

EDX-7200 分析钢渣中的主次成分

EDX-101

摘要：使用岛津 EDX-7200 测定钢渣中 CaO、MgO、SiO₂、FeO、Al₂O₃、Cr₂O₃、MnO、Ni 等主次成分。前处理采用粉末压片法，以准确定值的同一工艺钢渣生产样作为校准样品建立校准曲线，曲线线性良好，准确度和重复性良好，相对标准偏差均在 2.94% 以内。

关键词：EDX-7200 粉末压片 钢渣

技术特点：

- ❖ 生产样准确定值做校准样，回避基体差异的影响，消除系统偏差，适合工业生产分析。
- ❖ 采用粉末压片法具有快速、简单、成本低等优点。

钢渣是炼钢过程中的产物。它由生铁中的硅、锰、磷、硫等杂质在熔炼过程中氧化而成的各种氧化物以及这些氧化物与溶剂反应生成的盐类所组成。根据冶炼方式不同，钢渣分为电炉钢渣、平炉钢渣和转炉钢渣三种。另外，有些企业也将炉外精炼产生的炉渣叫做钢渣。钢渣成分以硅、钙、镁、铝、铁、锰、磷等元素氧化物为主，通过钢渣成分可以监测炼钢工艺及工艺效果，因此，炼钢过程需要实时分析钢渣成分。

钢渣可以作为二次资源综合利用，根据成分不同，钢渣主要有两个二次利用途径，一个是作为冶炼溶剂在本厂循环利用，不但可以代替部分石灰石，且可以从中回收大量的金属铁和其他有用元素；另

一个是作为制造筑路材料、建筑材料或农业肥料的原材料。

目前，国内钢铁厂钢渣成分分析以波长色散 X 射线荧光光谱法为主，本方法尝试采用 EDX 进行了钢渣分析试验。结果显示，钢渣中主次成分分析的准确度和重复性均能达到预期效果。

粉末压片 X 荧光光谱法具有快速、简单、成本低等优点，但是粉末压片法存在颗粒度、矿物结果等基体差异对分析结果的影响，成分分析时需要考虑标准样品与未知样品的一致性。本实验通过其他分析方法将同一生产工艺样品准确定值，作为校准样品建立校准曲线，保证校准样品与实际生产样品的一致性，从而使分析结果相对准确可靠。

■ 实验部分

1.1 仪器

- X 射线荧光光谱仪：EDX-7200；
- 振动磨：ZHM-1 型；
- 压样机：ZHY-401B 型。

1.2 分析条件

- 靶材：Rh
- 光管电压：15-50 kV
- 光管电流：0-1000 μA 自动
- 氛围：真空
- 准直器：10 mm
- 滤光片：3#, None
- 积分时间：2×200 s

1.3 样品前处理

设定压力 30 T、稳压时间 30 s，采用硼酸衬底模式进行粉样压片，编号备用。制备好的样片要保持清洁，并尽早测试，测试前用洗耳球吹扫表面。



图 1 EDX-7200

■ 结果与讨论

2.1 校准样的选择

采用同一生产工艺下的钢渣生产样品，使用波长色散 X 射线荧光光谱仪玻璃熔片法制样分析的结果作为建立工作曲线的校准样。

表 1 校准样含量表 (%)

校准样	CaO	MgO	SiO ₂	FeO	Cr ₂ O ₃	MnO	Al ₂ O ₃	Ni
GZ-1	57.02	5.00	29.91	0.21	0.20	0.75	2.91	0.0032
GZ-2	61.88	4.94	24.13	0.13	0.14	0.23	2.00	0.0033
GZ-3	60.6	3.35	29.82	0.15	0.15	0.46	1.10	0.0028
GZ-4	58.16	3.92	32.10	0.244	0.175	0.671	1.47	0.0030
GZ-5	59.61	3.95	29.85	0.19	0.16	0.52	1.41	0.0034

2.2 校准曲线

采用 2.1 的校准样品，按 1.3 的样品前处理方法制备样品，将制备好的样品按照仪器操作要求，按 1.2 的条件进行元素强度测定，依据元素荧光强度与浓度的对应关系完成曲线校准计算，元素校准曲线见图 2。

