

# EDX-7200 测定锰硅合金中锰、硅、磷和铁含量

EDX-108

**摘要：**以化学法定值的质量控制样品为制作曲线用校准样，采用压片法制备锰硅合金样品，利用 EDX-7200 测定元素荧光强度，以含量和荧光强度的对应关系建立校准曲线，各元素校准曲线线性良好。参照 GB/T 5686.9—2023 对方法精密度的考察，结果符合要求；与化学分析对比结果满足标准要求。

**关键词：**锰硅合金 EDX 粉末压片

## 技术特点：

- ❖ 采用粉末压片法制样，相对于 GB/T 5686.9—2023 提供的熔融制样法快速简单。
- ❖ 采用生产过程样制备质量控制样品，降低了基体差异对分析结果的影响。

锰硅合金是由锰、硅、铁及少量碳和其它元素组成的合金，是一种用途较广、产量较大的铁合金。锰硅合金是炼钢常用的复合脱氧剂，又是生产中低碳锰铁和电硅热法生产金属锰的还原剂。锰硅合金不仅是炼钢过程中的脱氧剂还是钢中合金元素的添加剂，几乎所有钢种的冶炼都要用到锰硅合金。锰硅合金常规检测碳、硅、锰、磷和硫五大元素，碳和硫一般用红外碳硫仪检测，锰、硅和磷用 X 射线荧光光谱法或化学法。X 射线荧光光谱法具有快速简单精度好等特点，已被广泛应用于锰硅合金成分检测，标准 GB/T 5686.9—2023 《锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰

锰、硅、磷和铁含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法（熔铸玻璃片法）》给出了波长色散 X 射线荧光光谱熔融法测定锰硅合金中锰、硅、磷和铁的分析方法，标准给出的熔铸玻璃片法适用范围广、分析结果准确，但操作过程相对繁琐，为了使方法更为快速简便，我们使用能量色散型 X 射线荧光光谱仪采用粉末压片法进行了锰硅合金分析实验，分析结果满足标准要求。

本研究采用能量色散 X 射线荧光光谱仪 (EDXRF) 结合粉末压片法，优化了检测流程，并确保分析精度符合标准要求。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器及试剂

X 射线荧光光谱仪：EDX-7200 型；  
压片机：ZHY-601B 型；  
塑料环：压片专用；

### 1.2 光谱仪工作条件

|                 |                 |
|-----------------|-----------------|
| 氛 围：真空          | 准 直 器：10 mm     |
| 靶 材：Rh          | 滤 光 片：None      |
| 电 压：15 kV、50 kV | 电 流：Auto        |
| D T：30%         | 分 析 时 间：100 s*2 |

### 1.3 样品前处理

将塑料环置于擦净的专用压样机压头上，取适量研磨至一定粒度的样品放置于塑料环中央，使样品充满塑料环，并用样勺压平。启动压样机，设定压样时间 20 s、压力 300 kN，将放好试样的压头置于压样机活塞上，确认压样机上臂关合到位，按启动键，压样机自动完成压样过程，取下压头及样片，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。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 校准样品选择

市售锰硅合金标准样品来源于不同冶炼工艺，基体差异较大，样品的矿物结构会影响元素荧光X射线的强度，导致分析结果受到影响。为了解决矿物结构对分析结果的影响问题，我们采用生产工艺相近的生产样品，用化学分析方法定值制作质量控制样品，以质量控制样品为校准标样建立校准曲线，各组分含量见表1。

表1 质量控制样品含量表 (%)

| Standard | Si    | Mn    | P     | Fe    |
|----------|-------|-------|-------|-------|
| SM-1     | 16.07 | 66.60 | 0.200 | 14.23 |
| SM-2     | 15.70 | 62.93 | 0.268 | 17.61 |
| SM-3     | 16.64 | 66.49 | 0.183 | 13.97 |
| SM-4     | 15.53 | 64.31 | 0.251 | 16.16 |
| SM-5     | 16.03 | 63.15 | 0.235 | 17.14 |
| SM-6     | 15.40 | 68.55 | 0.212 | 13.06 |
| SM-7     | 19.31 | 65.97 | 0.133 | 12.47 |
| SM-8     | 18.81 | 65.38 | 0.100 | 13.40 |

