

EDX-7200 测定高炉渣成分

EDX-104

摘要：将高炉渣样品用荧光分析专用压片机按一定条件制备成荧光分析用试样片，用 EDX-7200 测定各元素荧光强度，以化学方法准确值的生产工艺相近的样品为校准样，用荧光强度与元素含量的对应关系建立校准曲线，各元素校准曲线线性良好。参考冶金行业标准 YB/T 6012—2022《高炉渣多元素含量的测定 X-射线荧光光谱法（粉末压片法）》对方法的精密度进行了考察，结果良好。采用化学分析结果对方法的准确度进行了验证，偏差在可接受范围之内。

关键词：高炉渣 EDX 粉末压片

技术特点：

- ❖ 采用粉末压片法，方法快速简单。
- ❖ 采用生产过程样制备校准样品，降低了基体差异对分析结果的影响。

高炉渣是指高炉冶炼过程中，熔剂同矿石的脉石和焦炭的灰分相互作用，将不进入生铁和煤气的物质溶解、汇集和融化成的冶炼过程废弃物。高炉渣对冶炼过程极为重要，炼铁也是炼渣，要炼好铁就要炼好渣，通过合适的炉渣成分控制可以改变炉内还原性质，控制生铁成分。高炉渣主要由酸性氧化物 SiO_2 、 Al_2O_3 和碱性氧化物 CaO 、 MgO 四种成分组成，普通铁矿石冶炼炼钢生铁的情况下，这四种成分之和在 95% 以上，另有少量的 FeO 、 MnO 和硫化物（ CaS 、 MnS 等）。X 荧光光谱法是炉渣化学成分检测快速有效的检测手段，标准 YB/T 6012—2022《高炉渣多元素含量的测定 X-射线荧光光谱法（粉末压片法）》给出了波长色散型 X 射线荧光光谱法测定高炉渣成分的方法，我们参照此标准进行了能量色散 X 射线荧光光谱法测定炼钢生铁高炉渣的分析实验，分析结果满足标准规定的准确度。

能量色散型 X 射线荧光光谱仪是利用高分辨能量检测器对样品产生的荧光 X 射线进行检测，从而对样品进行定性或定量检测的一种分析仪器，相对

于波长色散型 X 射线荧光光谱仪，能量色散型 X 射线荧光光谱仪具有结构简单、故障率低、性价比高优点。能量色散型 X 射线荧光光谱仪基于元素特征谱线的能量差异对元素进行分析，对于低能量谱线分辨能力相对较差，比如钠镁铝硅等元素分辨率明显低于波长色散型仪器，而对于高能量谱线的分辨能力与波长色散型相当，甚至优于波长色散型。另外，能量色散型 X 荧光光谱仪功率通常远低于波长色散型，因此其灵敏度相对较低。炉渣主要检测元素为 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 MgO ，其含量相对较高，能量色散型荧光灵敏度可以达到检测需求。

本方法以粉末压片制样方法，将炉渣粉末样品制备成荧光分析用试样片，采用岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪 EDX-7200 进行炉渣元素测定实验。粉末压片制样分析方法存在矿物结构的影响，为了降低矿物结构对分析结果的影响，我们采用生产工艺相近的生产过程样，以化学分析方法定值，制备成内部校准样建立校准曲线。对方法的精密度及准确度进行了考察，确认分析结果完全能够满足行业需求。

■ 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：荧光压片专用；

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、3#
电 压 : 15 kV、50 kV	电 流 : Auto
DT : 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垫块上, 取适量研磨至一定粒度的样品放置于塑料环中央, 用试样勺压平, 使样品充满塑料环。打开压样机, 设定压样时间 20 s、压力 300 kN, 将放好试样的垫块置于压样机活塞上, 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, 取下垫块及样片, 编号备测。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

市售炼钢生铁高炉渣标准样品不多, 且其成分和矿物结构与生产工艺过程高炉渣有较大差异, 在粉末压片制样 X 荧光光谱分析中, 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。为了解决标样不足及矿物结构影响问题, 我们采用生产工艺相近的高炉渣生产样品, 用化学分析方法定值作为校准样品, 建立校准曲线, 校准样品各组分含量见表 1。

表 1 校准样品含量表 (%)

