

# 粉末压片 -X 射线荧光光谱法测定铁矿石中 铁元素

MXF-024

**摘要：** 本文将自制的铁矿石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 元素校准曲线，实现对铁矿石中铁元素的 X 射线荧光光谱分析。此法分析铁矿石样品，荧光分析值与化学值对比能够达到  $\pm 0.30$  以内，满足矿山开采过程中快速分析的需求。

**关键词：** 粉末压片 X 射线荧光光谱 铁矿石 铁元素

铁在自然界中多以化合物的状态存在，尤其是以氧化铁的状态存在的量特别多。广义上，把含有可经济利用的铁元素的矿石统称为铁矿石。铁矿石的种类很多，用于炼铁的主要有磁铁矿 ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )、赤铁矿 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) 和菱铁矿 ( $\text{FeCO}_3$ ) 等。

铁矿石是钢铁冶金的重要原材料，一般品位低于 50% 的铁矿石需要经过选矿才能冶炼利用。一般地对 Fe 品位检验多数采用传统化学分析方法，分析周期长、污染环境，逐渐被仪器分析法所替代，X 射线荧光光谱法测定矿石 Fe 元素是一种简便快速、准确可靠的检测方法。

《GB/T29513-2013 含铁尘泥 X 射线荧光玻璃熔片法》、《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，但是国标玻璃熔片法应对矿石分析和压片法比较，其操作相对繁琐，分析时间长。

本文使用岛津 MXF-N3 Plus 多通道型 X 射线荧光光谱仪，粉末压片法制备样品，建立了铁矿石中 Fe 元素的测定方法。经实验验证，使用本方法分析同工艺的同源铁矿石样品，操作简便快速、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，配备有分析 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： $\phi 40$  mm

### 1.2 分析条件

Fe 元素的分析条件见表 1：

表 1 Fe 元素的分析条件

元素	分析谱线	电压 /kV	电流 /mA	分光晶体	检测器	PHD	$2\theta/^\circ$	测量时间 /s
Fe	K $\alpha$	40	30	LiF	Ar Multitron	10-175	57.54	40



## ■ 样品前处理

样品研磨过 200 目 ( $74 \mu\text{m}$ ) 筛，在  $105 \pm 5^\circ\text{C}$  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，选用塑料环作为模具，取适量（每次保持一致量）粉末样品，工作压力 30 T，静压保持 15 s，压制成型（塑料环压片）试样片，直接测试。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准样品

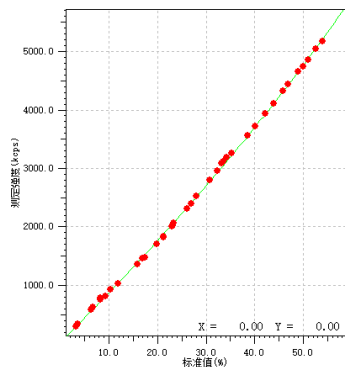
使用生产样品化学分析定值，自制原矿、精矿、尾矿三类标样 Fe 元素含量如表 2。

表 2 标准样品的化学值 (单位: %)

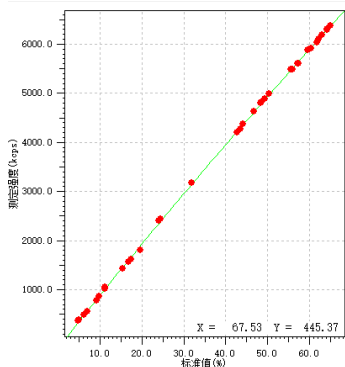
原矿标样	Fe	精矿标样	Fe	尾矿标样	Fe
Y-1	32.96	J-1	65.30	W-1	11.56
Y-2	33.41	J-2	64.15	W-2	11.26
Y-3	31.35	J-3	64.00	W-3	11.65
Y-4	31.95	J-4	65.54	W-4	12.03
Y-5	31.13	J-5	64.80	W-5	11.84
Y-6	33.74	J-6	64.07	W-6	12.11
Y-7	31.08	J-7	64.39	W-7	11.29
Y-8	31.82	J-8	64.50	W-8	11.34
Y-9	32.47	J-9	65.39	W-9	11.38
Y-10	33.55	J-10	63.88	W-10	11.67
Y-11	33.24	J-11	64.59	W-11	12.04
Y-12	31.10	J-12	64.51	W-12	11.12
Y-13	32.13	J-13	65.28	W-13	11.60
Y-14	31.41	J-14	65.11	W-14	12.13
Y-15	32.03	J-15	64.81	W-15	11.79
Y-16	31.60	J-16	63.82	W-16	11.50
Y-17	32.80	J-17	64.44	W-17	11.82
Y-18	31.80	J-18	65.37	W-18	11.35
Y-19	32.22	J-19	64.45	W-19	11.94
Y-20	32.34	J-20	64.56	W-20	11.53

