

X 射线荧光光谱熔片法测定直接还原铁中常见元素

MXF-048

摘要：直接还原铁化学成分稳定，杂质含量少，在电炉炼钢、转炉炼钢、粉末冶金等领域有大量应用。本文在放有熔剂坩埚的铂金坩埚中，对样品预氧化，然后熔融制成玻璃样片，在 X 射线荧光光谱仪上建立了钴内标分析直接还原铁的方法，并评价了方法的精密度。

关键词：直接还原铁 熔剂坩埚 X 射线荧光 钴内标

技术特点：

- ❖ 样品在熔剂坩埚内做预氧化处理，防止金属单质在高温下对铂金坩埚的腐蚀。
- ❖ 加入钴内标，改善了铁元素分析的稳定性。

直接还原铁 (Direct Reduced Iron) 是铁精粉或氧化铁在炉内经低温还原形成的低碳多孔状物质，其化学成分稳定，杂质含量少，全铁含量一般在 80% 以上，主要用作电炉炼钢的原料，也可作为转炉炼钢的冷却剂等。

直接还原铁中含有大量的金属铁单质，在高温下可以和铂形成共熔物，严重腐蚀铂金坩埚，因此，不能直接在铂金坩埚中进行熔融。熔剂坩埚是根据具体的需求，使用特定熔剂压制成型的坩埚，在一定的温度范围内可以保持坩埚形状，我们利用这一特点，在熔剂熔点温度以下，对含有金属单质的样品进行

预氧化处理，使含金属单质样品转化为氧化物后再进行熔融制样。由于样品中 Fe 元素含量较高，样品的烧减量、分析面的平整度、脱模剂的加入量等对其影响比较明显，本文选择加入钴内标，改善了 Fe 元素的分析。

本文在四硼酸锂熔剂坩埚中，把氧化剂和样品混合均匀，放入马弗炉中完成预氧化，再使用自动熔样炉熔融制备玻璃样片，最后在 X 射线荧光光谱仪上完成分析测定。经实验验证，该方法消除了金属单质在高温下对铂金坩埚的腐蚀，并且简单快速、稳定可靠、方便可行。

实验部分

1.1 仪器

MXF-N3 Plus 多道同时型 X 射线荧光光谱仪 (右图)
TNRV-01C 型全自动熔样炉

1.2 分析条件

1.2.1 熔样炉工作条件

熔样温度：1050℃
前静置时间：180 s
炉体摆动时间：720 s
后静置时间：10 s

1.2.2 仪器工作条件

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	PHA	测量时间 /s
Fe	K α	40	70	LiF	Ar Multitron	15-160	40
Si	K α	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	22-128	40
Ca	K α	40	70	LiF	Ne Multitron	15-110	40
Mg	K α	40	70	TAP	Ne Exatron(Al)	30-115	40
Al	K α	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	30-130	40
Ti	K α	40	70	LiF	Ar Exatron	15-120	40
Co	K α	40	70	LiF	Ar Multitron	20-105	40

■ 样品前处理

准确称取适量的试样、钴内标试剂和碳酸锂，混匀，置于已准确称重的四硼酸锂熔剂坩埚中，然后把熔剂坩埚放在铂金坩埚里，一同放入马弗炉中保温预氧化一定时间，取出冷却后加入适量的脱模剂，放入自动熔样炉中，按设定好的熔样程序，熔融制备成玻璃样片，编号备测。

■ 结果与讨论

3.1 标准样品

由于市售铁矿石标准样品全铁含量都小于 80%，本文采用配制样品建立 TFe 元素校准曲线，标样化学成分见表 2。

表2 标样化学成分 (%)

样品编号	TFe	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	TiO ₂
GSB03-1805-2005	53.80	5.03	0.087	0.054	4.39	0.253
YSBC28765-2008	60.37	7.40	1.49	1.23	3.54	0.751
GSB03-2027-2006	72.01	0.158	0.025	0.042	0.095	0.0467
93-42	66.80	2.09	0.36	2.33	0.77	0.107
GSB03-1806-2005	65.87	3.15	0.15	0.023	1.39	0.061
YSBC1672-97	71.79	0.36	-	0.038	0.069	-
P-1	90.44	-	-	-	-	-
P-2	79.39	-	-	-	-	-
P-3	85.75	-	-	-	-	-
P-4	76.10	-	-	-	-	-
P-5	92.89	-	-	-	-	-
P-6	98.00	-	-	-	-	-

