

粉末压片 -X 射线荧光光谱法测定烧结矿中主次组分

MXF-015

摘要： 本文将自制的烧结矿控制样品用粉末压片法制样，使用岛津 MXF-N3 Plus 多道同时 X 射线荧光光谱仪测量元素荧光 X 射线强度，建立 TFe、SiO₂、Al₂O₃、CaO、MgO、MnO、P、TiO₂、S 等主次组分的校准曲线，实现对烧结矿中主次组分的 X 射线荧光光谱分析。用此方法分析烧结矿样品，分析结果与化学值在允许误差范围内，能满足此类样品炉前快速分析的需要。

关键词： 粉末压片法 X 射线荧光光谱法 烧结矿 主次组分

烧结矿是将含铁粉状料或细粒料与燃料、熔剂按比例配料，进行高温加热，在不完全熔化的条件下烧结后得到的具有一定强度的多孔块状产品。烧结是一种人造富矿的生产过程，烧结矿具有化学成分稳定、粒度均匀、还原性好、冶金性能高等优点，同时可去除有害杂质，有效利用工业生产的废弃物。

《GB/T6730.62-2005 铁矿石 钙、硅、镁、钛、磷、锰、铝和钡含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法》、《SN/T0832-1999 进出口铁矿中铁、硅、钙、锰、铝、

钛、镁和磷的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法》规定了使用玻璃熔片 -X 射线荧光光谱法分析铁矿石的方法，但采用国标玻璃熔片法在实验室炉前分析烧结矿时，有操作繁琐，分析时间长等缺点。

本文使用岛津 MXF-N3 Plus 型 X 射线荧光光谱仪，粉末压片法制备样品，同时参考国标中的分析条件，建立了烧结矿中主次组分的测定方法。经实验验证，使用本方法分析相同工艺的烧结矿样品，简单快速、准确可靠、方便可行。

■ 实验部分

1.1 仪器和设备

X 射线荧光光谱仪：岛津 MXF-N3 Plus 型，配备烧结矿分析需要的 Fe、Mn、Ti、Ca、S、P、Si、Al、Mg 等固定通道；

压片机：ZHY-601A 型，北京众合创业科技发展有限公司；

干燥箱：101-1 型电热鼓风干燥箱，北京科伟永兴仪器有限公司；

塑料环：φ40mm。

1.2 分析条件

各组分的分析条件见表 1：



表 1 各组分的分析条件

元素	分析谱线	电压 /KV	电流 /mA	分光晶体	探测器	PHD	2θ/°	测量时间 /s
Fe	Kα	40	70	LiF	Ar Multitron	10-175	57.54	40
SiO ₂	Kα	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	20-130	108.98	40
Al ₂ O ₃	Kα	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	30-135	144.57	40
CaO	Kα	40	70	LiF	Ne Multitron	25-110	113.17	40
MgO	Kα	40	70	TAP	Ne Exatron(Al)	30-130	45.19	40
MnO	Kα	40	70	LiF	Ar Multitron	15-105	62.97	40
P	Kα	40	70	Ge	Ne Exatron(Be)	20-105	141.03	40
TiO ₂	Kα	40	70	LiF	Ar Exatron	15-100	86.19	40
S	Kα	40	70	NaCl	Ne Exatron(Be)	25-125	144.61	40

■ 样品前处理

样品研磨过 200 目 (74 μ m) 筛, 在 105 \pm 5 $^{\circ}$ C 烘干 2 小时, 放至干燥器中冷却至室温。按照粉末压片机操作规程, 30T 压力, 保持 15s 后取出压制成型的塑料环压片, 保存在干燥器中。

■ 结果与讨论

3.1 标准样品

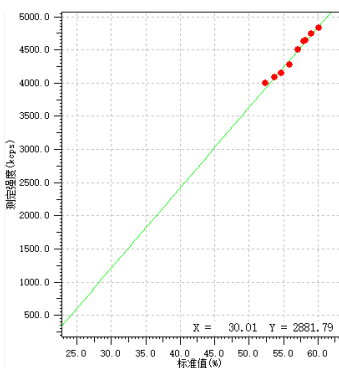
使用生产样品化学分析定值, 自制多块控制样品, 各自制标样的含量如表 2。

表 2 标准样品的化学值 (单位: %)