### 2.2 校准曲线

采用表1所列样品，按1.3样品前处理方法制备成样片，按1.2确定的测定条件测定各元素荧光强度，以组分浓度与元素荧光强度的对应关系建立校准曲线。FeK $\alpha$ 受到MnK $\beta$ 重叠影响，铁元素使用锰元素进行重叠校正，其余元素采用未经基体校正的一次曲线，各组分校准曲线见图1。

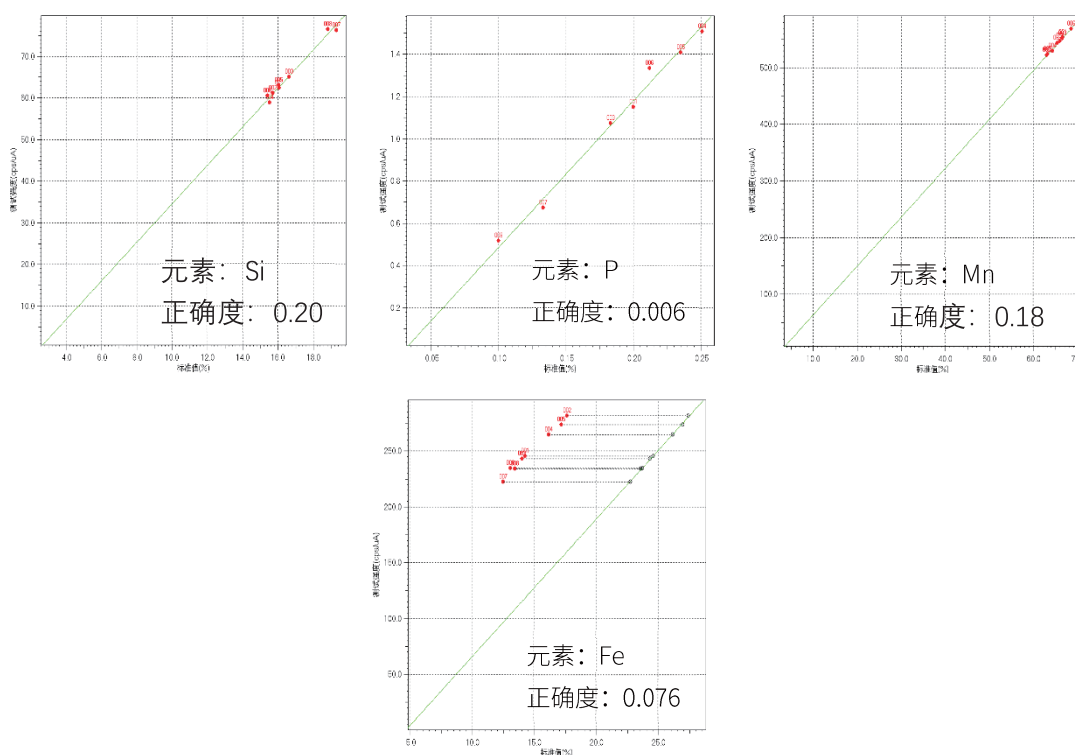


图1 各组分校准曲线

### 2.3 精密度检验

任意选取 2 个样品进行实验，按 1.3 样品前处理方法制备样片，每个样品测量 10 次，对两组数据进行统计。依据 GB/T 6379.6—2009《测量方法与结果的准确度 第 6 部分：准确度值的实际应用》并参考 GB/T 5686.9—2023《锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 锰、硅、磷和铁含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法（熔铸玻璃片法）》对分析结果进行判定，10 次分析结果的极差小于标准规定的重复性限 1.61 倍（按照 GB/T 6379.6—2009 临界极差系数计算所得），表明分析结果之间没有显著性差异。结果见表 2、表 3。

