

# 硅质耐火材料 X 射线荧光光谱快速分析

## MXF-002

**摘要：**使用岛津 MXF-N3 Plus 波长色散型 X 射线荧光光谱法对硅质耐火材料进行了定量分析，并进行了检出限、重复性、精确度试验，建立了一种方便快捷的硅质耐火材料荧光定量分析方法。

**关键词：**岛津 MXF-N3 Plus 波长色散型 X 射线荧光光谱法 硅质耐火材料定量分析

硅质耐火材料，是指以二氧化硅为主要成分的耐火材料。其主晶相为鳞石英和方石英，基质为石英玻璃相。如含氧化硅在 93% 以上的耐火材料，属于酸性耐火材料。主要有烧成普通硅砖、高密度高纯硅砖、含铬硅砖、熔融石英制品和不烧砖、硅质捣料等。硅质耐火材料具有良好的高温抗酸性渣侵蚀的能力（但与碱性熔渣起化学反应）和很高的荷重软化温度，广泛用于砌焦炉、炼钢炉、电炉、加热炉、玻璃熔窑

和耐火材料烧成窑的炉衬。制高硅砖用硅质原料要求  $\text{SiO}_2 > 96\%$ 。主要有害组分  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$  总量小于 4%，含量高则严重地降低硅砖的耐火度。有工业价值的硅质耐火材料主要是晶质型石英，如  $\alpha$  和  $\beta$  石英、鳞石英和方石英等。下面使用岛津 MXF-N3 Plus 来进行硅质耐火材料的光谱定量分析。

## 实验部分

### 1.1 仪器

1.1.1 岛津 MXF-N3 Plus (如图 1)

1.1.2 洛阳特耐 TNRY-01C 型全自动熔样炉

### 1.2 分析条件

分析条件如下表 1:



图 1 MXF-N3 Plus

表 1 分析条件

No.	分析元素	谱线	靶材	电压 (KV)	电流 (mA)	分光晶体 - 检测器	PHA	2 $\theta$ (°)	时间 (S)
1	$\text{SiO}_2$	Si-K $\alpha$	Rh	40	70	PET-Ne Exatron(Be)	12-122	108.98	40
2	$\text{Al}_2\text{O}_3$	Al-K $\alpha$	Rh	40	70	LiF-Ar Multitron	14-134	144.57	40
3	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	Fe-K $\alpha$	Rh	40	70	LiF-Ar Multitron	16-106	57.54	40
4	CaO	Ca-K $\alpha$	Rh	40	70	LiF-Ne Multitron	22-100	113.17	40
5	MgO	Mg-K $\alpha$	Rh	40	70	TAP-Ne Exatron(Al)	24-122	45.19	40
6	$\text{K}_2\text{O}$	K-K $\alpha$	Rh	40	70	LiF-Ar Exatron	34-132	136.87	40
7	$\text{Na}_2\text{O}$	Na-K $\alpha$	Rh	40	70	SX-13-Ne Exatron(Al)	28-104	22.91	40
8	$\text{TiO}_2$	Ti-K $\alpha$	Rh	40	70	LiF-Ar Exatron	10-104	86.19	40
9	$\text{P}_2\text{O}_5$	P-K $\alpha$	Rh	40	70	SX-13-Ne Exatron(Al)	24-112	57.52	40
10	MnO	Mn-K $\alpha$	Rh	40	70	PET-Ne Exatron(Be)	20-102	57.52	40

### 1.3 样品的前处理

1.3.1 称量适量标样（或配制标样）及混和熔剂（67% 无水四硼酸锂 + 33% 偏硼酸锂），混匀，倒入铂金钳锅中，加入几滴溴化铵脱模剂，于 1050°C 下制成熔片（如图 2）。



图 2 熔片样

## 1.4 标样及工作条件

### 1.4.1 标样

使用国家标准样品及使用这些标样配制标样。

### 1.4.2 工作曲线

按上述标样制作工作曲线如下图 3:

