

多道同时型 X 射线荧光 MXF-N3 Plus 玻 璃熔片法快速测试硅砂中主次成分

MXF-033

摘要：本文采用硅砂样品和合适的熔剂按一定比例混匀，加入脱模剂置于铂黄坩埚中，经高温熔融制成玻璃熔片，建立了使用多道同时型 X 射线荧光光谱仪（岛津公司 MXF-N3 Plus）快速测试硅砂样品中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 、 MgO 、 TiO_2 、 MnO 、 P_2O_5 、 K_2O 和 Na_2O 等元素的分析方法。实验结果表明，高温熔片法能消除矿物效应、组织效应和颗粒度效应。该方法元素曲线线性良好，相关系数都在 0.99 以上，方法准确度和精度优于国标 GB/T 3404-1982 和 GB/T 7143-2010 的规定要求。

关键词：硅砂 高温玻璃熔片 MXF-N3 Plus 多道同时型

硅砂，又名二氧化硅或石英砂。是以石英为主要矿物成分、粒径在 0.020 mm-3.350 mm 的耐火颗粒物，一般硅砂有普通硅砂、精制硅砂和高纯硅砂之分。纯度较高的硅砂为乳白色的，当杂质含量较多时，硅砂会呈现褐红色、浅棕色等颜色。

随着全球缺“芯”浪潮涌动，作为硅产业的核心原料的二氧化硅（硅砂）越来越紧俏，硅砂通过深加工后被用于 IT、新能源光伏、航空航天、军工等领域；

另外还广泛用于玻璃制造业、铸造业、陶瓷及耐火材料、冶金、化工等工业领域。

使用传统的化学分析方法测定硅砂元素成分，前处理化学试剂污染环境，步骤繁琐，分析周期长，逐渐被仪器分析所替代。

本文使用硅砂与熔剂按一定比例混匀，高温熔融制成玻璃熔片，建立了多道同时型 X 射线荧光仪器玻璃熔片法，方法准确度高、重复性良好，方法简单快速。



硅砂



MXF-N3 Plus 仪器

■ 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：TNR Y—01C 型

无水四硼酸锂：优级纯

碳酸锂：优级纯

脱模剂：50% 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	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)	15-160	108.93	40
Fe ₂ O ₃	K _α	40	70	LiF	Ar Multitron	15-105	57.506	40
Al ₂ O ₃	K _α	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	20-135	144.50	40
CaO	K _α	40	70	LiF	Ne Multitron	20-100	113.11	40
MgO	K _α	40	70	TAP	Ne Exatron(Al)	20-100	45.17	40
TiO ₂	K _α	40	70	LiF	Ar Multitron	15-110	86.15	40
MnO	K _α	40	70	LiF	Ar Multitron	15-105	62.968	40
P ₂ O ₅	K _α	40	70	Ge	Ne Exatron(Be)	15-105	141.036	40
K ₂ O	K _α	40	70	LiF	Ar Exatron	25-135	136.806	40
Na ₂ O	K _α	40	70	SX-13	Ne Exatron(Al)	20-105	22.896	40

■ 样品前处理及制备

硅砂样品经过 105℃ 烘干、研磨处理（粒径 120-150 目以上）达到测试样品制备要求，定量称取适量熔剂、适量硅砂样品混合均匀，转移至铂黄坩埚中，加入适量 50% 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；取出冷却后置于干燥器中备用，待分析测试。

■ 结果与讨论

3.1 标准样品

本方法以硅石标样为主、辅以相关标准物质，配置元素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 标样各元素覆盖范围表

含量范围	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅
标样下限	85.00	0.050	0.20	0.04	0.008	0.05	0.010	0.007	0.001
标样上限	99.80	1.20	5.50	0.55	0.20	2.10	1.20	0.15	0.020

3.2 工作曲线

按本方法分析条件建立硅砂标准工作曲线，曲线线性良好，相关系数在 0.99~1.00 之间。部分元素曲线如图 1:

