

X 射线荧光光谱分析钠钙硅玻璃中的成分含量 (MXF-N3 Plus)

MXF-032

摘要：将钠钙硅玻璃粉碎后熔融制成玻璃熔片，使用岛津多道同时型 X 射线荧光光谱仪 MXF-N3 Plus 建立工作条件分析钠钙硅玻璃中的 SiO₂、Al₂O₃、Fe₂O₃、K₂O、Na₂O、CaO、MgO 含量。实验结果表明，分析结果完全能够满足国标《X 射线荧光光谱法测定钠钙硅玻璃中 SiO₂、Al₂O₃、Fe₂O₃、K₂O、Na₂O、CaO、MgO 含量》(GB/T40915 2021) 要求。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，提高了钠钙硅玻璃成分分析方法的准确度。

关键词：玻璃熔片 多道同时型 X 射线荧光光谱仪 MXF-N3 Plus 钠钙硅玻璃成分分析

钠钙硅玻璃，硅酸盐玻璃之一。主要由二氧化硅、氧化钙和氧化钠等组成。如常用的平板玻璃、瓶、罐、灯泡等。氧化钠增加玻璃的热膨胀系数，降低玻璃的热稳定性、化学稳定性和力学强度，所以比例不能引入过多，一般不超过 18%。一般在生产玻璃时以纯碱方式引入氧化钠。氧化钙在玻璃中的主要作用是增加玻璃的化学稳定性和力学强度，但含量较高时，能使玻璃的结晶倾向增大，而且使玻璃发脆。一般玻璃中氧化钙的含量不超过 12.5%。通常通过方解石、石灰石、白垩、沉淀碳酸钙等原料引入。

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，在多道同时型 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

波长色散 X 射线荧光光谱仪：MXF-N3 Plus 型

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

Li₂B₄O₇ (66.7%) + LiBO₂ (33.3%)：优级纯

脱模剂：50% NH₄I 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

炉体摆动时间：900 s

后静置时间：10 s

1.2.2 元素测定分析条件见表 1



图 1 MXF-N3 Plus

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	2θ/°	测量时间 /s
Fe ₂ O ₃	Kα	40	70	LiF	Ar Multitron	20-100	57.506	共 40 s
CaO	Kα	40	70	LiF	Ne Multitron	20-130	113.110	
K ₂ O	Kα	40	70	LiF	Ar Exatron	25-140	136.806	
SiO ₂	Kα	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	20-125	108.930	
Al ₂ O ₃	Kα	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	15-135	144.500	

MgO	K α	40	70	TAP	Ne Exatron(Al)	25-130	45.170
Na ₂ O	K α	40	70	SX-13	Ne Exatron(Al)	20-115	22.896

■ 样品前处理

称取 6.0000 g 无水四硼酸锂和偏硼酸锂的混合熔剂和 0.6000 g 已磨细的钠钙硅玻璃粉混匀，转移至铂金坩锅中，滴加 6 滴碘化铵（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；取出冷却后待用。

■ 结果与讨论

3.1 标准样品

本方法选用钠钙硅玻璃成分分析国家标准物质及配制的合适标准样品，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；元素曲线如图 2。

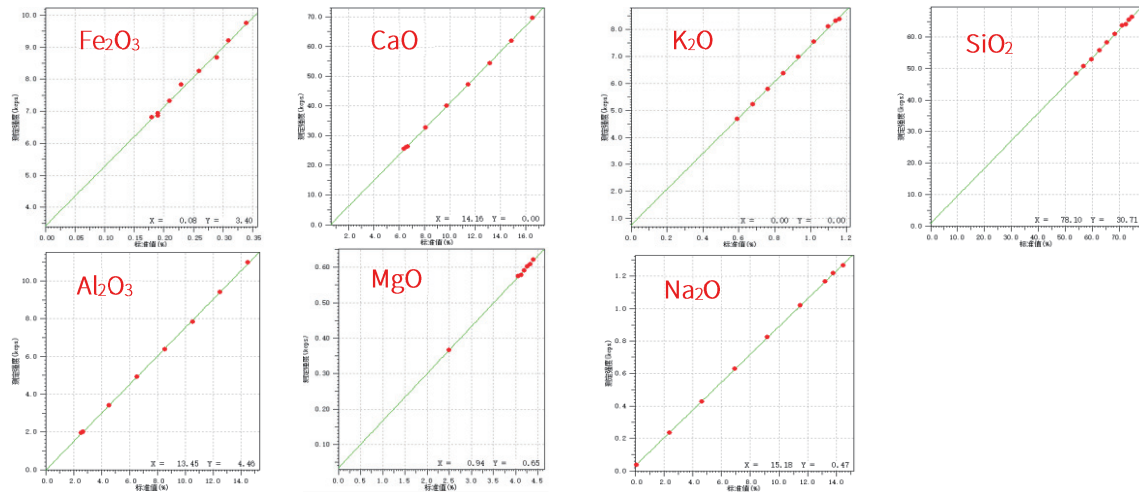


图 2 元素工作曲线

3.3 精度及准确度实验

1) 标样验证：选用钠钙硅玻璃标样 GBW03117 作为验证样，连续动态测试 10 次，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 钠钙硅玻璃粉样方法精度试验结果 (%)

项目	Fe ₂ O ₃	CaO	K ₂ O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	Na ₂ O
测定值	0.19	6.43	1.11	71.42	2.59	3.97	13.90
参考值	0.18	6.37	1.10	71.25	2.56	3.98	13.77
SD	0.001	0.006	0.001	0.047	0.008	0.024	0.033
RSD	0.347	0.091	0.109	0.066	0.318	0.615	0.235

2) 生产样品验证：选用已按照 GB/T 1347-2008《钠钙硅玻璃化学分析方法》测试的钠钙硅玻璃实际生产样作为验证样，连续动态测试 10 次，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 3。

表 3 钠钙硅玻璃粉样方法精度试验结果 (%)

项目	Fe ₂ O ₃	CaO	K ₂ O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	Na ₂ O
测定值	0.09	9.23	0.57	72.15	2.16	2.50	13.32
参考值	0.09	9.30	0.56	72.33	2.15	2.50	13.28
SD	0.001	0.011	0.002	0.058	0.009	0.023	0.083
RSD	0.650	0.118	0.343	0.080	0.413	0.930	0.624

说明：参考值为按照 GB/T 1347-2008《钠钙硅玻璃化学分析方法》测试结果。

■ 结论

参考国标《X 射线荧光光谱法测定钠钙硅玻璃中 SiO₂、Al₂O₃、Fe₂O₃、K₂O、Na₂O、CaO、MgO 含量》(GB/T40915 2021) 的要求，将钠钙硅玻璃粉碎后熔融制成玻璃熔片，使用岛津多道同时型 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，完全能够满足标准要求。

岛津应用云

