

# EDX-7200 分析钠钙硅玻璃中的主次成分

EDX-072

**摘要：**参考国家标准《GB/T 40915-2021 X 射线荧光光谱法测定钠钙硅玻璃中  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$  含量》，将钠钙硅玻璃粉碎后熔融制成玻璃熔片，使用岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪 EDX-7200 建立工作条件，分析钠钙硅玻璃中的主次成分含量。该方法快速无损分析，操作简单，无需化学前处理，对环境友好，熔片法能够很好地消除基体效应、矿物效应及粒度效应对分析结果的影响，提高了钠钙硅玻璃成分分析的准确度。

**关键词：**GB/T40915-2021 X 射线荧光法 EDX-7200 主次成分分析

## 技术特点：

- ❖ 快速无损分析，操作简单，无需化学前处理，对环境友好。
- ❖ 熔片法有效消除基体效应、矿物效应及粒度效，提高分析准确度。

钠钙硅玻璃，硅酸盐玻璃之一。主要由二氧化硅、氧化钙和氧化钠等组成。如常用的平板玻璃、瓶、罐、灯泡等。氧化钠增加玻璃的热膨胀系数，降低玻璃的热稳定性、化学稳定性和力学强度，所以比例不能引入过多，一般不超过 18%。一般在生产玻璃时以纯碱方式引入氧化钠。氧化钙在玻璃中的主要作用是增加玻璃的化学稳定性和力学强度，但含量较高时，能使玻璃的结晶倾向增大，使玻璃发脆。一般玻璃

中氧化钙的含量不超过 12.5%。通常通过方解石、石灰石、白垩、沉淀碳酸钙等原料引入。

本文参考标准《GB/T40915 2021 X 射线荧光光谱法测定钠钙硅玻璃中  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$  含量》，使用岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪 EDX-7200，建立了熔片制样分析钠钙硅玻璃中的主次成分含量的方法。

## 实验部分

### 1.1 仪器及试剂

能量色散 X 射线荧光光谱仪：EDX-7200  
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

靶材：	Rh	滤光片：	无
光管电压：	0-50 kV	准直器：	10 mm
光管电流：	0-1000 $\mu\text{A}$ 自动	积分时间：	100 s
氛围：	真空		



图 1 EDX-7200

## 样品前处理

称取 6.0000 g 无水四硼酸锂和偏硼酸锂的混合熔剂和 0.6000 g 已磨细的钠钙硅玻璃粉混匀，转移至铂金坩锅中，滴加 6 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

本方法选用钠钙硅玻璃成分分析国家标准物质及配制的合适标准样品，按照设定的分析条件制作工作曲线。

### 3.2 工作曲线

按本方法条件建立工作曲线，元素曲线如图 2。

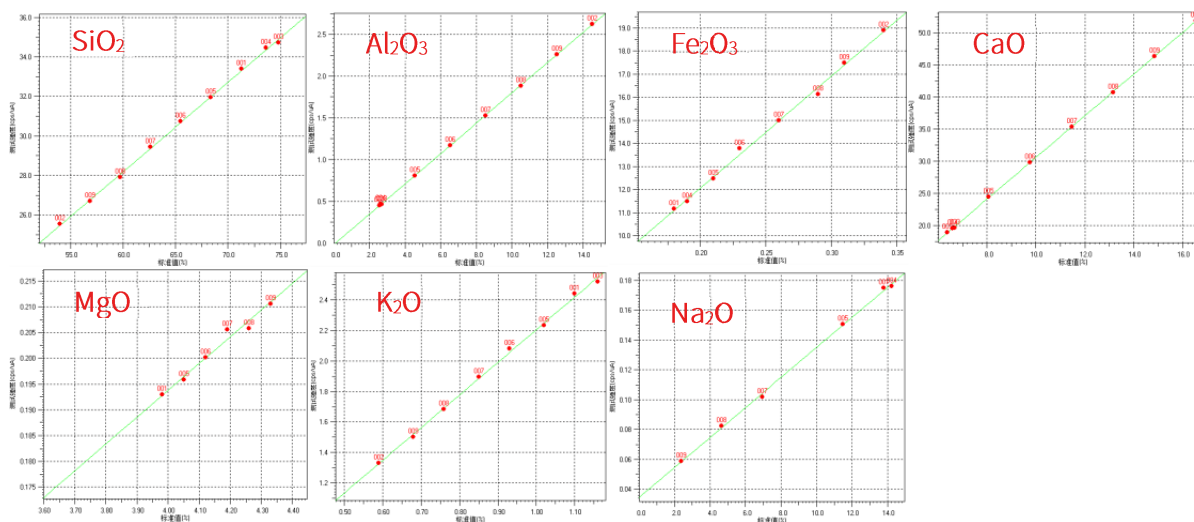


图 2 元素氧化物工作曲线

### 3.3 重复性和准确度实验

1) 标样验证: 选用钠钙硅玻璃标样 GBW03117 作为验证样, 连续测试 10 次, 统计标准偏差和相对标准偏差, 准确度和重复性见下表 2 (正常 100 s), 表 3 (使用 300 s)。

表 2 钠钙硅玻璃标样重复性和准确度试验结果 (%)

项目	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
测定值 (100 s)	71.23	2.57	0.18	6.39	3.98	1.10	13.50
参考值	71.25	2.56	0.18	6.37	3.98	1.10	13.77
SD	0.10	0.03	0.00	0.01	0.04	0.01	0.41
RSD	0.14	1.29	0.87	0.10	0.96	0.55	3.05

表 3 钠钙硅玻璃标样重复性和准确度试验结果 (%)

