krakovská E., *Decomposition and Mineralization of Analytical Samples in Microwave Systems*, VI Analytical Symposium, Poznań, Poland, 1997.
- [7] PN-EN ISO 12677:2005.

KATARZYNA STEC

#### CHEMICAL ANALYSIS OF CORUNDUM MATERIALS WITH XRF AND ICP AES METHODS

Two alternative methodics of corundum materials and raw materials measurements are presented. The advantage of developed methods is possibility of simultaneous measurement the main component and accessory components using multi-element reference patterns. This allows significant decreasing costs and shortening time of carrying out single analysis.