

# 粉末压片 -X 射线荧光光谱法测定高炉渣中主次组分

## MXF-014

**摘要：** 本文将自制的高炉渣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、SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、CaO、MgO、MnO、TiO<sub>2</sub>、S 等主次组分的校准曲线，实现对高炉渣中主次组分的 X 射线荧光光谱分析。用此方法分析高炉渣样品，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 高炉渣 主次组分

高炉渣是在高炉炼铁过程中，炉料熔融，矿石中的脉石、焦炭中的灰分、助溶剂和其他不能进入生铁中的杂质以硅酸盐和铝酸盐为主浮在铁水上面的熔渣。高炉渣的性质决定冶炼过程的成效和经济效益，炉渣的碱度是指导高炉生产的指标之一，高炉渣的化学成分是指高炉生产操作的重要依据，对冶金过程中减缓炉体的浸蚀、提高冶炼炉和高温热工设备的使用寿命、降低耐火材料的消耗和研制高强度耐火材料以及发展炉渣的综合利用有重要意义。因此需要对炉渣进行快速、准确的成分分析。

参考《GBT 21114-2007 耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析 - 熔铸玻璃片法》的规定，使用玻璃熔片 -X 射线荧光光谱法分析高炉渣，有操作繁琐，分析时间长等缺点，难以应对实验室炉前快速分析的要求。

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，建立了高炉渣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高炉渣样品，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，配备高炉渣分析需要的 Fe、Mn、Ti、Ca、S、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
TFe	Kα	40	70	LiF	Ar Multitron	10-110	57.54	40
SiO <sub>2</sub>	Kα	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	20-130	108.98	40
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Kα	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	15-120	144.57	40
CaO	Kα	40	70	LiF	Ne Multitron	20-110	113.17	40
MgO	Kα	40	70	TAP	Ne Exatron(Al)	25-125	45.19	40
MnO	Kα	40	70	LiF	Ar Multitron	15-110	62.97	40
TiO <sub>2</sub>	Kα	40	70	LiF	Ar Exatron	15-110	86.19	40
S	Kα	40	70	NaCl	Ne Exatron(Be)	25-115	144.61	40



## ■ 样品前处理

样品研磨过 200 目 (74 $\mu$ 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 标准样品与试剂

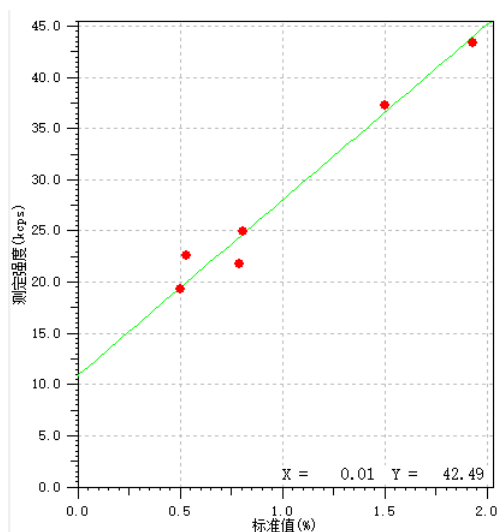
使用生产样品化学分析定值, 自制多块控制样品, 各自制标样的含量如表 2。

表 2 标准样品的化学值 (单位: %)

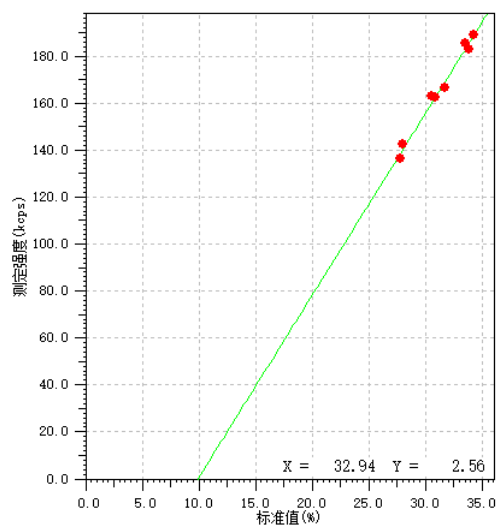
编号	Fe	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	MnO	TiO <sub>2</sub>	S
1	0.50	33.57	15.30	38.62	7.69	0.18	0.71	0.855
2	0.50	32.02	15.93	37.30	8.91	0.21	0.85	0.893
3	1.93	34.29	14.81	40.12	5.98	0.21	0.79	0.843
4	0.81	27.82	15.74	44.12	7.02	0.22	0.76	1.050
5	0.79	30.86	15.70	42.60	6.35	0.19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