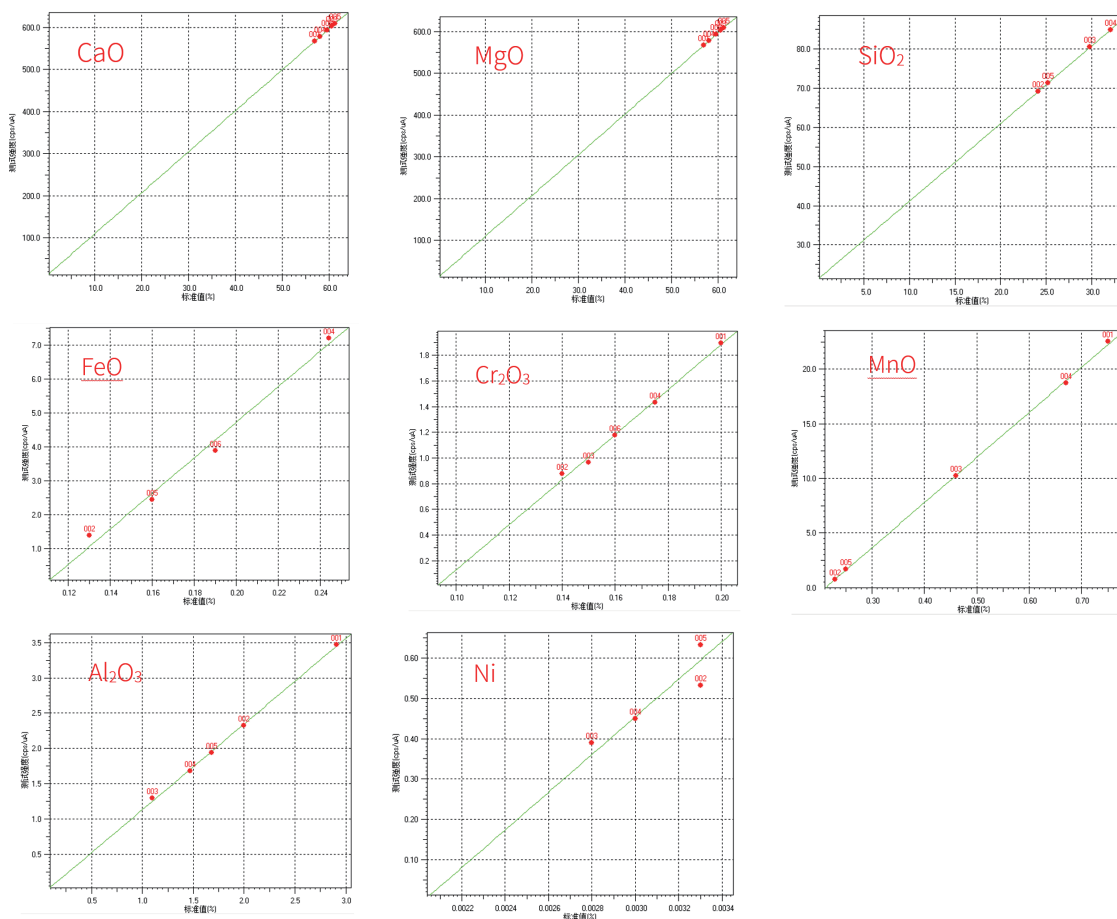


图 2 元素校准曲线

2.3 重复性测试

任意选取一个钢渣样品，按 1.3 样品前处理方法压片，连续测定十次，相对标准偏差在 2.94% 以内。

表 2 重复性结果 (%)

项目	CaO	MgO	SiO ₂	FeO	Cr ₂ O ₃	MnO	Al ₂ O ₃	Ni
平均值	60.63	3.33	29.84	0.17	0.15	0.46	1.13	0.0030
SD	0.020	0.020	0.030	0.001	0.001	0.001	0.010	0.0001
C.V.	0.04	0.68	0.10	0.11	0.21	0.12	0.53	2.94

2.4 准确性测试

使用实际生产钢渣样品，按 1.3 样品前处理方法压片，进行对照分析，分析结果与波长型 X 射线荧光光谱仪玻璃熔片法分析结果接近，最大偏差在 0.13% 以内。

表 3 准确性结果 (%)

项目	CaO	MgO	SiO ₂	FeO	Cr ₂ O ₃	MnO	Al ₂ O ₃	Ni
测试值	61.33	4.26	25.20	0.16	0.20	0.25	1.67	0.0033
参考值	61.37	4.39	25.20	0.16	0.20	0.25	1.68	0.0033
R	0.04	0.13	0.00	0.00	0.00	0.00	0.01	0.00

说明：1) $R = |\text{测试值} - \text{参考值}|$;

2) 参考值为波长型 X 射线荧光光谱仪采用玻璃熔片法制样分析结果。

■ 结论

本方法采用岛津 EDX-7200 测定钢渣中主次成分，采用粉末压片法制样，方法快速、简单，使用同一工艺钢渣生产样品准确定值后作为校准样建立校准曲线，曲线线性良好，方法精度良好，测定结果与波长色散 X 射线荧光光谱仪采用玻璃熔片法制样分析结果接近，能够满足炼钢生产工艺分析的需求。

岛津应用云

