

X 射线荧光光谱熔片法分析硅微粉主成分

XRF-020

摘要：试样和特定溶剂按一定比例混匀，放入铂黄坩锅中，在高温熔融炉中熔融制成玻璃熔片，用 X 射线荧光光谱法（XRF）分析硅微粉中主成分 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 MgO 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、 MnO 、 K_2O 、 Na_2O 等元素，实验结果表明，该方法能消除矿物效应、组织效应和颗粒度效应的影响，提高了硅微粉分析方法的准确度。

关键词：玻璃熔片 XRF 硅微粉

硅微粉是一种无毒、无味、无污染的无机非金属材料。由于它具备耐温性好、耐酸碱腐蚀、导热系数高、高绝缘、低膨胀、化学性能稳定、硬度大等优良的性能，被广泛用于化工、电子、集成电路（IC）、电器、塑料、涂料、高级油漆、橡胶、国防等领域。



根据其用途硅微粉分为以下几类：普通硅微粉、电工级硅微粉、电子级硅微粉系列、熔融石英硅微粉、超细石英硅微粉、纳米硅微粉。尤其是电子级硅微粉，主要用于集成电路、电子元件行业；而纳米硅微粉，作为纳米材料中的重要一员，已经成为传统产品的提档升级换代的新型材料。

硅微粉的成分测定，以前多数是采用传统的湿法分析方法，分析周期长、污染环境；逐渐被仪器分析所替代。XRF 玻璃熔片法不仅能消除试样的矿物效应、组织效应和颗粒度效应，并且准确度和重复性良好。

本方法选用特定溶剂与试样按照比例混匀，在高温熔融炉中制成玻璃熔片，在 X 射线荧光光谱仪器上建立工作曲线，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

X 射线荧光光谱仪：XRF-1800 型

全自动熔样炉：TNRV-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

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：720 s

后静置时间：10 s

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	$2\theta/^\circ$	测量时间 /s
Fe_2O_3	K α	40	70	LiF	SC	14-98	57.52	20
MnO	K α	40	70	LiF	SC	18-82	62.97	20
SiO_2	K α	40	70	PET	FPC	16-92	108.80	20
CaO	K α	40	70	LiF	FPC	20-80	113.12	20
MgO	K α	40	70	TAP	FPC	16-74	45.00	20

Al ₂ O ₃	Kα	40	70	PET	FPC	18-74	144.6	20
K ₂ O	Kα	40	70	LiF	FPC	20-92	136.69	20
Na ₂ O	Kα	40	70	TAP	FPC	18-96	55.10	20

■ 样品前处理

称取适量熔剂、适量硅微粉混合均匀，转移至铂黄坩锅中，加入碘化铵脱模剂，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；取出冷却后按仪器设定的工作条件进行测定。

■ 结果讨论

3.1 标准样品

本方法选用国家标准样品、行业标准样品、配制合成标准样品，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。部分配制标样见下表 2

表 2 配置标样成分表

序号	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	K ₂ O	Na ₂ O
p=1	99.603	0.0330	0.0083	0.0070	0.0009	0.0033	0.0086	0.0238
p=2	99.124	0.2777	0.0363	0.0127	0.0092	0.0029	0.0720	0.0365
p=3	98.394	0.7650	0.0738	0.0138	0.0185	0.0031	0.1186	0.0356
p=4	98.815	0.4253	0.0140	0.0124	0.0072	0.0017	0.0143	0.0288

