

# X 射线荧光光谱玻璃熔片法分析玻璃纤维中的 主次成分

MXF-038

**摘要：**参考《玻璃纤维及原料化学元素的测定 X 射线荧光光谱法（征求意见稿）》国标方法，将玻璃纤维高温灼烧处理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 建立工作条件分析玻璃纤维中的主次成分含量。实验结果表明，分析结果完全能够满足标准要求。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，提高了玻璃纤维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 玻璃纤维

## 技术特点：

- ❖ 操作简单，分析速度快，精度高，稳定性好。
- ❖ 熔片法有效消除基体效应、矿物效应及粒度效应，提高分析准确度。

玻璃纤维（Fiberglass），是一种性能优异的无机非金属材料，种类繁多，优点是绝缘性好、耐热性强、抗腐蚀性好、机械强度高，但缺点是性脆，耐磨性较差。它是用叶腊石、石英砂、石灰石、白云石、硼钙石、硼镁石等矿石为原料经高温熔制、拉丝、络纱、织布等工艺制造成的，其单丝的直径为几个微米到二十几个微米，相当于一根头发丝的 1/20-1/5，每束纤维原丝都由数百根甚至上千根单丝组成。玻璃纤维通常用作复合材料中的增强材料、电绝缘材料和绝热保温材料、电路基板等

国民经济各个领域。

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。

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

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$  (66.7%) +  $\text{LiBO}_2$  (33.3%)：优级纯

脱模剂：50%  $\text{NH}_4\text{I}$  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
SiO <sub>2</sub>	Kα	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	15-130	108.930	40s
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Kα	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	15-140	144.500	
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Kα	40	70	LiF	Ar Multitron	15-105	57.506	
CaO	Kα	40	70	LiF	Ne Multitron	15-135	113.110	
MgO	Kα	40	70	TAP	Ne Exatron(Al)	20-140	45.170	
K <sub>2</sub> O	Kα	40	70	LiF	Ar Exatron	20-140	136.806	
Na <sub>2</sub> O	Kα	40	70	SX-13	Ne Exatron(Al)	15-140	22.896	
TiO <sub>2</sub>	Kα	40	70	LiF	Ar Exatron	15-135	86.150	
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Kα	40	70	Ge	Ne Exatron(Be)	20-125	141.036	
MnO	Kα	40	70	LiF	Ar Exatron	15-115	62.968	
SO <sub>3</sub>	Kα	40	70	NaCl	Ne Exatron(Be)	20-140	144.540	

## ■ 样品前处理

2.1 剪取适量玻璃纤维样品于 (700±10) °C 的马弗炉灼烧 2 h, 冷却至室温后用玛瑙研钵研碎至粒度小于 75 μm;  
 2.2 称取 7.0000 g 无水四硼酸锂和偏硼酸锂的混合熔剂和 0.7000 g 已磨细的玻璃纤维粉混匀, 转移至铂金坩埚中, 滴加 10 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。



图 2 玻纤样品处理

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准样品

本方法选用《玻璃纤维及原料化学元素的测定 X 射线荧光光谱法 (征求意见稿)》参考的几种国家标准物质, 换算成烧失后的质量百分比, 按照设定的分析条件制作工作曲线。

表 2 换算成烧失后的质量百分比 (单位: %)

名称	编号	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MnO	SO <sub>3</sub>	L.O.I
粘土	GBW 03101a	49.98	26.27	10.55	0.13	0.46	0.79	0.06	0.70	0.14	0.052	0.049	10.62
	GBW 03102a	53.67	31.32	0.33	1.80	0.08	1.15	2.55	0.03	0.05	0.020	0.023	8.81
页岩	GBW 03104	69.34	15.03	5.82	0.19	0.64	3.49	0.16	0.68	0.04	0.020	0.029	4.54
硅质岩	GBW 03114	89.59	5.48	0.48	0.34	0.16	2.07	1.09	0.10	0.01	0.010	-	0.53
高岭土	GBW 03121	54.55	31.14	0.53	0.052	0.12	0.34	0.02	0.69	0.10	0.001	0.53	11.94
叶蜡石	GBW 03126	66.84	23.58	1.94	0.17	0.09	0.38	0.34	0.70	0.20	0.001	0.61	5.48
	GBW 03127	70.34	22.20	0.22	0.066	0.04	0.03	0.04	0.18	0.11	0.001	0.17	6.34

钠长石	GBW 03134	67.96	19.62	0.10	0.48	0.02	0.10	11.26	0.05	-	-	-	0.36
钾长石	GBW 03116	66.26	18.63	0.19	0.76	0.05	9.60	3.69	0.05	-	-	-	0.86
钠玻璃	GBW03117	71.25	2.56	0.18	6.37	3.98	1.10	13.77	0.06	-	-	-	0.44
白云石	YSBC 28724	5.20	0.31	0.21	29.20	20.78	0.16	0.01	0.01	0.01	0.01	0.038	43.02

### 3.2 烧失量校正

采用玻璃熔片法烧失量会影响熔样稀释比，为保证所有样品熔融后稀释比的一致性，使用中要根据烧失量校正称样量，称样量按公式（1）进行计算，相应标样元素含量均应采用灼烧基（干基）含量，含量按公式（2）进行计算。

称样量按式（1）进行计算：

$$M_c = \frac{M \times 100}{100 - LOI} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $M_c$ ——校正后的称样量；
- $M$ ——原始称样量（0.6000 克）；
- $LOI$ ——烧失量（单位：%）。

标样灼烧基（干基）含量按式（2）进行计算：

$$C_1 = \frac{C_0 \times 100}{100 - LOI} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $C_1$ ——校正后含量；
- $C_0$ ——校正前含量；
- $LOI$ ——烧失量（单位：%）。