### 3.2 工作曲线的制作

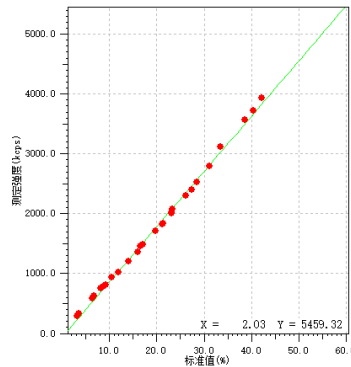
使用表 1 分析条件测定表 2 各标准样品 Fe 元素的强度，用强度和化学值制作工作曲线（增加合适梯度标样点，拓展工作曲线线性范围），曲线线性良好。如下图：



原矿 Fe 工作曲线



精矿 Fe 工作曲线



尾矿 Fe 工作曲线

### 3.3 精密度验证

选择铁矿石同一个样品的压制 10 个压片，用 MXF-N3 plus 多道同时型 X 射线荧光光谱仪连续分析，得到铁矿石压片法分析精度结果。见表 3：

表 3 铁矿石样品 10 次精度统计结果的判定

测定参数	Fe
N=1	64.83
N=2	64.71
N=3	64.88
N=4	64.81
N=5	64.95
N=6	64.86
N=7	64.77
N=8	64.91
N=9	64.78
N=10	64.74
平均值 (Ave)	64.82
极差 (R)	0.24
标准偏差 (SD)	0.076
相对标准偏差 (RSD)	0.118

### 3.4 准确度验证

化学测试值与荧光测试值结果比对如下，参照 GB/T 29513-2013、GB/T 6730.62-2005、SN/T0832-1999 及 GB/T 6730.61-2005 中的规定，Fe 元素分析结果准确度达到允许范围内，见表 4。

表 4 Fe 元素含量 化学值与荧光值比对结果表（单位：%）

样品编号	10#	11#	16#	20#	23#	26#	31#	33#	36#
化学值	9.21	11.87	16.67	19.86	23.08	26.11	31.3	33.88	36.48
荧光值	9.29	11.69	16.54	19.77	23.20	26.20	31.21	33.74	36.6
差值	-0.08	0.18	0.13	0.09	-0.12	-0.09	0.09	0.14	-0.12

样品编号	38#	44#	48#	51#	54#	58#	61#	62#	65#
化学值	38.64	44.08	48.92	51.07	54.69	58.66	61.33	62.92	65.16
荧光值	38.49	43.98	48.75	50.94	54.57	58.83	61.22	63.03	65.39
差值	0.15	0.10	0.17	0.13	0.12	-0.17	0.11	-0.11	-0.23

## ■ 结论

使用岛津 MXF-N3 plus 多道同时型 X 射线荧光光谱仪，粉末压片法分析铁矿石样品，工作曲线线性良好，方法精密度高，准确度良好，可使用于矿山开采过程中的生产质量控制分析，可作为矿山企业同源、同工艺铁矿石生产过程中的矿石主元素 Fe 品位分析的快速、准确、可靠的一种检测手段。

岛津应用云

