

MXF-N3 Plus 玻璃熔片法测试硅石中化学成分

MXF-029

摘要： 硅石样品和特定混合溶剂按合适比例混匀，加入合适脱模剂置于铂黄坩埚中，在高温熔融炉中熔融制成玻璃熔片，用X射线荧光光谱法（MXF-N3 Plus）测试硅石样品化学成分 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 、 MgO 、 TiO_2 、 MnO 、 P_2O_5 、 K_2O 、 Na_2O 等元素，实验结果表明，该方法能消除矿物效应、组织效应和颗粒度效应对分析结果的影响，利用有含量梯度的硅石标样建立标准工作曲线，元素曲线线性良好，相关系数都在 0.998 以上，该分析方法的准确度和分析精度优于国标 GB/T 3404-82 和 GB/T 7143-2010 之规定要求。

关键词： 硅石 玻璃熔片 MXF-N3 Plus

硅石是脉石、石英岩、石英砂岩的总称。结晶硅石外观一般呈乳白色、灰白色、淡黄色以及红褐色。硅石的主要成分是二氧化硅，化学式为 SiO_2 ，二氧化硅是制造各种玻璃、光导纤维、电子工业的重要部件、光学仪器、工艺品和耐火材料的原料，也是石英耐火材料和烧制硅铁的主要原料。除此之外，二氧化硅还可以作为润滑剂，是一种优良的流动促进剂，主要作为润滑剂、抗黏剂、助流剂等，用途非常广泛。

对于硅石样品成分测定，多数采用传统的化学分

析方法，分析周期长、污染环境，逐渐被仪器分析所替代。

本文选用特定溶剂与硅石试样按一定比例混匀，在高温熔融炉中制成玻璃熔片，在X射线荧光仪器上建立工作曲线，经实验验证，该方法简单快速、准确可靠、方便可行。同时玻璃熔片法不仅能消除试样的矿物效应、组织效应和颗粒度效应，并且准确度和重复性良好。



■ 实验部分

1.1 仪器及试剂

- | | | | |
|------------|--|---------|------------|
| X 射线荧光光谱仪： | MXF-N3 Plus | 全自动熔样炉： | TNRY-01C 型 |
| 无水四硼酸锂： | 优级纯 | 碳酸锂： | 优级纯 |
| 脱模剂： | 30% NH_4I 水溶液（用分析纯碘化铵配制） | | |

1.2 分析条件

1.2.1 自动高温熔样炉工作条件

熔样温度：1050℃

炉体摆动时间：720秒

前静置时间：180秒

后静置时间：10秒

1.2.2 元素测定分析条件见表 1

表 1 元素测定分析条件

元素名称	分析谱线	电压 /kV	电流 /mA	分光晶体	探测器	PHA	2θ/°	测量时间 /s
SiO ₂	K _α	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	15-165	108.93	40
Fe ₂ O ₃	K _α	40	70	LiF	Ar Multitron	20-100	57.506	40
Al ₂ O ₃	K _α	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	25-130	144.50	40
CaO	K _α	40	70	LiF	Ne Multitron	25-95	113.11	40
MgO	K _α	40	70	TAP	Ne Exatron(Al)	25-100	45.17	40
TiO ₂	K _α	40	70	LiF	Ar Multitron	15-105	86.15	40
MnO	K _α	40	70	LiF	Ar Multitron	15-100	62.968	40
P ₂ O ₅	K _α	40	70	Ge	Ne Exatron(Be)	20-105	141.036	40
K ₂ O	K _α	40	70	LiF	Ar Exatron	30-135	136.806	40
Na ₂ O	K _α	40	70	SX-13	Ne Exatron(Al)	25-104	22.896	40

■ 样品前处理

称取适量熔剂、适量硅石样品混合均匀，转移至铂黄坩锅中，加入碘化铵脱模剂，放入自动高温熔样炉中，按设定好的熔样程序自动熔融制成玻璃熔片；取出冷却后按仪器设定的工作条件进行测定。