表 2 样品 1 测量结果 (%)

| 测量次数  | Si    | P     | Mn    | Fe    |
|-------|-------|-------|-------|-------|
| 1     | 19.11 | 0.106 | 65.59 | 13.44 |
| 2     | 19.07 | 0.102 | 65.63 | 13.43 |
| 3     | 19.03 | 0.107 | 65.63 | 13.42 |
| 4     | 19.10 | 0.106 | 65.57 | 13.42 |
| 5     | 19.12 | 0.103 | 65.61 | 13.43 |
| 6     | 19.09 | 0.106 | 65.60 | 13.42 |
| 7     | 19.10 | 0.104 | 65.63 | 13.43 |
| 8     | 19.12 | 0.104 | 65.60 | 13.42 |
| 9     | 19.10 | 0.106 | 65.60 | 13.43 |
| 10    | 19.07 | 0.107 | 65.59 | 13.42 |
| 平均值   | 19.09 | 0.105 | 65.60 | 13.42 |
| 极差    | 0.09  | 0.005 | 0.06  | 0.02  |
| 1.61r | 0.25  | 0.008 | 0.38  | 0.15  |
| 判定    | OK    | OK    | OK    | OK    |

表 3 样品 2 测量结果 (%)

| 测量次数  | Si    | P     | Mn    | Fe    |
|-------|-------|-------|-------|-------|
| 1     | 16.05 | 0.196 | 66.78 | 14.21 |
| 2     | 16.05 | 0.197 | 66.78 | 14.20 |
| 3     | 16.07 | 0.196 | 66.77 | 14.20 |
| 4     | 16.05 | 0.194 | 66.79 | 14.21 |
| 5     | 16.09 | 0.197 | 66.80 | 14.21 |
| 6     | 16.05 | 0.195 | 66.81 | 14.20 |
| 7     | 16.07 | 0.193 | 66.80 | 14.22 |
| 8     | 16.07 | 0.198 | 66.78 | 14.20 |
| 9     | 16.07 | 0.190 | 66.77 | 14.21 |
| 10    | 16.07 | 0.193 | 66.80 | 14.21 |
| 平均值   | 16.06 | 0.19  | 66.79 | 14.21 |
| 极差    | 0.04  | 0.008 | 0.04  | 0.02  |
| 1.61r | 0.22  | 0.011 | 0.39  | 0.16  |
| 判定    | OK    | OK    | OK    | OK    |

## 2.4 准确度验证

选取一个未知样品验证方法的准确度，按 1.3 所述方法制备分析样片，使用 2.2 建立的校准曲线测量样片，将测量结果与化学分析值进行比较，依据 GB/T 6379.6—2009《测量方法与结果的准确度 第 6 部分：准确度值的实际应用》并参考 GB/T 5686.9—2023《锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 锰、硅、磷和铁含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法（熔铸玻璃片法）》对分析结果进行判定，测量值与参考值的差值满足标准要求，结果见表 4。

表 4 准确度验证结果

| 项目                 | Si    | P     | Mn    | Fe    |
|--------------------|-------|-------|-------|-------|
| 参考值                | 15.70 | 0.268 | 62.93 | 17.61 |
| 测量值                | 15.78 | 0.261 | 63.08 | 17.72 |
| 偏差                 | 0.08  | 0.007 | 0.15  | 0.11  |
| CD <sub>0.95</sub> | 0.31  | 0.012 | 0.46  | 0.18  |

注：表中 CD<sub>0.95</sub> 为  $R/\sqrt{2}$ ，此处忽略参照值不确定度的影响。

## ■ 结论

利用岛津 EDX-7200 采用粉末压片法分析锰硅合金，具有分析速度快、分析精度高等特点。采用同一生产工艺的质量控制样品建立校准曲线，降低了基体差异对分析结果的影响，分析结果的准确度满足标准 GB/T 5686.9—2023《锰铁、锰硅合金、氮化锰铁和金属锰 锰、硅、磷和铁含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法（熔铸玻璃片法）》。本方法可用于锰硅合金中锰、硅、磷和铁的快速分析。

岛津应用云

