

X 射线荧光光谱熔片法测试长石中主次成分的含量

MXF-027

摘要：熔融制样 X 射线荧光光谱（XRF）法具有可测元素范围广、浓度范围宽，同时具有快速、准确、操作简单等特点，已广泛应用于多个行业的分析领域。本文以市售钾长石、钠长石等标样，建立了熔融制样 XRF 分析长石中 SiO_2 、 Al_2O_3 、 K_2O 、 Na_2O 和 Fe_2O_3 等主次成分的分析方法，并验证了该方法的稳定性。

关键词：熔融制样 XRF 钾长石 钠长石

长石是一种含钾、钠、钙及钡等碱金属和碱土金属的铝硅酸岩矿物，是重要的造岩矿物。它有很多种，如钾长石、钠长石、钙长石、钡长石等。长石在地壳中比例高达 60%，富含钾或钠的长石主要用于陶瓷工业、玻璃工业及搪瓷工业。

XRF 法具有可测元素范围广、浓度范围宽，同时具有快速、准确、操作简单等特点，已广泛应用于多个行业的分析领域。熔融制样 XRF 法能消除试样的颗粒效应和矿物效应，减小基体效应对分析结果的影响，

是准确度和重复性良好的分析方法。

本方法以市售钾长石、钠长石等标样，利用岛津 X 射线荧光光谱建立了长石中 SiO_2 、 Al_2O_3 、 K_2O 、 Na_2O 和 Fe_2O_3 等主次成分的分析方法，并验证了该方法的稳定性。



■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 MXF-N3 Plus 多道同时型 X 射线荧光光谱仪
TNRV-01C 型全自动熔样炉

1.2 分析条件

1.2.1 熔样炉工作条件

熔样温度：1050°C
前静置时间：180 s

炉体摆动时间：720 s
后静置时间：10 s

1.2.2 仪器工作条件

仪器工作条件见表 1

表 1 仪器工作条件

元素	分析谱线	电压 /kV	电流 /mA	分光晶体	探测器	PHA	测量时间 /s
Ca	$K\alpha$	40	70	LiF	Ne Multitron	20-110	40
Si	$K\alpha$	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	20-160	40
Mg	$K\alpha$	40	70	TAP	Ne Exatron(Al)	25-150	40
Al	$K\alpha$	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	20-150	40
Fe	$K\alpha$	40	70	LiF	Ar Multitron	20-105	40
K	$K\alpha$	40	70	LiF	Ar Multitron	25-140	40
Na	$K\alpha$	40	70	SX-13	Ne Exatron(Al)	25-130	40

■ 样品前处理

按 1: 10 比例准确称取一定量的试样和混合熔剂混匀，置于铂金坩埚中并加入适量脱模剂，将铂金坩埚放入熔样炉中，按熔样程序熔融制样。取出冷却后按仪器设定的工作条件测定。

■ 结果与讨论

3.1 标准样品

本方法选用市售钾长石、钠长石等标样制作工作曲线，标样化学成分见表 2。

表 2 标样化学成分 (%)

标样	CaO	SiO ₂	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O
ZBK472	5.77	59.33	3.39	12.14	0.88	3.46	4.05
GBW03116	0.76	66.26	0.054	18.63	0.19	9.6	3.69
GBW03134	0.48	67.96	0.015	19.62	0.10	0.098	11.26
ZBK471	1.05	69.12	0.329	13.84	1.04	3.84	4.72
981	0.34	69.16	0.044	16.32	0.26	10.08	2.96
982	0.96	75.26	0.36	14.02	0.26	0.57	7.04
GBW03114	0.34	89.59	0.16	5.48	0.48	2.07	1.09
GBW03113	0.17	95.74	0.098	2.36	0.21	0.67	0.25