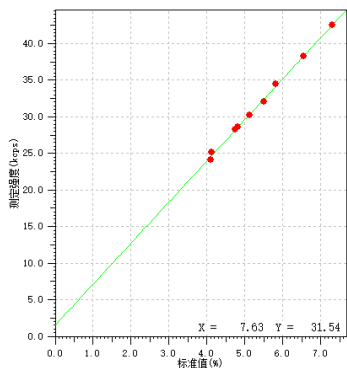
编号	Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	P	MnO	S	TiO ₂
1	58.01	4.81	1.60	8.68	2.32	0.032	0.21	0.020	0.24
2	59.03	4.10	1.43	8.43	1.83	0.036	0.20	0.016	0.16
3	60.11	4.12	1.31	7.82	1.33	0.027	0.16	0.016	0.17
4	54.72	5.82	1.53	12.53	1.80	0.031	0.21	0.040	0.13
5	52.38	7.30	2.82	12.17	2.71	0.043	0.21	0.031	0.29
6	57.12	5.12	1.63	9.40	2.72	0.029	0.22	0.033	0.23
7	55.90	5.51	1.51	11.80	1.42	0.028	0.18	0.024	0.12
8	58.20	4.76	1.65	8.71	1.98	0.034	0.28	0.023	0.19
9	53.73	6.56	2.18	12.3	2.26	0.037	0.21	0.034	0.21

3.2 工作曲线的制作

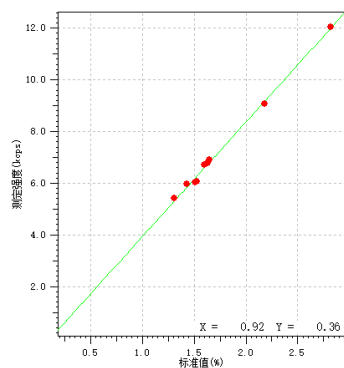
使用表 1 中的分析条件测定各标准样品中被测元素的强度, 用强度和表 2 中的化学值制作工作曲线, 曲线线性良好。如下图:



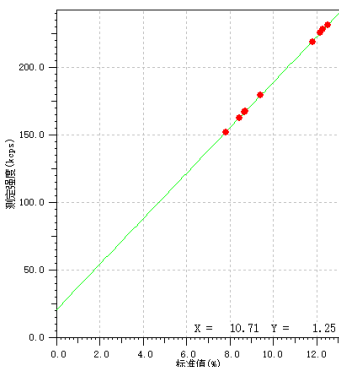
TFe 工作曲线



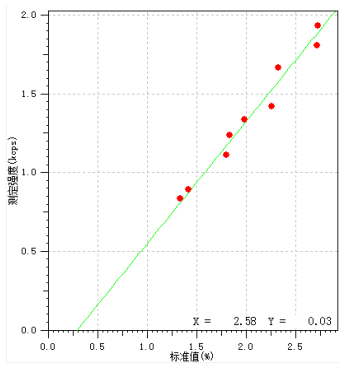
SiO₂ 工作曲线



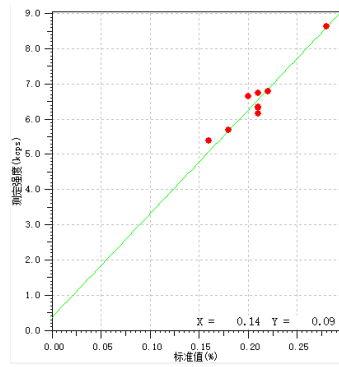
Al₂O₃ 工作曲线



CaO 工作曲线



MgO 工作曲线



MnO 元素工作曲线

3.4 准确度验证

试验结果与标准值及参照 GB/T 6730.62-2005 和 SN/T0832-1999 及 GB/T 6730.61-2005 中的重复性限和再现性限规定计算允许差，验证准确度，统计结果见表 5。

表 5 2# 自制标样分析结果的准确度判定 (单位: %)

项目	TFe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	P	TiO ₂	S
AVE	59.12	4.04	1.43	8.41	1.87	0.20	0.039	0.176	0.017
化学值	59.03	4.10	1.43	8.43	1.83	0.20	0.036	0.16	0.016
允许差	0.149	0.089	0.031	0.075	0.077	0.010	0.004	0.017	0.004
判定	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，粉末压片法分析烧结矿样品，工作曲线线性良好，方法精密度高，可在炉前分析时作为烧结矿主次要元素分析的快速、准确、可靠的检测手段。

岛津应用云

