

X 射线荧光光谱分析高岭土中的成分含量 (MXF-N3 Plus)

MXF-031

摘要： 将高岭土粉碎后熔融制成玻璃熔片，使用岛津多道同时型波长色散 X 射线荧光光谱仪 MXF-N3 Plus 建立工作条件分析高岭土中的 Al_2O_3 、 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 K_2O 、 Na_2O 、 CaO 、 MgO 、 TiO_2 含量。该方法操作简单，能够很好地消除矿物效应、组织效应和颗粒度效应，提高了高岭土成分分析方法的准确度。

关键词： 玻璃熔片法 多道同时型 X 射线荧光光谱仪 MXF-N3 Plus 高岭土成分分析

高岭土是一种非金属矿产，是一种以高岭石族粘土矿物为主的粘土和粘土岩。因呈白色而又细腻，又称白云土。因江西省景德镇高岭村而得名。

其质纯的高岭土呈洁白细腻、松软土状，具有良好的可塑性和耐火性等理化性质。其矿物成分主要由高岭石、埃洛石、水云母、伊利石、蒙脱石以及石英、长石等矿物组成。高岭土用途十分广泛，主要用于造纸、陶瓷和耐火材料，其次用于涂料、橡胶填料、搪瓷釉料和白水泥原料，少量用于塑料、油漆、颜料、砂轮、铅笔、日用化妆品、肥皂、农药、医药、纺织、石油、化工、建材、国防等工业部门。高岭土类矿物是由高岭石、地开石、珍珠石、埃洛石等高岭石簇矿

物组成，主要矿物成分是高岭石。

传统化学法逐渐被 X 射线荧光光谱法所取代。MXF 分析法具有可测元素范围广、浓度范围宽，具有快速、准确、操作简单、保护环境等优点，已广泛用于多个行业的分析检测。

MXF 玻璃熔片法可消除试样的矿物效应、组织效应和颗粒效应，准确度和重复性良好。

本方法采用玻璃熔片法制样，在岛津多道同时型波长色散 X 射线荧光光谱仪 MXF-N3 Plus 上建立工作曲线进行分析，经实验验证，该方法简单快速、准确可靠、方便可行。

■ 实验部分

1.1 仪器及试剂

多道同时型波长色散 X 射线荧光光谱仪：MXF-N3 Plus

全自动熔样炉：TNRV-01C 型

无水四硼酸锂和偏硼酸锂的混合熔剂

$Li_2B_4O_7$ (66.7%) + $LiBO_2$ (33.3%)：优级纯

脱模剂：50% NH_4I 水溶液

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 °C

前静置时间：120 s

1.2.2 元素测定分析条件见表 1



图 1 MXF-N3 Plus

炉体摆动时间：900 s

后静置时间：10 s

表 1 元素测定分析条件

元素	分析谱线	电压 /kV	电流 /mA	分光晶体	探测器	PHA	$2\theta/^\circ$	测量时间 /s
Al_2O_3	K α	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	20-135	144.500	共 40 s
SiO_2	K α	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	20-125	108.930	
Fe_2O_3	K α	40	70	LiF	Ar Multitron	20-105	57.506	
K_2O	K α	40	70	LiF	Ar Exatron	30-135	136.806	
Na_2O	K α	40	70	SX-13	Ne Exatron(Al)	25-125	22.896	

CaO	Ka	40	70	LiF	Ne Multitron	25-100	113.110
MgO	Ka	40	70	TAP	Ne Exatron(Al)	25-115	45.170
TiO ₂	Ka	40	70	LiF	Ar Exatron	15-115	86.156

■ 样品前处理

将高岭土样品在 105±5℃ 烘干 2 h, 称取 1.0000 g 置于 1000±5℃ 下灼烧恒重, 取出后于干燥器中冷却后待用。称取 6.0000 g 无水四硼酸锂和偏硼酸锂的混合溶剂和 0.6000 g 灼烧恒重的高岭土样品, 混匀, 转移至铂金坩埚中, 滴加 6 滴碘化铍 (50%) 脱模剂, 放入自动熔样炉中, 按设定好的熔样程序自动熔融制成玻璃熔片; 取出冷却后待测。

■ 结果与讨论

3.1 标准样品

本方法选用高岭土成分分析国家标准物质及配制成合适的标准样品, 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。

