

# X 射线荧光光谱法分析生铁中多元素

## MXF-013

**摘要:** 生铁试样用砂轮、砂带机研磨后,用 X 射线荧光光谱法分析样品中的 Pb、As、Zn、Cu、Mn、V、Ti、S、P、Si 等元素。用此方法分析生铁标准样品,分析结果与标准值在允许误差范围内,能满足此类试样日常检测的需求。

**关键词:** X 射线荧光光谱 生铁 多元素

生铁是含碳量大于 2% 的铁碳合金,工业生铁含碳量一般在 2.5%~4.0%,根据生铁里碳存在形态的不同,又可分为炼钢生铁、铸造生铁和球墨铸铁等几种。生铁中除铁外,还含有 C、Si、Mn、P、S、Ti 等元素,同样,原料中伴生的 Pb、As、Zn、Cu、V 等微量元素也会部分残留到生铁中。随着钢铁工业冶炼工艺的发展以及环保的要求,除了分析生铁中常见元素 C、Si、Mn、P、S、Ti 之外,还要求对微量元素 Pb、As、Zn、Cu、V 等进行分析检测。传统的化学分析方

法已经无法满足快节奏生产的需求。波长色散 X 射线荧光光谱法可以准确分析生铁中常见元素,同时对微量元素的分析也可以部分满足生产工艺的要求,因此,现代化钢铁厂普遍采用波长色散 X 射线荧光光谱法进行生铁成分分析。本文介绍用日本岛津 MXF-N3 plus 多道同时型 X 射线荧光光谱仪,对生铁中 Pb、As、Zn、Cu、Mn、V、Ti、S、P、Si 等元素的分析方法,经实验验证,该方法简单快速、准确可靠、方便可行。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

X 射线荧光光谱仪: 日本岛津 MXF-N3 plus 多道同时型;

砂带磨样机: 南京和澳 MY-200 型, 80 目 (180 $\mu$ m) ZrO<sub>2</sub> 砂带。

### 1.2 分析条件

仪器工作条件见表 1。



表 1 仪器工作条件

元素	分析谱线	电压 /KV	电流 /mA	分光晶体	探测器	PHD	2 $\theta$ /°	测量时间 /s
Pb	L $\beta$	40	70	LiF	Ar Multitron	20-105	28.26	40
As	K $\beta$	40	70	LiF	Kr Multitron	20-100	30.45	40
Zn	K $\alpha$	40	70	LiF	Ar Multitron	25-100	41.80	40
Cu	K $\alpha$	40	70	LiF	Ar Multitron	25-100	45.03	40
Mn	K $\alpha$	40	70	LiF	Ar Multitron	20-105	62.37	40
V	K $\alpha$	40	70	LiF	Ar Exatron	15-110	76.94	40
Ti	K $\alpha$	40	70	LiF	Ar Exatron	15-115	86.19	40
S	K $\alpha$	40	70	NaCl	Ne Exatron(Be)	25-115	144.61	40
P	K $\alpha$	40	70	Ge	Ne Exatron(Be)	25-110	141.03	40
Si	K $\alpha$	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	30-115	108.98	40

## ■ 样品前处理

按磨样机操作规程研磨样品的分析面，制备好的样品请参照图 1。

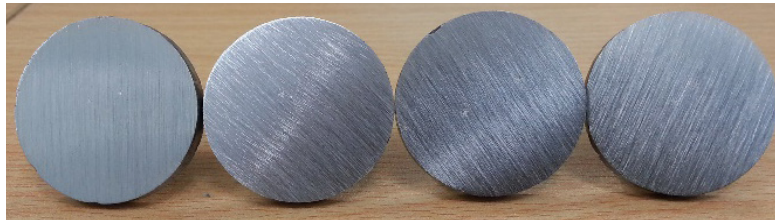


图 1 制备好的样品

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准样品

实验中使用的标准样品及化学值见表 2：

表 2 标准样品及化学值 (单位：%)