■ 结果与讨论

3.1 标准样品

本方法选用硅石标样、国家标准物质、行业标准物质、配制成分合适的梯度标准样品，按照设定的分析条件制作工作曲线，元素分析线性范围宽，适用性广。

表 2 部分标样成分表

标样编号	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO
YSBC28761-95	99.42	0.05	0.25	0.045	0.0083	0.077	0.055	0.0073	0.0015	0.00074
YSBC28762-95	98.5	0.192	0.596	0.105	0.174	0.13	0.124	0.013	0.003	0.003
93-28	98.5	0.188	0.593	0.102	0.171	0.14	0.128	0.012	0.004	0.0029
YSBC28764-94	94.92	0.37	2.42	0.043	0.042	1.41	0.32	0.0083	0.0045	0.005
YSBC13804-94	97.23	1.14	0.26	0.56	0.067	0.067	0.018	0.017	0.0044	0.017
GBW03114	89.59	0.48	5.48	0.34	0.16	2.07	1.09	0.102	0.014	0.01

3.2 工作曲线

用选定硅石标准样品按本方法分析条件建立工作曲线，曲线线性良好，相关系数在 0.998~1.000 之间；部分元素曲线如图 1：

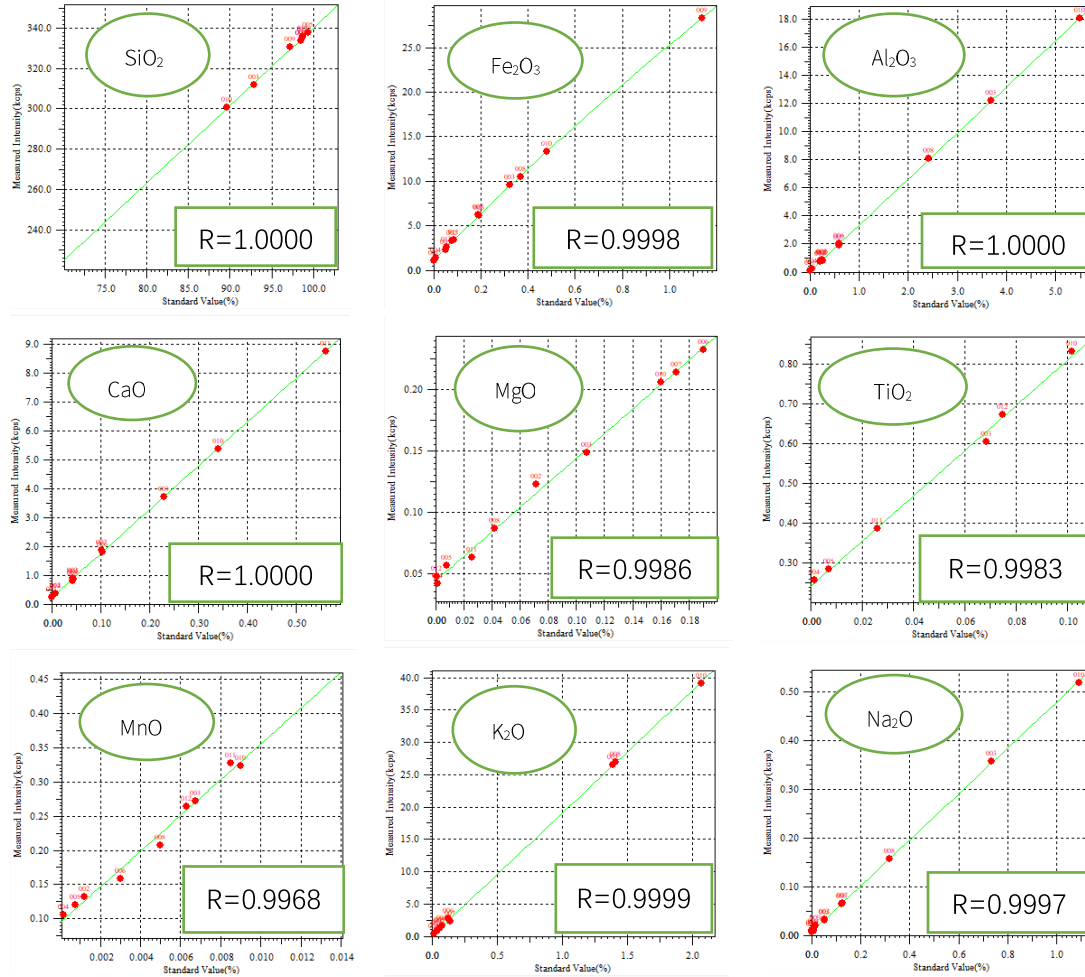


图 1 部分元素工作曲线

3.3 精度实验

选硅石样品，连续动态测试 10 次，统计标准偏差和相对标准偏差，见表 3。

表 3 硅石样品方法精度试验结果 (%)

序号	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	Na ₂ O
N=1	97.91	0.131	1.16	0.067	0.041	0.056	0.0073	0.503	0.017
N=2	97.91	0.132	1.16	0.068	0.042	0.055	0.0071	0.501	0.019
N=3	97.83	0.131	1.18	0.066	0.042	0.058	0.0069	0.501	0.019
N=4	97.88	0.130	1.17	0.067	0.041	0.056	0.0070	0.502	0.020
N=5	97.90	0.131	1.16	0.067	0.040	0.056	0.0065	0.502	0.021
N=6	97.90	0.131	1.16	0.066	0.039	0.055	0.0067	0.501	0.017
N=7	97.83	0.132	1.16	0.068	0.038	0.058	0.0067	0.502	0.016