3.2 工作曲线

按本方法条件建立工作曲线, 曲线线性良好; 部分元素工作曲线如图 2。

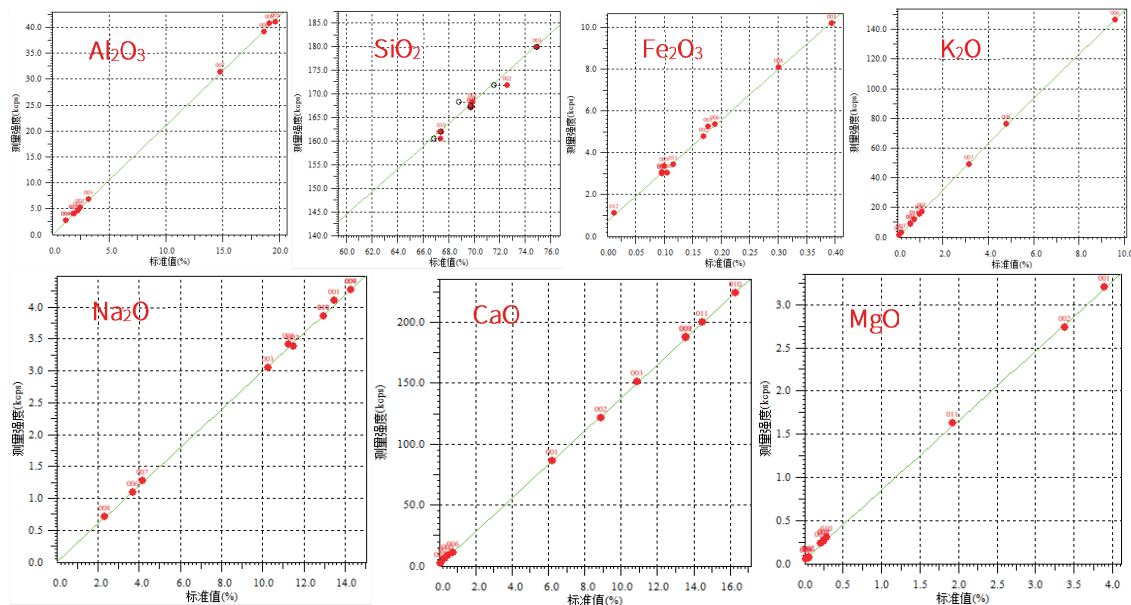


图 2 部分元素工作曲线

3.3 样品精度实验

选用高岭土样品 K-08-105 作为验证样, 连续动态测试 10 次, 结果均已换算回烧失前的含量, 统计标准偏差和相对标准偏差, 准确度和重复性良好, 见下表 2。

表 2 高岭土样品 K-08-105 精度试验结果 (%)

项目	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	CaO	MgO	TiO ₂
测定值	30.14	55.06	0.20	3.31	1.26	0.19	0.26	0.01
参考值	30.08	55.06	0.206	3.32	1.24	0.195	0.25	0.01
SD	0.023	0.043	0.001	0.003	0.023	0.002	0.012	0.001
RSD	0.075	0.078	0.234	0.089	1.801	0.795	4.475	3.722

说明: 结果均换算回烧失前的含量 (K-08-105 样品烧失量 <L.O.I> 为 15%)。

3.4 实际样品对照实验

选用实际高岭土样品作为验证样，结果均已换算回烧失前的含量，分析结果与化学分析结果一致性良好，见下表 3。

表 3 实际样品对照试验结果 (%)

样品名称	项目	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	CaO	MgO	TiO ₂	L.O.I
K-08-103	测定值	10.08	85.97	0.11	2.26	0.026	0.015	0.012	0.001	1.47
	参考值	10.03	85.86	0.12	2.25	0.034	0.020	0.021	0.002	1.47
K-08-108	测定值	19.79	71.74	0.21	1.23	0.013	0.003	0.027	0.005	6.43
	参考值	19.64	71.85	0.202	1.23	0.015	0.003	0.037	0.003	6.43
K-03-17	测定值	35.77	48.84	0.30	1.93	0.059	0.037	0.146	0.008	12.18
	参考值	35.68	49.01	0.30	1.93	0.066	0.043	0.147	0.006	12.18

说明：允许误差参考 GBT 14563-2-20《高岭土及其试验方法》。

■ 结论

将高岭土粉碎后熔融制成玻璃熔片，使用岛津多道同时型波长色散 X 射线荧光光谱仪 MXF-N3 Plus 进行分析。实验结果表明，该方法工作曲线线性良好，分析速度快，方法准确度高，不产生化学污染；同时采用玻璃熔片法能有效克服基体效应、矿物效应及粒度效应对分析结果的影响，完全能够满足高岭土分析要求。

岛津应用云

