

文章编号: 0254-5357(1999)03-0232-03

X 射线荧光光谱法测定长石的化学成分

袁欣艺

(深圳市福田环保局, 深圳 518048)

湛观秀

(深圳市赛格中康股份有限公司, 深圳 518049)

摘要: 采用粉末压片制样 X 射线荧光光谱仪测定长石的化学组成, 可获高准确度和高精密度的分析结果, 测定值与化学法及推荐值相符, 重复 10 次测定主、微量组分的 RSD < 0.6%, 痕量组分 RSD < 3%。方法简便快捷, 分析时间仅为传统湿法化学分析的 1/8, 满足工艺过程中批次配料需要。

关键词: 粉末压片; X 射线荧光光谱; 长石; 成分

中图分类号: O657.34; P578.968

文献标识码: B

长石在彩色显像管玻璃原材料中用量较大, 一个批量仅能用三天。它主要给玻璃提供 Si、Al、K、Na 等元素, 而其中所含的 Fe、Cr 等杂质是配料时需要限制的元素。过去多采用传统的湿法化学分析, 往往因手续繁琐冗长导致结果上报速度慢, 加上成分变化大和采购批次等原因, 常常不能满足生产的要求。为此作者采用粉末压片法制样, 用 X 射线荧光光谱法测定长石的成分, 缩短了材料分析时间, 满足了批次配料需要。

用 GBW 03116、96272、96296 样压片, 作为压片压力、温度、时间的条件试验样品。用 97-727 样品作研磨粒度的条件试验。测试 96272、96296 长石管理样并与湿化学法对照。

表 1 工作条件

Table 1 Working conditions

项目 item	Fe	Cr	K	Al	Na	Si
分析线 analytical line	K α	K α	K α	K α	K α	K α
U 管/kV	50	50	50	50	50	50
i 管/mA	40	40	45	40	45	45
分析晶体 crystal	LiF 200	LiF 200	LiF 200	PE	PX-1	PE
探测器 detector	FS	FL	FL	FL	FL	FL
t 测量/s	16	24	16	20	16	20

1 试验

1.1 仪器设备

PW1480 X 射线荧光光谱仪, 压片机 60 MPa。

1.2 工作条件

介质 真空, 阳极 钨靶, 照射面积 28 mm²。其它条件见表 1。

1.3 标样选择和样品制备

标样选用国标 GBW 03116 钾长石和 GBW 03134 钠长石以及美国康宁公司提供的 93052、96272、96296 长石管理样。分别称取 4.0g 标样于表面皿中, 加 1~2 滴糊精溶液和几滴蒸馏水混合均匀, 然后放入特制的金属杯中, 在 20 MPa 压力下压制成形, 在 110℃烘 2 h, 取出放入干燥器中备用。

2 结果与讨论

2.1 分析结果

用本方法分析 93052 号管理样, 表 2 列出 10 次

收稿日期: 1998-10-14; 修订日期: 1999-03-01

基金项目: 赛格中康股份公司技术革新项目 97-308 号。

作者简介: 袁欣艺(1959-), 女, 上海市人, 高级工程师, 分析化学专业, 从事环境监测工作。湛观秀, 男, 高级工程师, 工业分析专业, 从事 XRF 的研究分析工作。

分析结果及推荐值(RV)。由结果可见方法准确度及精密密度均好,主次要元素的 RSD< 0.6%,痕量元素的 RSD< 3%。

表2 推荐值与本法结果对照

Table 2 Comparison of recommended values (RV) and XRF analytical results

项目 item	$w_B/10^{-2}$					
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	Cr ₂ O ₃ ①
分 次 测 定	66.39	18.75	0.170	3.58	10.11	4.6
	66.39	18.74	0.171	3.60	10.12	4.4
	66.40	18.72	0.170	3.58	10.13	4.3
	66.37	18.77	0.170	3.61	10.13	4.2
	66.36	18.75	0.172	3.58	10.13	4.2
	66.36	18.75	0.170	3.59	10.15	4.5
	66.36	18.73	0.170	3.59	10.15	4.5
	66.38	18.71	0.169	3.59	10.15	4.4
	66.36	18.72	0.170	3.61	10.17	4.5
	66.39	18.71	0.170	3.60	10.17	4.5
$\bar{x}$	66.38	18.74	0.170	3.59	10.14	4.4
RV	66.26	18.63	0.18	3.69	10.18	4.7
s	0.016	0.020	0.001	0.012	0.019	0.123
RSD/%	0.02	0.11	0.59	0.33	0.20	2.78

① $w_{Cr_2O_3}$ 为 10^{-6} 。

湿化学法和本法测定值也吻合(表3),可见本法可替代湿化学法。

表3 不同方法分析结果对照①

Table 3 Comparison of analytical results by different methods

分析组分 Comp.	$w_B/10^{-2}$					
	96272 长石 feldspar			96296 长石 feldspar		
	RV	WCA	XRF	RV	WCA	XRF
SiO ₂	64.08	64.03	64.12	69.72	69.68	69.76
Al ₂ O ₃	18.37	18.34	18.43	16.41	16.44	16.48
Fe ₂ O ₃	0.19	0.19	0.19	0.10	0.11	0.11
Na ₂ O	2.05	2.01	2.00	4.25	4.20	4.18
K ₂ O	12.40	12.36	12.35	9.38	9.34	9.35
Cr ₂ O ₃ ②	6.1	5.9	5.8	7.3	6.9	7.0

