

X 射线荧光法分析光伏玻璃中低含量氧化铁及主次成分

MXF-056

摘要： 国标 GB/T30984.1-2015《太阳能用玻璃第 1 部分：超白压花玻璃》要求光伏玻璃中三氧化二铁含量应该不高于 0.015%。依照国标 GB/T40915-2021《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》方法，将光伏玻璃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 建立元素工作条件，可同时分析光伏玻璃中的低含量氧化铁及主次成分。实验结果表明，分析结果的准确度及重复性好。该方法操作简单，能够很好地消除基体效应、粒度效应及矿物效应，提高了分析结果的准确度。

关键词： 玻璃熔片 多道同时型 X 射线荧光光谱仪 MXF-N3 Plus 光伏玻璃 三氧化二铁

技术特点：

- ❖ MXF-N3 Plus 一次性同时分析光伏玻璃中的低含量氧化铁及主次成分，具有快速准确、灵敏度高、稳定性好、操作简单、安全环保等优点；
- ❖ 熔片法有效消除基体效应、粒度效应及矿物效应，提高分析准确度。

光伏玻璃，也称为光电玻璃，是一种利用太阳辐射发电的特种玻璃。它广泛应用于太阳能智能窗、太阳能凉亭、光伏玻璃建筑顶棚以及光伏玻璃幕墙等。根据《太阳能用玻璃第 1 部分：超白压花玻璃》标准的规定：光伏玻璃中三氧化二铁含量应该不高于 0.015%，旨在确保光伏玻璃的光伏透射比在 91.5% 以上（按 3.2 mm 标准厚度为准），而相同厚度的普通玻璃的透射比只有 88~89% 左右。通过控制光伏玻璃的三氧化二铁含量，可以显著提高其光学性能

和光电转换效率，从而提升太阳能电池的整体性能。

传统化学法逐渐被 X 射线荧光光谱法所取代。XRF 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。

本实验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 上建立校准曲线进行分析，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

全自动熔融炉：TNRV-01C 型

混合熔剂：

Li₂B₄O₇ (67%) + LiBO₂ (33%)

脱模剂：50% NH₄I 水溶液



图 1 MXF-N3 Plus

1.2 分析条件

1.2.1 自动高温熔融炉工作条件

熔样温度：1050℃

炉体摆动时间：900 s

前静置时间：120 s

后静置时间：10 s

1.2.2 元素测定条件见表 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)
Fe ⁻	Kα	40	70	LiF	Ar Multitron	15-105	57.506	40
Si	Kα	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	15-130	108.930	
Al	Kα	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	15-140	144.500	
Ca	Kα	40	70	LiF	Ne Multitron	15-135	113.110	
Mg	Kα	40	70	TAP	Ne Exatron(Al)	20-140	45.170	
K	Kα	40	70	LiF	Ar Exatron	20-140	136.806	
Na	Kα	40	70	SX-13	Ne Exatron(Al)	15-140	22.896	
Ti	Kα	40	70	LiF	Ar Exatron	15-135	86.150	

■ 样品前处理

1) 将样品粉碎后, 在 100±5℃下烘干 2 h 后放干燥器中冷却到室温;

2) 称取 7.0000 g 混合熔剂和 0.7000 g 样品混匀, 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。

■ 结果与讨论

3.1 标准样品

本方法选用国家标准物质及其配制样, 按照设定的分析条件制作校准曲线。

表 2 标准物质元素质量分数 (单位: %)

No	标样	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂
钠钙硅玻璃	GBW03117	0.18	71.56	2.57	6.40	4.00	1.10	13.83	0.060
硼硅酸盐玻璃	GBW03132	0.34	54.12	14.54	16.58	4.41	0.59	0.10	0.19
硅石 -1#	YSB C28761	0.050	99.42	0.25	0.045	0.008	0.077	0.055	0.073
高纯二氧化硅	7631-86-9	0.005	99.99	-	-	-	-	--	-
配样 -1	P-1	0.069	95.44	0.58	0.95	0.58	0.22	2.02	0.070
配样 -2	P-2	0.030	95.93	0.37	0.91	0.57	0.16	1.98	0.010
配样 -3	P-3	0.011	99.91	0.040	0.010	-	0.010	0.010	0.010
配样 -4	P-4	0.008	69.94	0.020	--	-	0.010	-	0.010
配样 -5	P-5	0.25	64.09	7.70	10.76	4.17	0.88	7.94	0.11
配样 -6	P-6	0.13	83.50	1.58	3.68	2.29	0.66	7.93	0.060

说明: 1) 因标样及样品烧失量很少, 故不考虑烧失量的影响;