	Pb	As	Zn	Cu	Mn	V	Ti	S	P	Si
KY-3					0.21		0.076	0.034	0.065	0.43
KY-4					0.13		0.116	0.205	0.073	2.21
KY-5					0.18		0.166	0.043	0.067	1.81
KY-7					0.15		0.129	0.082	0.062	1.36
KY-9					0.12		0.023	0.092	0.066	0.28
KY-12					0.11		0.011	0.107	0.046	0.16
KY-13					0.10		0.045	0.066	0.061	0.36
KY-15					0.23		0.11	0.023	0.053	0.74
KY-16					0.21		0.128	0.034	0.063	1.09
ST01-12		0.001		0.01	0.01	0.001	0.001	0.0028	0.001	0.001
ST02-12				0.05	0.21	0.39	0.02	0.004	0.001	0.60
ST03-12		0.016		0.71	0.70	0.020	0.10	0.009	0.001	0.42
ST04-12		0.032		0.11	1.93		0.28	0.015	0.009	0.05
ST05-12		0.062		0.40	1.61	0.30	0.01	0.001	0.014	0.24
ST06-12		0.087		0.50	1.28	0.054	0.053	0.0014	0.048	0.33
ST07-12				0.19	0.96	0.11	0.21	0.027	0.035	0.27
ST08-12				0.29	0.50	0.16	0.16	0.023	0.028	0.17
ST09-12				0.14	0.30	0.21		0.0007	0.020	0.19
ST10-12				0.07	0.10	0.50		0.022	0.006	0.10
1-11-9b			0.014	0.20	0.13	0.11		0.005	0.026	3.31
2-11-9b			0.002	0.06	0.55	0.21	0.007	0.001	0.014	3.23
3-11-9b			0.015	0.01	0.46		0.33	0.026	0.035	2.31
4-11-9b	0.001				0.75	0.24		0.008	0.019	2.84
5-11-9b	0.007		0.029		0.25		0.18	0.020	0.040	2.42

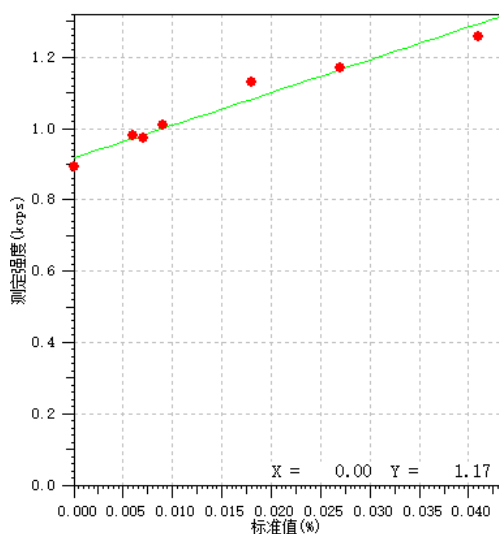
6-11-9b	0.009		0.33	0.35	0.15	0.063	0.045	0.094	1.65
7-11-9b	0.006	0.044	0.12	0.29	0.051	0.10	0.025	0.075	1.96
8-11-9b	0.041		0.53	0.18			0.035	0.049	3.03
9-11-9b	0.027			0.94	0.34		0.012	0.004	2.68
10-11-9b	0.018		0.44	0.02	0.001		0.009	0.009	2.56