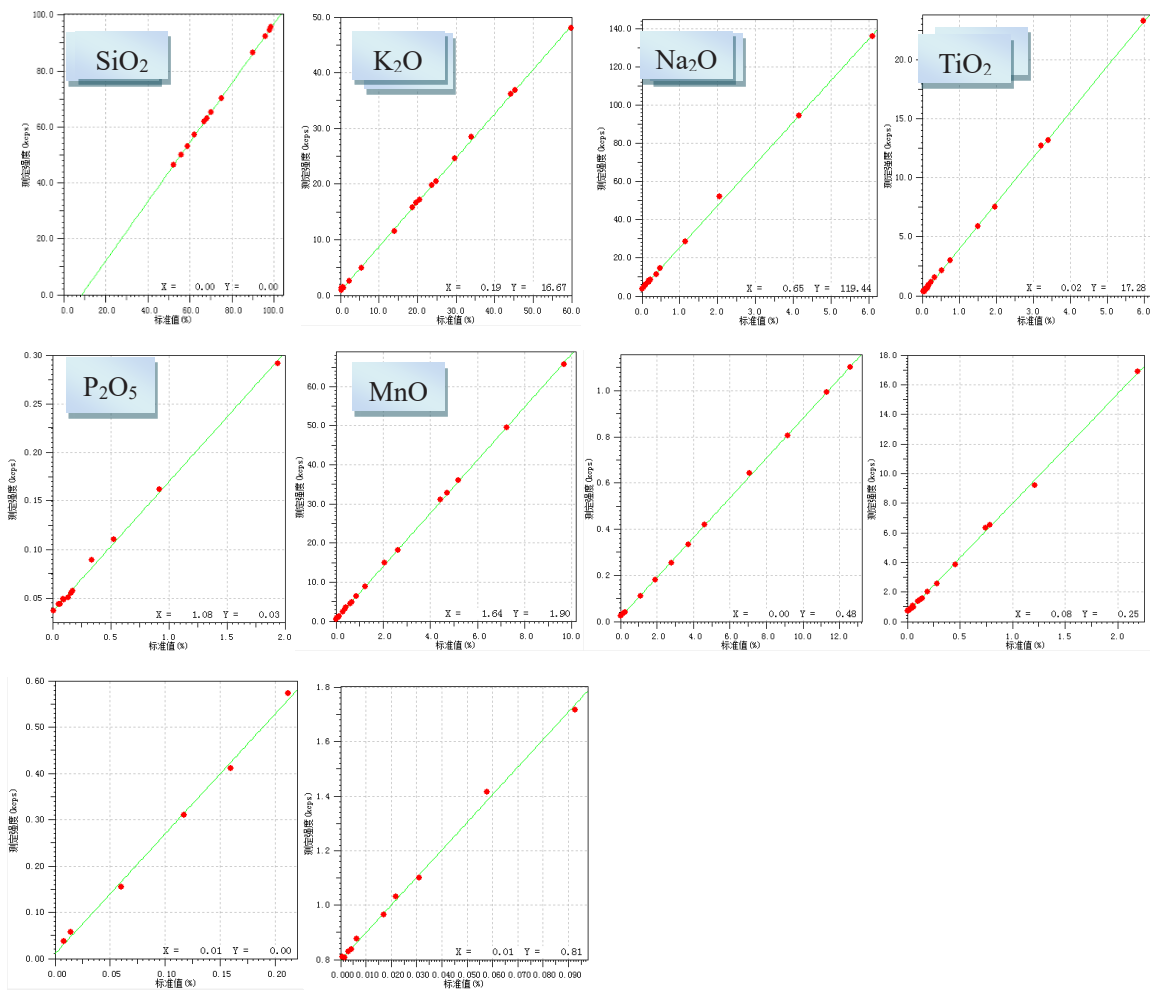


图 3 各元素的工作曲线

## ■ 结果讨论

### 2.1 工作曲线的检出下限

使用空白熔样连续进行 10 次分析，空白的 3 倍标准偏差即为工作曲线的检出下限，如下表 2：单位：%

表 2 检出下限

No.	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
检出下限	0.156	0.129	0.001	0.003	0.019	0.002	0.015	0.007	0.001	0.001