### 3.3 测定结果的计算

测定试样时称样量需要按式（1）进行计算，这样仪器直接给出的测定结果为试样灼烧基（干基）元素含量，报告结果往往需要换算为原始含量，其计算方法按下式（3）进行。仪器软件具有附件计算功能，通过输入烧失量，编辑计算公式，可以自动计算出试样中元素原始含量。

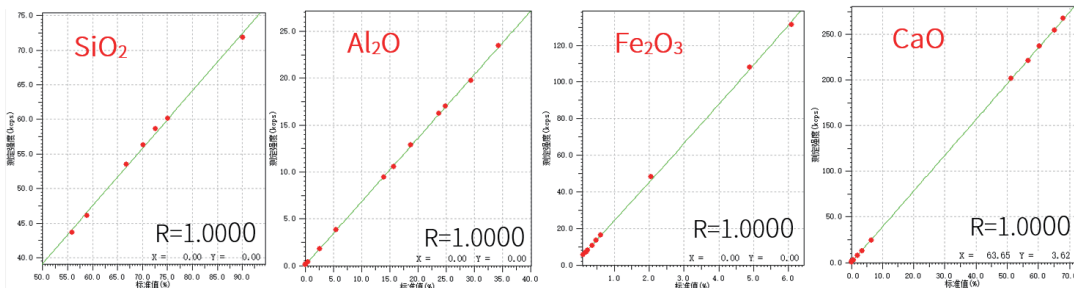
$$C_0 = \frac{C \times (100 - LOI)}{100} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $C_0$ ——试样中元素原始含量；
- $C$ ——仪器测定含量；
- $LOI$ ——烧失量（单位：%）。

### 3.2 工作曲线

按本方法条件建立烧失后元素含量工作曲线，曲线线性良好。元素曲线如图 3。



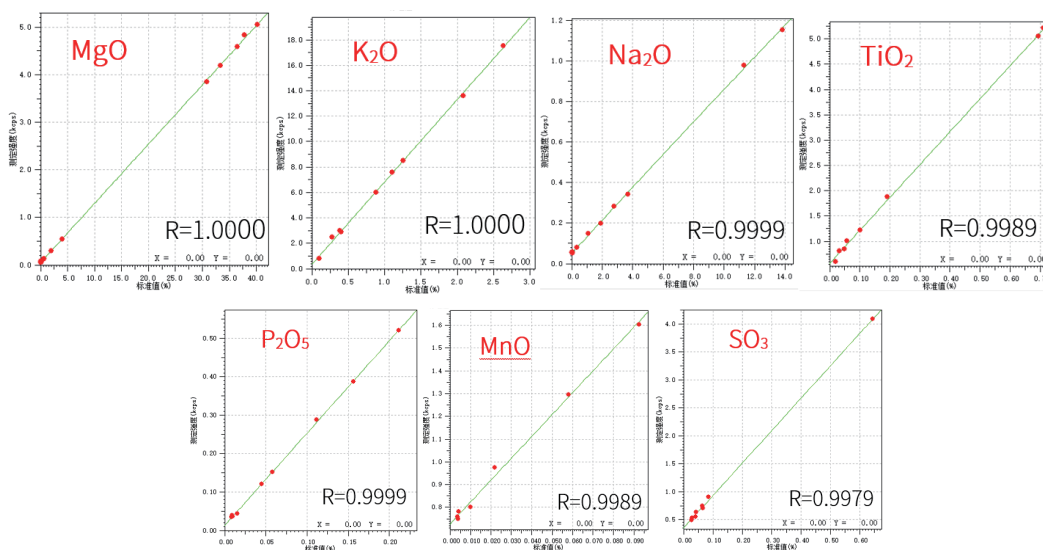


图3 元素工作曲线

### 3.3 精度及重复性试验

1) 标样验证: 选用标样 GBW03103 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, 精度和重复性良好。

表 3 GBW03103 标样的精度及重复性 (已换算回烧失前含量) 试验结果 (%)

标样	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MnO	SO <sub>3</sub>	L.O.I
测定值	66.81	13.22	4.61	3.14	1.82	2.51	1.72	0.65	0.11	0.09	0.02	5.11
标准值	66.64	13.28	4.64	3.23	1.84	2.50	1.81	0.66	0.11	0.09	0.03	5.10
SD	0.04	0.02	0.001	0.001	0.02	0.001	0.02	0.001	0.001	0.001	0.001	-
RSD	0.06	0.15	0.04	0.14	1.01	0.08	1.30	0.19	0.86	0.64	2.53	-

2) 实际样品验证: 选用玻璃纤维丝作为验证样, 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。

表 4 玻璃纤维的精度及准确度 (已换算回烧失前含量) 试验结果 (%)

编号	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MnO	SO <sub>3</sub>	L.O.I
测定值	58.87	12.60	0.25	22.04	2.48	0.20	0.37	0.39	0.04	N.D.	N.D.	2.55
参考值	58.79	12.54	0.24	22.12	2.48	0.20	0.32	0.35	0.04	<0.0002	<0.0002	2.55
SD	0.03	0.01	0.001	0.01	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	-	-	-
RSD	0.06	0.11	0.21	0.05	0.86	0.36	3.13	0.28	1.80	-	-	-

说明: 1) 参考值参照《GB/T 1459-2008 纤维玻璃化学分析方法》标准方法进行分析;

2) N.D. 表示未检出。

## 结论

参考国标《玻璃纤维及原料化学元素的测定 X 射线荧光光谱法 (征求意见稿)》的要求, 将玻璃纤维高温灼烧处理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, 精度高, 稳定性好; 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