### 3.2 工作曲线的制作

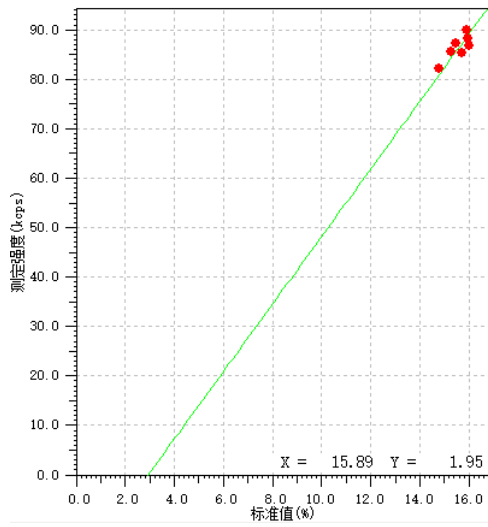
使用表 1 中的分析条件测定各标准样品中被测元素的强度, 用强度和表 2 中的化学值制作工作曲线, 曲线线性良好。如下图:



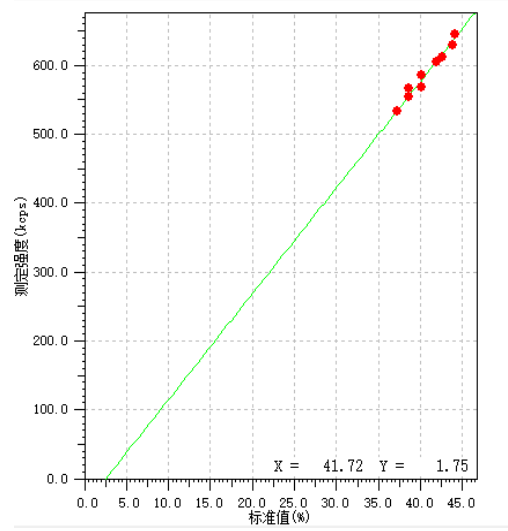
TFe 工作曲线



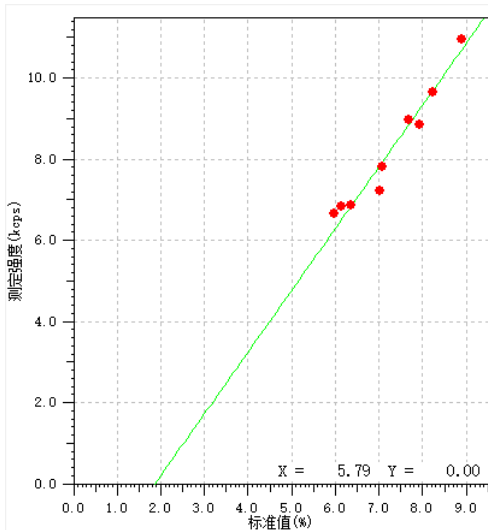
SiO<sub>2</sub> 工作曲线



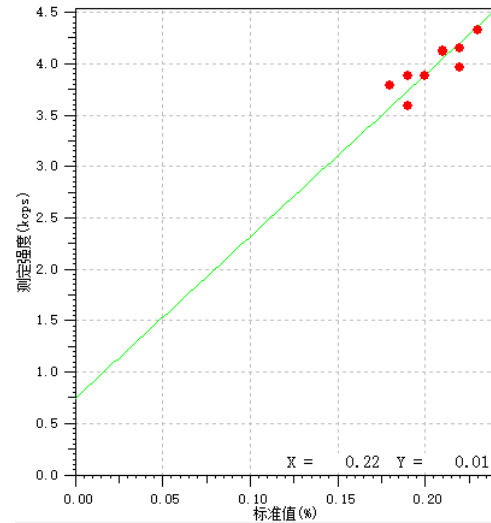
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 工作曲线