3.2 工作曲线

用选定标准样品按本方法分析条件建立工作曲线，曲线线性良好，相关系数 0.9998；部分元素曲线如下：

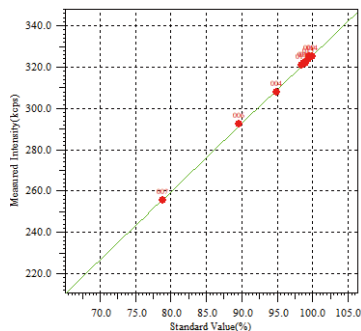


图 1 SiO₂ 元素工作曲线

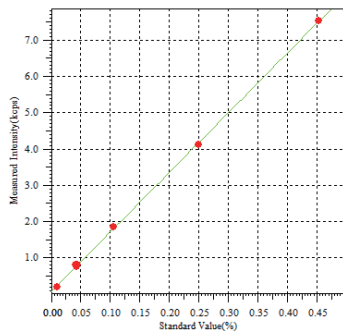


图 2 CaO 元素工作曲线

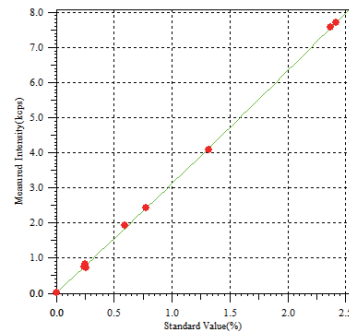


图 3 Al₂O₃ 元素工作曲线

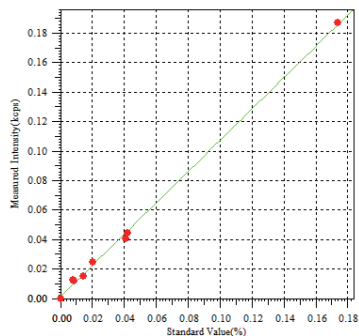


图 4 MgO 元素工作曲线

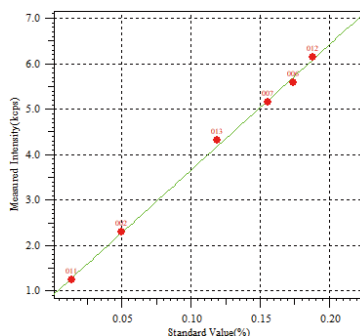


图 5 Fe₂O₃ 元素工作曲线

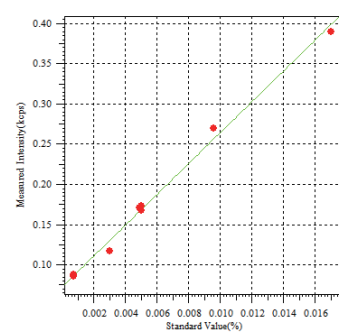
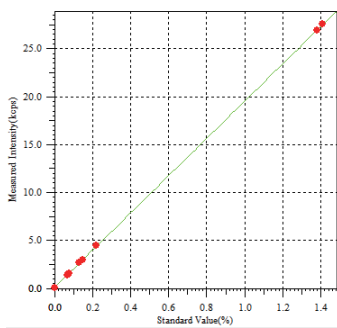
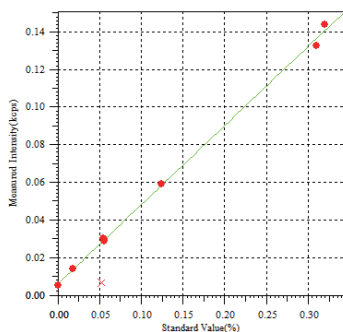
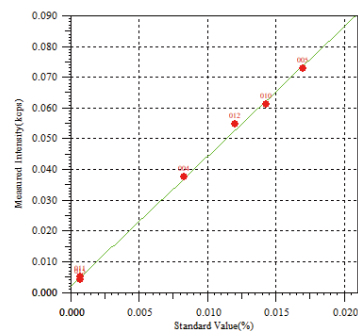


图 6 MnO 元素工作曲线


 图 7 K₂O 元素工作曲线

 图 8 Na₂O 元素工作曲线

 图 9 TiO₂ 元素工作曲线

3.3 精度实验

选用 GS-3035 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，见表 3

表 3 GS—3035 标样方法精度试验结果 (%)

序号	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	K ₂ O	Na ₂ O
N=1	99.366	0.0093	0.460	0.0024	0.0133	0.0016	0.0139	0.0205
N=2	99.358	0.0091	0.460	0.0027	0.0134	0.0016	0.0137	0.0219
N=3	99.385	0.0090	0.460	0.0026	0.0128	0.0015	0.0138	0.0171
N=4	99.388	0.0092	0.463	0.0021	0.0127	0.0017	0.0138	0.0187
N=5	99.360	0.0088	0.470	0.0028	0.0134	0.0018	0.0135	0.0185
N=6	99.353	0.0086	0.467	0.0028	0.0133	0.0015	0.0147	0.0195
N=7	99.361	0.0090	0.467	0.0022	0.0131	0.0016	0.0139	0.0173
N=8	99.360	0.0088	0.471	0.0027	0.0138	0.0017	0.0135	0.0196
N=9	99.370	0.0094	0.467	0.0026	0.0132	0.0018	0.0139	0.0187
N=10	99.389	0.0091	0.463	0.0027	0.0137	0.0017	0.0148	0.0198
Ave	99.369	0.0090	0.465	0.0026	0.0133	0.0017	0.0140	0.0192
STD	0.0133	0.0002	0.0041	0.0002	0.0003	0.0001	0.0004	0.0014
RSD	0.0134	2.7151	0.8893	9.4559	2.6117	6.3535	3.2103	7.4999

结论

硅微粉样品经高温熔融制成玻璃熔片，使用岛津 XRF-1800 顺序扫描型 X 射线荧光光谱仪分析，工作曲线线性良好，方法精密度高，不产生化学污染，对环境友好；同时采用玻璃熔片法克服了矿物结构对分析结果的影响，降低了共存元素之间的干扰，从而可以提高分析硅微粉样品的检测效率，可作为硅微粉及微硅粉类样品主量元素测定的一种高效、可靠、环保的检测手段。

参考文献

- 1、国家技术监督局 GB/T 6901.2 或 GB/T 6901.3 《硅微粉中二氧化硅的测定》
- 2、国家技术监督局 GB/T 6901.5 或 GB/T 6901.6 《硅微粉中氧化铝的测定》
- 3、国家技术监督局 GB/T 14506.11-1993 《邻二氮杂菲光度法测定三氧化二铁量》
- 4、国家技术监督局 GB/T 6901.8 《硅微粉中氧化钙和氧化镁的测定》
- 5、国家技术监督局 GB/T 14506.11-1993 《火焰原子吸收分光光度法测定氧化钾和氧化钠量》

岛津应用云