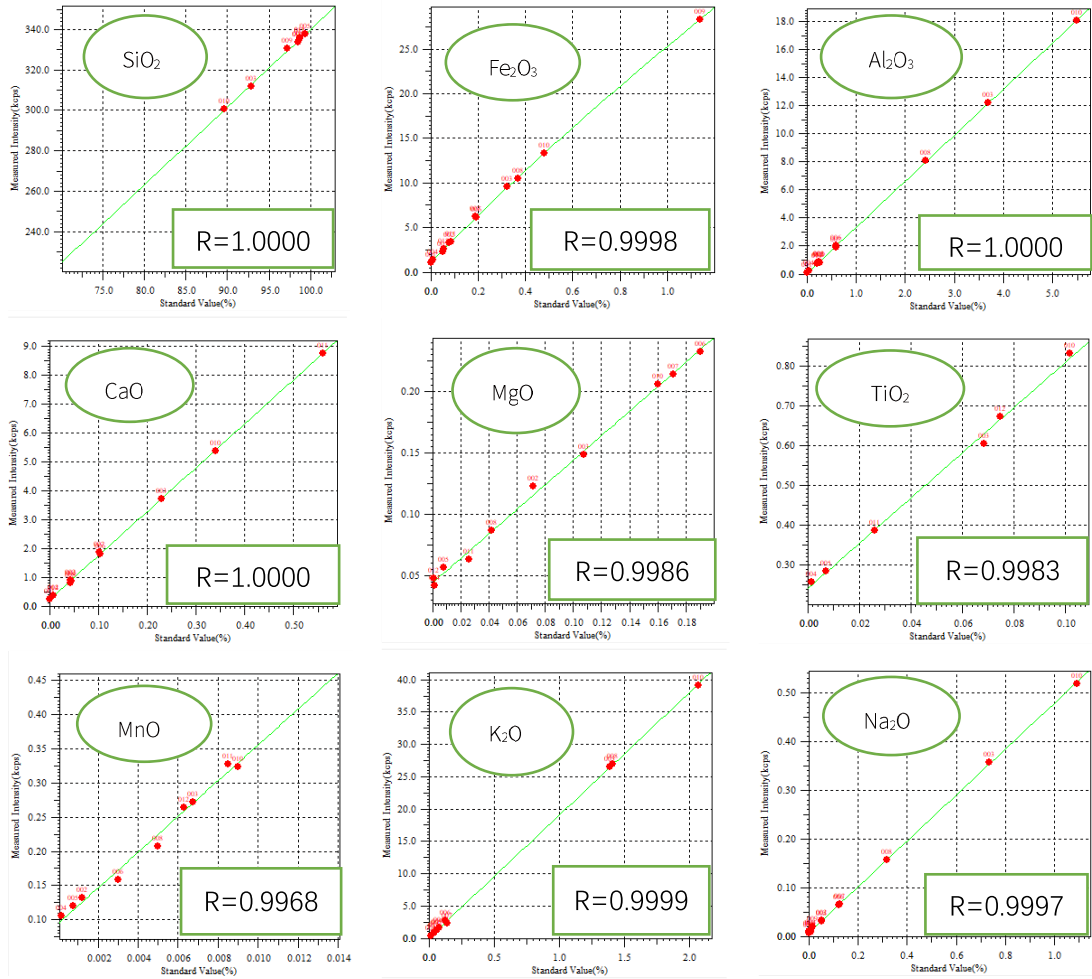


图 1 部分元素工作曲线

3.3 精度实验

选硅砂样品，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 硅砂样品方法精度试验结果 (%)

序号	SiO_2	Fe_2O_3	Al_2O_3	CaO	MgO	MnO	P_2O_5	K_2O	Na_2O
N=1	99.50	0.021	0.31	0.011	0.018	0.0018	0.0032	0.038	0.023
N=2	99.50	0.022	0.30	0.011	0.018	0.0017	0.0027	0.038	0.023
N=3	99.46	0.021	0.30	0.012	0.017	0.0017	0.0030	0.038	0.021
N=4	99.48	0.021	0.31	0.011	0.017	0.0019	0.0036	0.037	0.021
N=5	99.45	0.021	0.30	0.011	0.019	0.0019	0.0035	0.037	0.021
N=6	99.47	0.021	0.31	0.011	0.018	0.0016	0.0037	0.038	0.021
N=7	99.48	0.021	0.30	0.011	0.019	0.0016	0.0033	0.039	0.022
N=8	99.50	0.022	0.30	0.011	0.018	0.0019	0.0034	0.038	0.022

N=9	99.47	0.021	0.30	0.011	0.017	0.0018	0.0032	0.037	0.023
N=10	99.48	0.020	0.30	0.011	0.018	0.0018	0.0034	0.038	0.022
Ave	99.48	0.021	0.30	0.011	0.018	0.0018	0.0033	0.038	0.022
STD	0.019	0.0005	0.004	0.0004	0.0007	0.0001	0.0003	0.0006	0.0009
RSD	0.02	2.25	1.32	3.88	4.07	6.55	8.92	1.51	4.24

3.4 准确度实验

利用建立的工作曲线，测试不同硅砂样品，得到分析结果，和手工分析结果对比见下表 4。差值都小于国标 GB/T 7143-2010《铸造用硅砂化学分析方法》中规定元素分析误差要求的范围。国标允许分析误差要求 ($\leq 0.50\%$)。

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	0.093	98.51	0.84	0.077	0.066	0.02	0.0041	0.061	0.021
	化学值	0.085	98.42	0.87	0.071	0.061	0.016	0.0036	0.054	0.017
	差值	0.008	0.09	0.03	-0.006	0.005	0.004	0.0005	0.007	-0.004
硅石 4#	XRF 值	0.37	94.92	2.42	0.043	0.042	0.0083	0.0045	1.41	0.32
	化学值	0.351	95.13	2.46	0.038	0.048	0.0075	0.0051	1.45	0.34
	差值	0.019	-0.21	-0.04	0.005	-0.006	0.0008	-0.0006	-0.035	-0.02

■ 结论

硅砂样品经高温熔融制成玻璃熔片，建立了使用岛津 MXF-N3 Plus 固定道型 X 射线荧光光谱仪快速测试硅砂中主次成分的分析方法。玻璃熔片法可以消除矿物效应、颗粒度效应、组织效应对分析结果的影响，从而提高了分析硅砂样品的检测精度和准确度。该方法工作曲线线性良好，方法精密度高，操作简单快捷。

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