### 3.2 试验方法

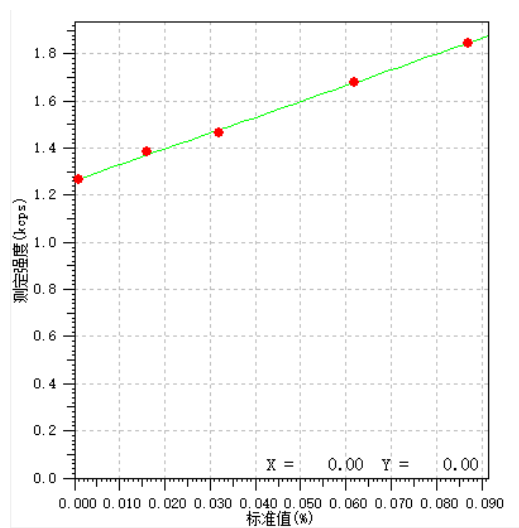
将研磨好的样品放入荧光仪试样盒内按仪器工作条件测定荧光强度。

### 3.3 工作曲线

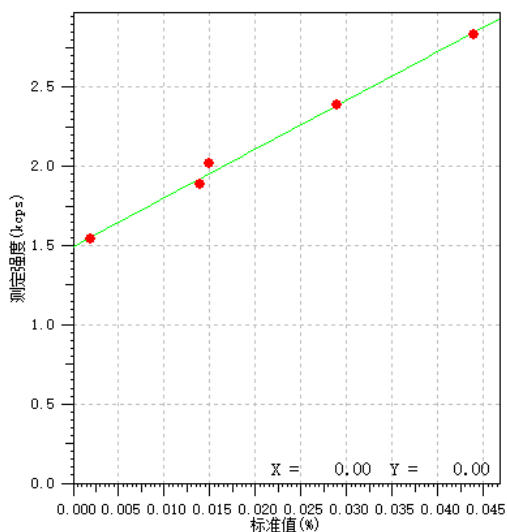
用选定标样按本方法条件建立工作曲线，曲线线性良好，主要元素工作曲线见下图：



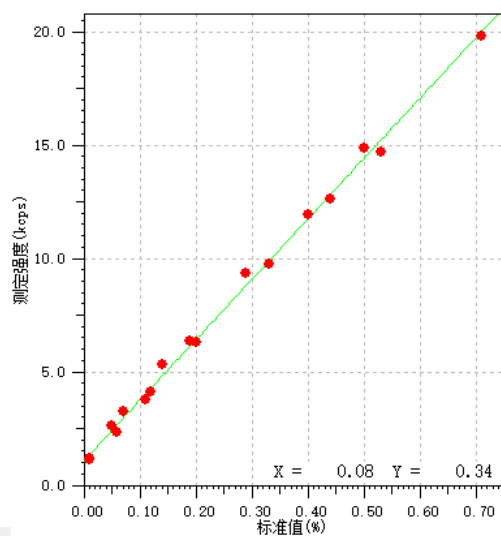
Pb 元素工作曲线



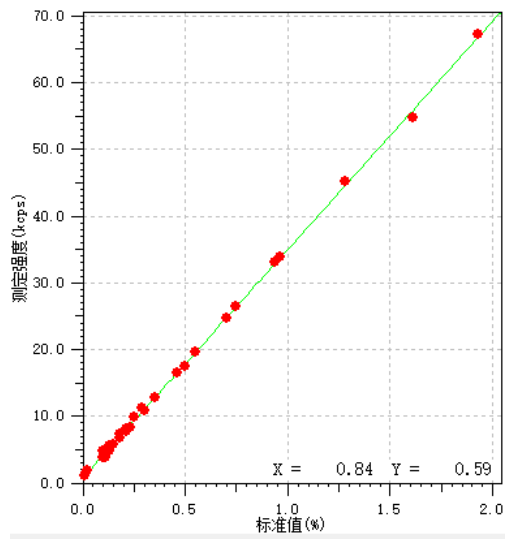
As 元素工作曲线



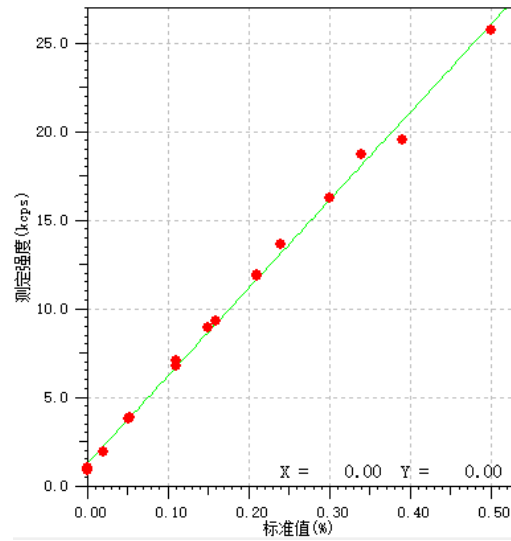
Zn 元素工作曲线



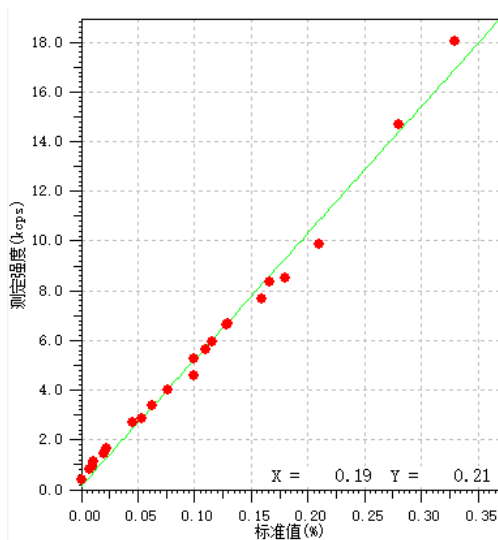
Cu 元素工作曲线



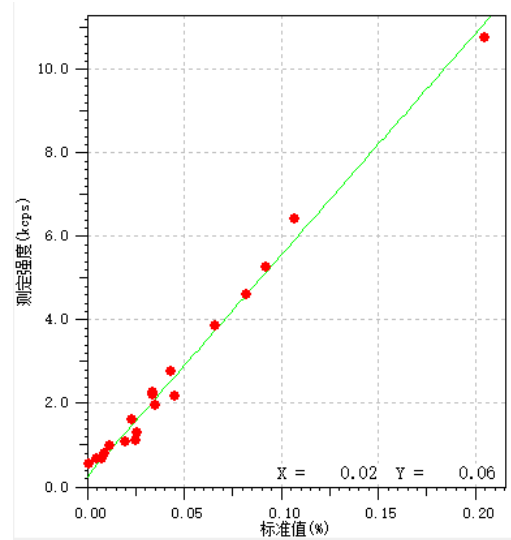
Mn 元素工作曲线



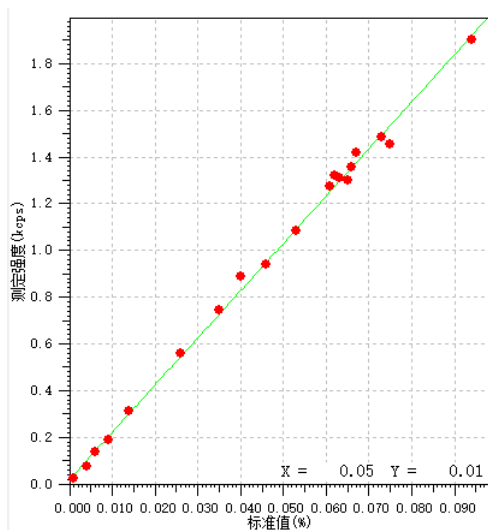
V 元素工作曲线



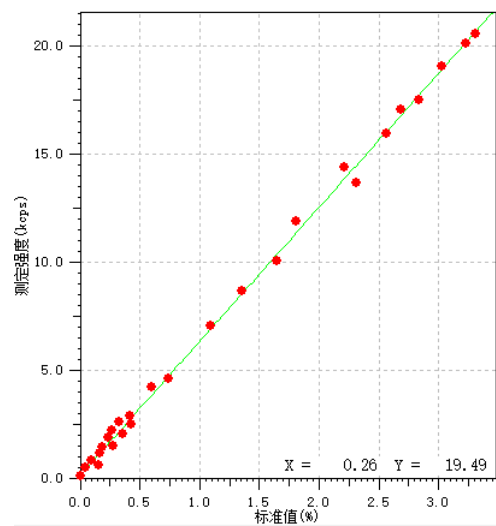
Ti 元素工作曲线



S 元素工作曲线



P 元素工作曲线



Si 元素工作曲线

### 3.4 精度结果

选用标样 ST04-12、7-11-9b、8-11-9b 作为验证样，连续测试 10 次，统计标准偏差和相对标准偏差，见表 3、表 4、表 5：

表 3 ST04-12 精度试验结果 (%)