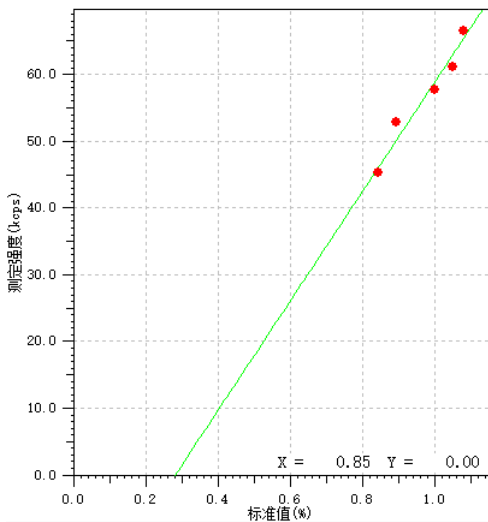
CaO 工作曲线



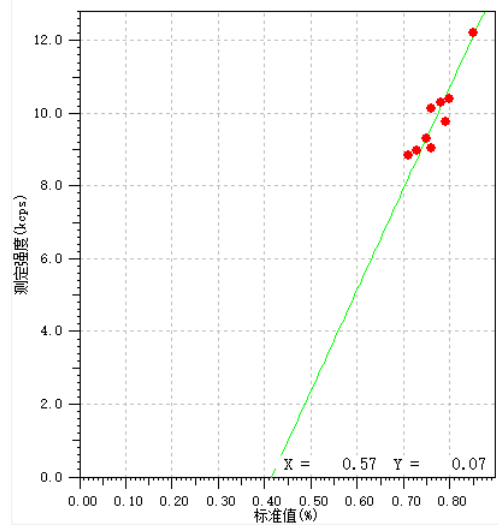
MgO 工作曲线



MnO 元素工作曲线



TiO<sub>2</sub> 工作曲线



S 工作曲线

### 3.3 精密度验证

选择 3# 样品压片，用 MXF-N3 plus 多道同时型 X 射线荧光光谱仪连续分析 10 次，统计标准偏差和相对标准偏差，见表 3：

表 3 3# 自制标样的 10 次精度统计结果

项目	TFe	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	MnO	TiO <sub>2</sub>	S
N=1	1.9156	34.2750	14.8627	40.2828	6.0145	0.2148	0.7810	0.8340
N=2	1.9140	34.2942	14.8616	40.2761	6.0152	0.2142	0.7821	0.8346
N=3	1.9107	34.2755	14.8571	40.2891	6.0171	0.2138	0.7817	0.8357
N=4	1.9120	34.2924	14.8449	40.2634	6.0147	0.2137	0.7816	0.8351
N=5	1.9123	34.2705	14.8380	40.2820	6.0081	0.2153	0.7815	0.8346
N=6	1.9120	34.2480	14.8360	40.2609	6.0160	0.2151	0.7816	0.8349
N=7	1.9142	34.2802	14.8630	40.2823	6.0047	0.2136	0.7806	0.8351
N=8	1.9143	34.2747	14.8446	40.2667	6.0167	0.2144	0.7824	0.8355
N=9	1.9134	34.2473	14.8560	40.2736	5.9917	0.2140	0.7819	0.8361
N=10	1.9159	34.2492	14.8461	40.2631	6.0083	0.2146	0.7826	0.8363
AVG	1.9134	34.2707	14.8510	40.2740	6.0107	0.2144	0.7817	0.8352
R	0.0052	0.0469	0.0270	0.0282	0.0254	0.0017	0.0020	0.0023
SD	0.0017	0.0173	0.0103	0.0100	0.0079	0.0006	0.0006	0.0007
RSD	0.0876	0.0505	0.0692	0.0248	0.1318	0.2767	0.0770	0.0859

参考《GBT 21114-2007 耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析 - 熔铸玻璃片法》给出的公式，计算允许差值，对 10 次精度结果的判定见表 4：

表 4 3# 自制标样 10 次精度统计结果的判定

项目	TFe	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	MnO	TiO <sub>2</sub>	S
AVG	1.9134	34.2707	14.8510	40.2740	6.0107	0.2144	0.7817	0.8352
R	0.0052	0.0469	0.0270	0.0282	0.0254	0.0017	0.0020	0.0023
2fT	0.04	0.33	0.17	0.34	0.08	0.02	0.02	0.02
判定	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK

### 3.4 准确度验证

参考《GBT 21114-2007 耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析 - 熔铸玻璃片法》给出的公式，验证允许差值，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

项目	TFe	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	MnO	TiO <sub>2</sub>	S
AVE	1.9134	34.2707	14.8510	40.2740	6.0107	0.2144	0.7817	0.8352
化学值	1.93	34.29	14.81	40.12	5.98	0.21	0.79	0.843
误差	-0.0166	-0.0193	0.0410	0.1540	0.0307	0.0044	-0.0083	-0.0078
允许差 (fT)	0.02	0.17	0.09	0.17	0.04	0.01	0.01	0.01
判定	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，粉末压片法分析高炉渣样品，工作曲线线性良好，方法精密度高，可在炉前分析时作为高炉渣主次要元素分析的快速、准确、可靠的检测手段。

岛津应用云