### 2.2 工作曲线的精确度

按同样操作制作 GWB03134 熔片，动态连续测试 10 次结果如下表 3：单位：%

表 3 精确度分析结果

No.	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
1	68.12	19.55	0.115	0.545	0.0196	0.0838	11.260	0.0637	0.1593	0.0057
2	68.18	19.57	0.1151	0.543	0.0181	0.0834	11.346	0.0639	0.159	0.0052
3	68.14	19.52	0.1155	0.548	0.0149	0.0841	11.334	0.0631	0.1575	0.0062
4	68.20	19.53	0.1159	0.543	0.0191	0.0832	11.219	0.064	0.1573	0.0061
5	68.14	19.56	0.1162	0.542	0.0249	0.083	11.263	0.063	0.1571	0.0052
6	68.17	19.53	0.1154	0.547	0.0114	0.0831	11.288	0.0612	0.1581	0.0057
7	68.20	19.55	0.1158	0.547	0.0256	0.0838	11.192	0.0639	0.1575	0.0057
8	68.17	19.55	0.115	0.543	0.0054	0.0832	11.299	0.0633	0.157	0.0059
9	68.14	19.60	0.1153	0.544	0.0138	0.0838	11.165	0.0638	0.1579	0.0057
10	68.17	19.56	0.1148	0.542	0.0144	0.0835	11.152	0.0632	0.159	0.0053
平均值	68.16	19.55	0.1154	0.544	0.0167	0.0835	11.251	0.0633	0.1580	0.0057
参考值	68.21	19.69	0.100	0.482	0.015	0.098	11.301	0.054	/	/

### 2.3 工作曲线的重复性

按同样操作制作 GWB03103 熔片，连续动态测试 10 次结果如下表 4：单位：%

表 4 短期重复性分析

No.	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
1	70.327	13.709	5.104	3.393	1.944	2.623	1.823	0.649	0.121	0.092
2	70.269	13.763	5.111	3.384	1.983	2.623	1.891	0.651	0.12	0.093
3	70.199	13.773	5.111	3.392	1.941	2.616	1.85	0.648	0.118	0.091
4	70.188	13.778	5.108	3.392	1.94	2.615	1.928	0.651	0.118	0.092
5	70.21	13.758	5.109	3.376	1.975	2.614	1.869	0.649	0.119	0.092
6	70.181	13.761	5.112	3.383	1.935	2.625	1.877	0.65	0.122	0.092
7	70.24	13.714	5.114	3.388	1.958	2.619	1.92	0.65	0.119	0.093

8	70.305	13.818	5.115	3.389	1.955	2.62	1.819	0.65	0.117	0.091
9	70.224	13.783	5.114	3.384	1.966	2.62	1.877	0.652	0.119	0.092
10	70.257	13.809	5.109	3.384	1.945	2.627	1.852	0.651	0.12	0.092
平均值	70.24	13.766	5.111	3.386	1.954	2.62	1.871	0.65	0.119	0.092
C.V	0.0706	0.2554	0.064	0.1571	0.8302	0.1707	1.9511	0.1732	1.1113	0.8079

## ■ 结论

本方法使用岛津 MXF-N3 Plus 波长色散型 X 射线荧光光谱仪对硅质耐火材料进行熔片法光谱分析，灵敏度高、精确度及重复性较好，操作简单，方便快捷，是一种行之有效的快速光谱定量分析方法。

## 参考文献

《耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析 - 熔铸玻璃片法》(GBT 21114-2007).