序号	As	Cu	Mn	Ti	S	P	Si
N=1	0.0296	0.1028	1.9485	0.2953	0.0133	0.0101	0.0524
N=2	0.0295	0.1029	1.9492	0.2938	0.0134	0.0098	0.0514
N=3	0.0306	0.1028	1.9487	0.2951	0.0134	0.0099	0.0523
N=4	0.0303	0.1038	1.9471	0.2953	0.0132	0.0101	0.0525
N=5	0.0300	0.1031	1.9493	0.2941	0.0132	0.0102	0.0513
N=6	0.0298	0.1038	1.9479	0.2949	0.0134	0.0100	0.0531
N=7	0.0308	0.1036	1.9472	0.2939	0.0136	0.0103	0.0533
N=8	0.0308	0.1038	1.9483	0.2946	0.0134	0.0102	0.0526
N=9	0.0294	0.1032	1.9472	0.2951	0.0134	0.0101	0.0525
N=10	0.0297	0.1034	1.9465	0.2950	0.0135	0.0101	0.0543
AVE	0.0301	0.1033	1.9480	0.2947	0.0134	0.0101	0.0526
SD	0.0005	0.0004	0.0010	0.0006	0.0001	0.0001	0.0009
RSD	1.7904	0.4024	0.0493	0.1955	0.9187	1.4640	1.6657