2) 配样使用四种国家标准物质进行配制。

3.2 校准曲线

按本方法条件建立元素含量校准曲线，曲线线性良好。

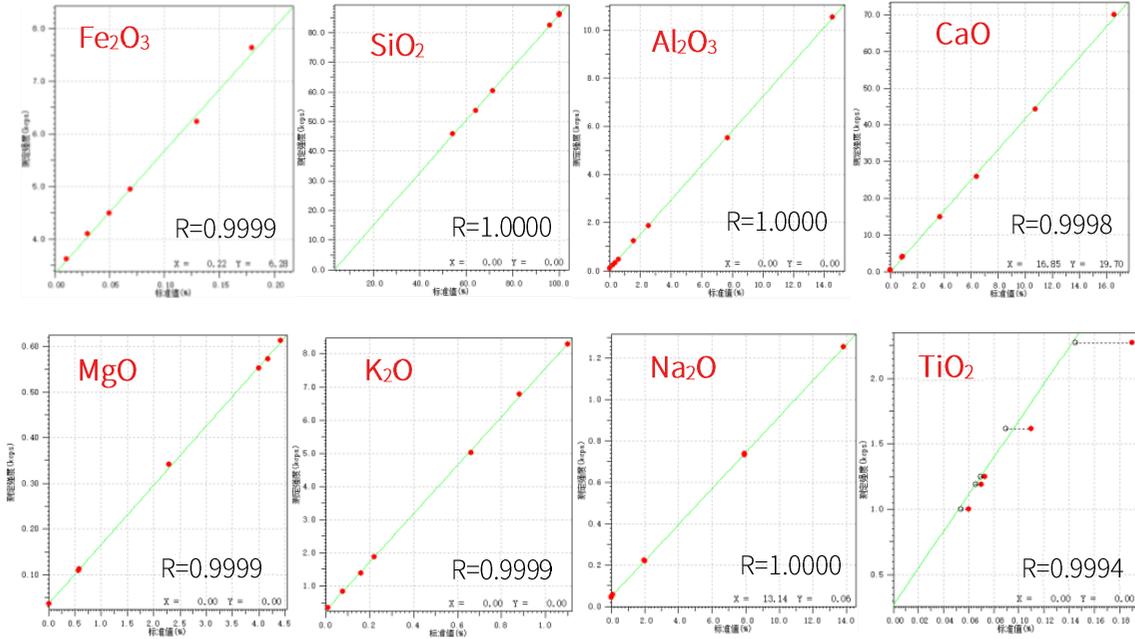


图2 元素校准曲线

表3 校准曲线的元素适用分析范围（单位：%）

Fe_2O_3	SiO_2	Al_2O_3	CaO	MgO	K_2O	Na_2O	TiO_2
0.001~0.18	54~99.99	0.009~14.54	0.002~16.58	0.030~4.41	0.002~1.11	0.064~13.83	0.001~0.19

说明：杂质元素的检出下限为通过使用高纯二氧化硅连续测试 10 次的标准偏差的 3 倍。

3.3 重复性及准确度试验

1) 标样验证

选用标样 GBW03117 作为验证样，连续动态测试 10 次，重复性与准确度好。

表4 重复性与准确度试验结果（%）

标样	Fe_2O_3	SiO_2	Al_2O_3	CaO	MgO	K_2O	Na_2O	TiO_2
平均值	0.19	71.25	2.51	6.28	4.02	1.10	14.02	0.082
SD	0.001	0.039	0.007	0.002	0.026	0.002	0.065	0.001
RSD	0.42	0.055	0.26	0.038	0.64	0.18	0.46	0.60
标准值	0.18	71.56	2.57	6.40	4.00	1.10	13.83	0.060
偏差	0.01	0.31	0.06	0.12	0.02	0.00	0.19	0.022

说明：偏差为结果平均值与标准值之差的绝对值。

2) 实际样品验证

(1) 选用两个光伏玻璃样品作为实际验证样，连续动态测试两次取平均值，平均值与参考值接近。

表 5 实际样品准确度试验结果 (%)

样品	编号	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂
光伏玻璃 -1	平均值	0.009	71.78	1.18	8.71	4.50	1.08	13.09	0.039
	参考值	0.008	71.88	1.23	8.78	4.48	1.05	13.14	0.045
	偏差	0.001	0.07	0.05	0.07	0.02	0.03	0.05	0.006
光伏玻璃 -2	平均值	0.004	73.42	0.071	9.36	3.33	0.013	14.07	0.052
	参考值	0.004	73.51	0.079	9.44	3.39	0.017	14.16	0.059
	偏差	0.000	0.09	0.08	0.08	0.06	0.004	0.09	0.007

说明：参考值使用化学方法定值，偏差为两次平均值与参考值之差的绝对值。

■ 结论

参考国标 GB/T40915-2021《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》的方法，将光伏玻璃熔融制成玻璃熔片，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，该方法校准曲线线性良好，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、粒度效应及矿物效应对分析结果的影响，测试精确度和重复性完全优于标准要求，完全满足国标 GB/T30984.1-2015《太阳能用玻璃第 1 部分：超白压花玻璃》对光伏玻璃中低含量三氧化二铁的测试要求，同时还可以分析玻璃的主次成分，是一种非常行之有效的方法。

岛津应用云