Standard	TFe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	S	TiO ₂
GLZ-1	0.50	33.57	15.30	38.62	7.69	0.18	0.855	0.71
GLZ-2	0.50	32.02	15.93	37.30	8.91	0.21	0.893	0.85
GLZ-3	1.93	34.29	14.81	40.12	5.98	0.21	0.843	0.79
GLZ-4	0.81	27.82	15.74	44.12	7.02	0.22	1.050	0.76
GLZ-5	0.79	30.86	15.70	42.60	6.35	0.19	1.000	0.75
GLZ-6	0.47	33.87	15.50	38.63	8.23	0.20	0.875	0.76
GLZ-7	0.53	31.67	16.02	40.08	7.92	0.19	0.991	0.78
GLZ-8	1.50	30.60	15.97	41.87	6.13	0.23	0.881	0.80
GLZ-9	0.66	28.01	15.86	43.81	7.07	0.22	1.080	0.73

2.2 校准曲线

采用表 1 所列校准样品, 按 1.3 样品前处理方法制备成校准样片, 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, 各组分校准曲线见图 1。

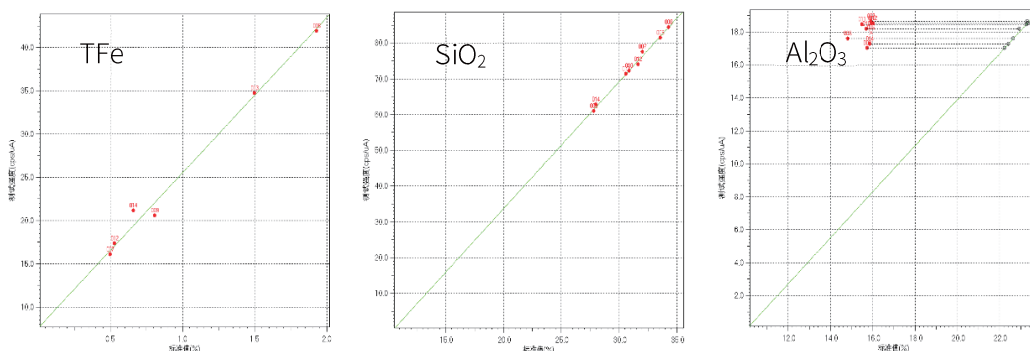


表3 样品2 测量结果 (%)

测量次数	TFe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	S	TiO ₂
1	1.49	30.65	15.96	41.92	6.13	0.23	1.015	0.800
2	1.50	30.65	15.96	41.94	6.13	0.23	1.020	0.801
3	1.49	30.63	15.97	41.95	6.12	0.23	1.017	0.804
4	1.50	30.65	15.97	41.93	6.12	0.23	1.019	0.803
5	1.49	30.65	15.98	41.92	6.13	0.23	1.018	0.800
6	1.49	30.63	15.96	41.93	6.14	0.23	1.016	0.802
7	1.50	30.64	15.97	41.91	6.13	0.23	1.017	0.802
8	1.50	30.65	15.96	41.91	6.14	0.23	1.018	0.805
9	1.49	30.64	15.97	41.94	6.12	0.23	1.018	0.802
10	1.48	30.64	15.98	41.92	6.15	0.23	1.018	0.800
平均值	1.50	30.64	15.97	41.93	6.13	0.23	1.018	0.802
极差	0.02	0.02	0.02	0.04	0.03	0.00	0.005	0.005
1.61r	0.024	0.20	0.19	0.42	0.11	0.006	0.013	0.021
判定	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK

2.4 准确度验证

选取一个校准样品作为未知样品验证方法的准确度，按 1.3 所述方法制备分析试样片，使用 2.2 建立的校准曲线测量样片，测量结果以化学分析值为参照值进行比较，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 YB/T 6012—2022《高炉渣多元素含量的测定 X- 射线荧光光谱法（粉末压片法）》对分析结果进行判定，测量值与参照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	TFe	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	S	TiO ₂
参照值	1.93	34.29	14.81	40.12	5.98	0.21	0.843	0.79
测量值	1.92	34.30	14.81	40.31	5.97	0.22	0.843	0.75
偏差	0.01	0.01	0.00	0.19	0.01	0.01	0.000	0.04
CD _{0.95}	0.093	0.84	0.40	1.06	0.23	0.014	0.074	0.045

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

■ 结论

利用岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪 EDX-7200 采用粉末压片法分析炼钢生铁高炉渣，具有分析速度快分析精度高等特点。采用生产工艺相近的生产过程样建立校准曲线，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行业标准 YB/T 6012—2022《高炉渣多元素含量的测定 X- 射线荧光光谱法（粉末压片法）》。本方法可用于高炉炼铁中炉渣成分快速分析。

岛津应用云