项目	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
测定值 (300 s)	71.22	2.58	0.18	6.39	4.00	1.10	13.82
参考值	71.25	2.56	0.18	6.37	3.98	1.10	13.77
SD	0.04	0.01	0.00	0.00	0.02	0.00	0.42
RSD	0.06	0.23	0.72	0.06	0.53	0.28	3.02

2) 生产样品验证: 选用已按照 GB/T 1347-2008《钠钙硅玻璃化学分析方法》测试的钠钙硅玻璃实际生产样作为验证样, 连续测试 10 次, 统计标准偏差和相对标准偏差, 以及一个月后再次测试, 准确度和重复性见下表 4。

表 4 钠钙硅玻璃验证样重复性和准确度试验结果 (%)

测试日期	项目	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
	参考值	72.33	2.15	0.09	9.30	2.50	0.56	13.28
D13 测试	测定值	72.29	2.14	0.08	9.18	2.69	0.58	13.26
	SD	0.04	0.02	0.00	0.01	0.04	0.00	0.35
	RSD	0.05	0.69	1.98	0.07	1.65	0.60	2.63
1 个月后 测试	测定值	72.20	2.16	0.08	9.12	2.67	0.57	13.17
	SD	0.09	0.01	0.00	0.01	0.02	0.00	0.14
	RSD	0.12	0.70	1.43	0.07	1.60	0.45	1.52

说明：参考值为按照 GB/T 1347-2008《钠钙硅玻璃化学分析方法》测试结果。

### 3.4 长期重复性和准确度实验

选用钠钙硅玻璃标样 GBW03117 作为验证样，连续从 13 日~24 日测试 8 天，每次连续测试 10 次，统计每天 10 次平均值标准偏差和相对标准偏差，准确度和重复性见下表 5。

表 5 每天 10 次平均值的准确度和重复性试验结果 (%)

测试日期	项目	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
	参考值	71.25	2.56	0.18	6.37	3.98	1.10	13.77
D13	10 次平均值	71.23	2.57	0.18	6.39	3.98	1.10	13.50
	SD	0.10	0.03	0.00	0.01	0.04	0.01	0.41
	RSD	0.14	1.29	0.87	0.10	0.96	0.55	3.05
D14	10 次平均值	71.24	2.58	0.18	6.38	4.01	1.10	13.58
	SD	0.05	0.02	0.00	0.01	0.03	0.01	0.33
	RSD	0.06	0.83	0.95	0.08	0.81	0.46	2.42
D17	10 次平均值	71.25	2.58	0.18	6.40	4.02	1.11	13.46
	SD	0.06	0.02	0.00	0.01	0.05	0.01	0.30
	RSD	0.09	0.80	0.70	0.13	1.13	0.47	2.20
D18	10 次平均值	71.07	2.56	0.18	6.38	3.98	1.10	13.55
	SD	0.08	0.03	0.00	0.01	0.04	0.01	0.39
	RSD	0.12	1.05	0.68	0.10	0.88	0.58	2.89
D19	10 次平均值	71.20	2.57	0.18	6.39	3.99	1.10	13.68
	SD	0.04	0.02	0.00	0.01	0.05	0.01	0.23
	RSD	0.06	0.91	1.13	0.13	1.36	0.44	1.69
D20	10 次平均值	71.12	2.56	0.18	6.39	3.97	1.10	13.62
	SD	0.05	0.02	0.00	0.01	0.03	0.01	0.27
	RSD	0.07	0.73	1.08	0.09	0.81	0.45	1.98
D21	10 次平均值	71.10	2.57	0.18	6.39	3.99	1.10	13.50
	SD	0.09	0.02	0.00	0.01	0.04	0.00	0.24
	RSD	0.12	0.81	0.94	0.08	1.00	0.34	1.79

D24	10次平均值	71.00	2.56	0.18	6.38	4.00	1.10	13.46
	SD	0.07	0.02	0.00	0.01	0.03	0.01	0.40
	RSD	0.09	0.60	0.83	0.08	0.86	0.43	2.93

上述 8 次平均值的标准偏差和相对标准偏差，准确度和重复性见下表 6。

表 6 八天 10 次平均值的准确度和重复性试验结果 (%)

测试日期	项目	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
	参考值	71.25	2.56	0.18	6.37	3.98	1.10	13.77
D13	10次平均值	71.23	2.57	0.18	6.39	4.00	1.10	13.86
D14	10次平均值	71.24	2.58	0.18	6.38	4.01	1.10	13.58
D17	10次平均值	71.25	2.58	0.18	6.40	4.02	1.11	13.46
D18	10次平均值	71.07	2.56	0.18	6.38	3.98	1.10	13.55
D19	10次平均值	71.20	2.57	0.18	6.39	3.99	1.10	13.68
D20	10次平均值	71.12	2.56	0.18	6.39	3.97	1.10	13.62
D21	10次平均值	71.10	2.57	0.18	6.39	3.99	1.10	13.50
D24	10次平均值	71.00	2.56	0.18	6.38	4.00	1.10	13.46
	平均值	71.15	2.57	0.18	6.39	3.99	1.10	13.59
	SD	0.09	0.01	0.00	0.01	0.02	0.00	0.14
	RSD	0.13	0.36	0.36	0.11	0.37	0.21	1.00

## ■ 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 SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、K<sub>2</sub>O、Na<sub>2</sub>O、CaO、MgO 含量》的要求，将钠钙硅玻璃粉碎后熔融制成玻璃熔片，使用岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪 EDX-7200 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，方法准确度高，稳定性良好，不产生化学污染；同时采用玻璃熔片法能有效消除基体效应、矿物效应及粒度效应对分析结果的影响，能够满足钠钙硅玻璃生产过程的工艺管控要求，是一种快速分析的有效方法。

岛津应用云