N=8	97.82	0.131	1.17	0.068	0.042	0.057	0.0073	0.502	0.019

N=9	97.78	0.131	1.17	0.067	0.040	0.057	0.0063	0.502	0.020
N=10	97.87	0.131	1.17	0.067	0.039	0.055	0.0069	0.502	0.020
Ave	97.86	0.131	1.16	0.067	0.041	0.056	0.0069	0.502	0.019
STD	0.0455	0.0004	0.0064	0.0006	0.0015	0.0011	0.0003	0.0007	0.0017
RSD	0.05	0.31	0.55	0.93	3.66	1.98	4.86	0.14	9.07

3.4 准确度实验

利用硅石工作曲线，测试不同硅石样品，得到分析结果，和手工分析结果对比见下表4。从表4可以看出，参考国标 GB/T 7143-2010《铸造用硅砂化学分析方法》之规定元素，远小于国标允许分析误差要求（最大误差 $\leq 0.50\%$ ）。

表4 准确度结果（%）

样品	方法	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	Na ₂ O
硅石 2	XRF 值	0.192	98.500	0.596	0.105	0.174	0.013	0.0030	0.130	0.124
	化学值	0.185	98.420	0.585	0.112	0.166	0.013	0.0026	0.123	0.127
	差值	0.007	0.08	0.011	-0.007	0.008	0	0.0004	0.007	-0.003
硅石 4	XRF 值	0.370	94.92	2.420	0.043	0.042	0.0083	0.0045	1.410	0.320
	化学值	0.361	95.03	2.450	0.038	0.048	0.0078	0.0048	1.443	0.350
	差值	0.009	-0.11	-0.03	0.005	-0.006	0.0005	-0.0003	-0.033	-0.03

■ 结论

硅石样品经高温熔融制成玻璃熔片，使用岛津 MXF-N3 Plus 固定道型 X 射线荧光光谱仪分析，工作曲线线性良好，方法精密度高，不产生化学污染，对环境友好；同时采用玻璃熔片法处理硅砂样品，克服了矿物结构对分析结果的影响，降低了共存元素之间的干扰，从而可以提高分析硅石样品的检测效率，可作为硅石类样品主量元素测定的一种高效、可靠、环保的检测手段。

参考标准：

- 1、GB/T 3404-1982 硅质玻璃原料化学分析方法
- 2、GB/T 7143-2010 铸造用硅砂化学分析方法

岛津应用云