3.2 工作曲线

用选定标样按本方法条件建立工作曲线，各曲线线性良好，相关系数大于 0.999，主要元素工作曲线见下图：

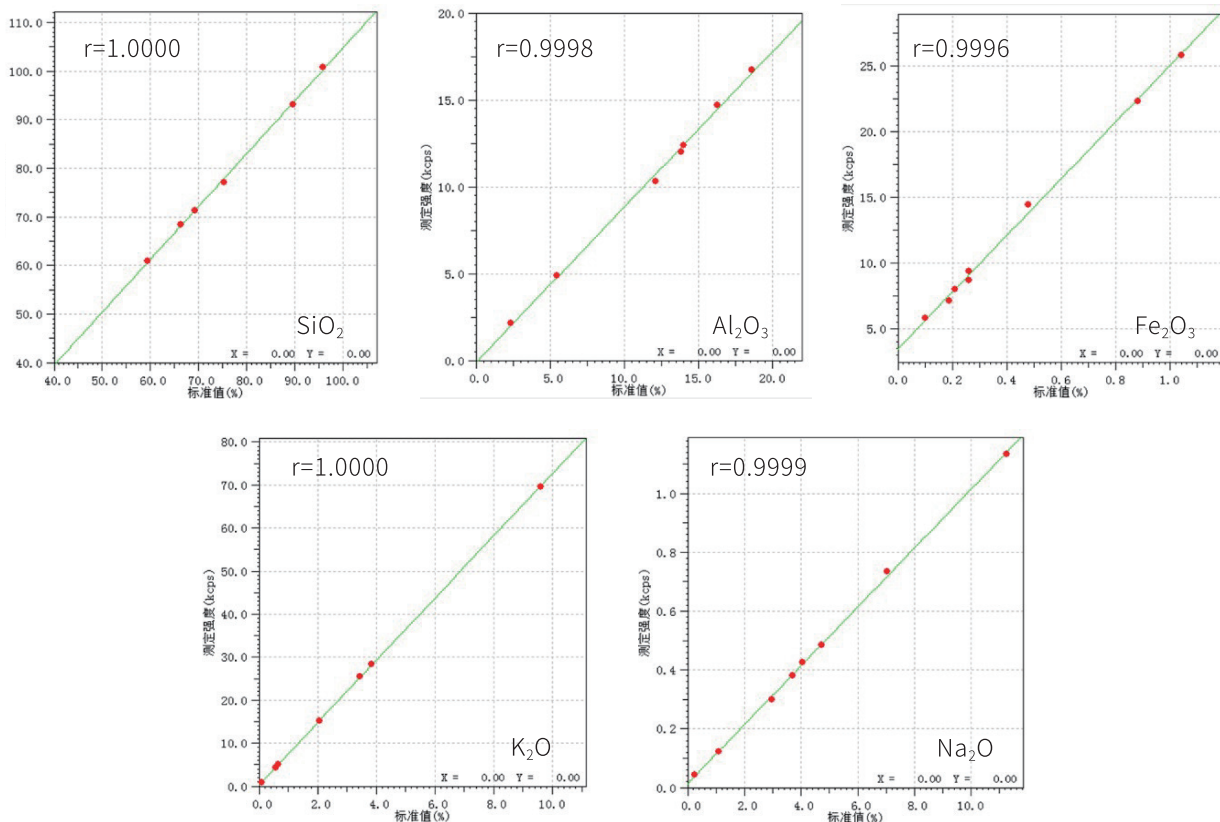


图 1 主要元素工作曲线

3.3 精密度实验

选用长石标样 GBW03116 作为验证样，连续测试 10 次，统计极差、标准偏差和相对标准偏差，精度数据良好，见表 3。

表 3 精密度试验结果 (%)

项目	CaO	SiO ₂	MgO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O
1	0.750	66.34	0.049	18.60	0.187	9.57	3.74
2	0.752	66.36	0.054	18.61	0.188	9.59	3.70
3	0.749	66.35	0.048	18.60	0.190	9.58	3.71
4	0.753	66.29	0.060	18.57	0.188	9.58	3.65
5	0.752	66.30	0.056	18.57	0.188	9.59	3.68
6	0.756	66.29	0.050	18.60	0.188	9.58	3.69
7	0.754	66.27	0.057	18.59	0.189	9.58	3.71
8	0.753	66.31	0.054	18.57	0.189	9.58	3.73
9	0.749	66.28	0.047	18.58	0.187	9.59	3.78
10	0.752	66.27	0.051	18.57	0.188	9.58	3.70
平均值	0.752	66.31	0.052	18.59	0.188	9.58	3.71
R	0.008	0.09	0.013	0.04	0.003	0.02	0.13
SD	0.002	0.033	0.004	0.016	0.001	0.006	0.034
RSD (%)	0.31	0.05	8.13	0.09	0.43	0.06	0.93

■ 结论

使用 X 射线荧光光谱法分析长石，用混合熔剂按 1: 10 比例进行熔融制样，各元素工作曲线相关系数大于 0.999，短期精度数据良好，满足日常长石中主次成分分析的要求。

岛津应用云