① RV 为推荐值, WCA 为湿化学分析法测定值。

② $w_{Cr_2O_3}$ 为 10^{-6} 。

用本方法分析 1998 年 3 月 17~23 日, 7 天内三个批次的待测样品, 结果列于表 4。

表4 样品分析结果

Table 4 Analytical results of the samples

项目 item	$w_B/10^{-2}$					
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	Cr ₂ O ₃ ①
$\bar{x}_{317}$	64.57	18.74	0.169	3.76	10.9	8.1
$\bar{x}_{320}$	68.11	16.46	0.102	2.57	11.48	3.4
$\bar{x}_{323}$	65.68	17.85	0.193	4.12	10.03	6.7
RSD _{max} /%	0.03	0.14	0.59	0.46	0.48	3.0

① $w_{Cr_2O_3}$ 为 10^{-6} 。

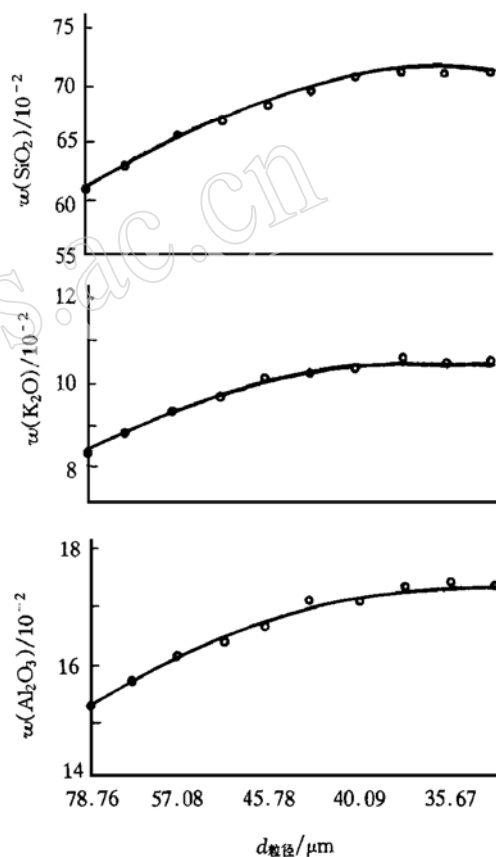


图1 粒度对样品成分分析的影响

Fig. 1 Effect of the sample powder size on composition analysis

2.2 讨论

① 在传统湿化学法中由于手续繁琐, 一个样品全分析需 4 天, 从表 4 中可知, 长石各批号之间成分含量变化较大, 必须依批次调整配方, 否则将直接影响到显像管玻璃产品的质量。现采用 X 射线荧光光谱法, 4 h 即可完成一个试样的测试, 分析时间仅

为采用传统湿法化学分析的 1/8, 可及时给配料程序提供数据。生产实践证明, 依此测试结果配料产品质量稳定。

②粉末压片法制样方法简便, 但粉末样品的粒度对 X 射线荧光强度有较大影响^[1]。图 1 所示随着粒径的减少, 荧光强度增强, 测定值增大。当平均粒径小于 40 μm 后, 随着粒径的减少, 测定值趋于稳定。因此样品研磨平均粒径需在 40 μm 以下, 这样颗粒度效应和非均匀性影响可以忽略。

③压力的大小对制样质量有一定的影响, 压力较低时样品松散、表面光洁度差, 压力过大时样品表面有微裂纹、易碎^[2]。试验证明压力在 20 MPa 时为好。

④长石矿源不同时, 因矿物效应分析结果有差异^[3]。其主要原因是材料的结构不同使得样品表面单位面积所含元素的量发生变化。试验中通过归一法和密度加权平均法可以减少矿物效应。

⑤样品的潮湿和潮解对分析有一定的影响^[4]。样品烘干后在室内自然冷却的测试结果比放入干燥器冷却的测试结果偏低。这是由于样品的待测表面各组分因吸附性不同引起表面变化所致, 因此宜采用干燥器保存备用的方法。

3 参考文献

- [1] 特希昂 R, 克莱斯 F. X 射线荧光定量分析原理[M]. 谢荣厚, 高新华, 高树桢, 等译. 北京: 人民出版社, 1984. 291~303.
- [2] 朱成新. 黑白显像管玻璃成分的 X 射线荧光光谱快速定量分析[J]. 理化检验(化学分册). 1985, 21(6): 339.
- [3] Battey M H. INSTRUMENT ANALYSIS[M]. USA, CORNING INC, 1986. 221~244.
- [4] James T. KINESCOPE GLASS ANALYSIS[M]. USA, CORNING INC, 1990. 550~627.

Chemical Component Analysis of Feldspar by X-ray Fluorescence Spectrometry

YUAN Xin-yi

(Environmental protection Bureau of Shenzhen, Shenzhen 518048, China)

CHEN Guan-xiu

(Shenzhen SEG Zhongkang Co. Ltd., Shenzhen 518049, China)

Abstract: The chemical components of feldspar were analyzed by X-ray fluorescence spectrometry with powder pellet sample preparation method. The results provided by this method are in agreement with certified values and with those provided by classical chemical methods. The precision ($n=10$) of the method is $< 0.6\%$ RSD for major and minor components and $< 3\%$ RSD for trace elements. The method is simple, rapid, accurate and precise. The time consumed per sample is only 1/8 of that by classical chemical methods.

Key words: powder pellet sample preparation method; X-ray fluorescence spectrometry; feldspar; component