表 4 7-11-9b 精度试验结果 (%)

序号	Pb	Zn	Cu	Mn	V	Ti	S	P	Si
N=1	0.0055	0.044	0.1111	0.2969	0.0524	0.1022	0.0234	0.0722	1.9419
N=2	0.0055	0.0443	0.1106	0.2972	0.0526	0.1030	0.0230	0.0724	1.9497
N=3	0.0052	0.0443	0.1113	0.2969	0.0526	0.1024	0.0233	0.0731	1.9385
N=4	0.0046	0.0443	0.1107	0.2966	0.0525	0.1030	0.0230	0.0724	1.9432
N=5	0.0052	0.0437	0.1111	0.2964	0.0524	0.1026	0.0231	0.0725	1.9474
N=6	0.0044	0.0443	0.1109	0.2959	0.0526	0.1024	0.0231	0.0719	1.9419
N=7	0.0055	0.0438	0.1113	0.2967	0.0525	0.1028	0.0233	0.0720	1.9389
N=8	0.0052	0.0443	0.1108	0.2967	0.0521	0.1035	0.0230	0.0721	1.9453
N=9	0.0055	0.0442	0.1105	0.2966	0.0523	0.1022	0.0231	0.0720	1.9448
N=10	0.0056	0.0442	0.1106	0.2959	0.0527	0.1025	0.0232	0.0718	1.9410
AVE	0.0052	0.0441	0.1109	0.2966	0.0525	0.1027	0.0232	0.0722	1.9433
SD	0.0004	0.0002	0.0003	0.0004	0.0002	0.0004	0.0001	0.0004	0.0036
RSD	7.8624	0.5144	0.2670	0.1411	0.3368	0.4035	0.6193	0.5269	0.1844

表 5 8-11-9b 精度试验结果 (%)

序号	Pb	Cu	Mn	S	P	Si
N=1	0.0408	0.5127	0.1822	0.0321	0.0503	3.0535
N=2	0.0413	0.5123	0.1822	0.0319	0.0501	3.0542
N=3	0.0423	0.5129	0.1816	0.0317	0.0504	3.0483
N=4	0.0413	0.5127	0.1814	0.0319	0.0505	3.0506
N=5	0.0419	0.5140	0.1815	0.0319	0.0505	3.0468
N=6	0.0411	0.5132	0.1814	0.0317	0.0501	3.0574
N=7	0.0417	0.5130	0.1820	0.0319	0.0503	3.0527
N=8	0.0413	0.5133	0.1820	0.0321	0.0510	3.0534
N=9	0.0409	0.5136	0.1819	0.0319	0.0507	3.0492
N=10	0.0418	0.5130	0.1810	0.0319	0.0507	3.0467
AVE	0.0414	0.5131	0.1817	0.0319	0.0505	3.0513
SD	0.0005	0.0005	0.0004	0.0001	0.0003	0.0035
RSD	1.1444	0.0946	0.2198	0.4180	0.5621	0.1157

### 3.5 准确度结果

选取标样 ST04-12、7-11-9b、8-11-9b，测定 2 次取平均值，参照 GB/T223 系列标准中的规定，验证准确度，部分统计结果见表 6：

表 6 方法准确度试验结果 (%)

数据来源	Pb	As	Zn	Cu	Mn	V	Ti	S	P	Si
标准值	0.041	0.032	0.044	0.53	0.18	0.051	0.28	0.035	0.049	3.03
测定值	0.04105	0.02955	0.04415	0.5125	0.1822	0.0525	0.29455	0.032	0.0502	3.0538
误差	0.00005	0.00245	0.0015	0.0175	0.0022	0.0015	0.01455	0.003	0.0012	0.0238
重复性限		0.0039	0.0040	0.0146	0.0061	0.0040	0.0105	0.0040	0.0027	0.0436
再现性限		0.0058	0.0101	0.0305	0.0106	0.0087	0.0325	0.0055	0.0055	0.0484
允许差	0.005	0.0036	0.0069	0.0203	0.0068	0.0058	0.0224	0.0033	0.0036	0.0264
判定	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK

## ■ 结论

使用岛津 MXF-N3 plus 多道同时型 X 射线荧光光谱仪，生铁样品经 80 目砂带研磨，工作曲线线性良好，方法精密度高，准确度好，可作为生铁样品分析的一种有效、可靠的检测手段。

岛津应用云