备注：P-1~P-6 为配制样品。

3.2 校准曲线

用表 2 中标样按本方法条件建立校准曲线，曲线相关系数都在 0.9995 以上，曲线线性良好，主要元素校准曲线见下图：

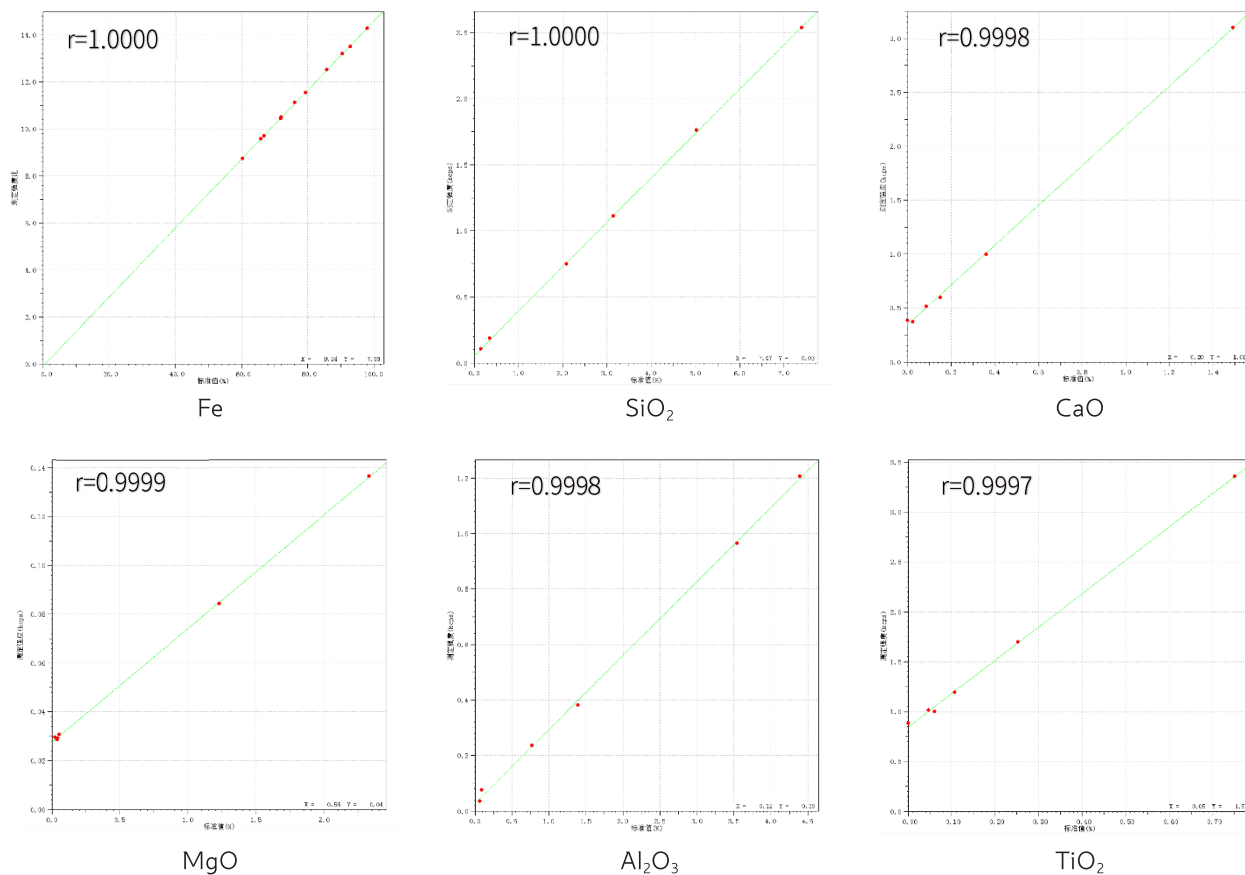


图 1 主要元素校准曲线

3.3 精密度实验

用生产样按本方法独立熔制 10 个玻璃样片，在 X 射线荧光光谱仪上测定，测定结果如下：

表 3 精密度试验结果 (%)

序号	TFe	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	TiO ₂
1	87.46	3.26	0.44	0.45	0.78	0.59
2	87.56	3.29	0.43	0.46	0.79	0.60
3	87.57	3.30	0.43	0.46	0.81	0.60
4	87.40	3.27	0.43	0.40	0.79	0.60
5	87.40	3.29	0.42	0.42	0.79	0.60
6	87.49	3.31	0.43	0.42	0.78	0.60
7	87.27	3.26	0.43	0.42	0.81	0.60
8	87.67	3.24	0.43	0.43	0.78	0.60
9	87.56	3.22	0.42	0.44	0.79	0.60
10	87.69	3.33	0.43	0.42	0.79	0.60
平均值	87.51	3.28	0.43	0.43	0.79	0.60
R	0.42	0.11	0.02	0.06	0.04	0.01
SD	0.13	0.03	0.01	0.02	0.01	0.01
RSD (%)	0.15	1.04	1.29	4.49	1.51	0.86

从实验数据可以看出，各元素相对标准偏差小于 5%，方法精密度较高，其中全铁的标准偏差小于 0.2%，远优于 YB/T4850-2020《直接还原铁 全铁、磷、硫、二氧化硅、三氧化二铝、氧化钙和氧化镁含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法》标准的要求。

■ 结论

直接还原铁样品在熔剂坩埚中完成预氧化，避免了样品中的金属单质对铂金坩埚的腐蚀，钴内标的加入保证了 Fe 元素分析的稳定性，使用自动熔样炉熔融制成玻璃样片，在岛津 MXF-N3 Plus X 射线荧光光谱仪上建立的分析方法，方法精密度高，校准曲线线性良好，曲线相关系数在 0.9995 以上，同时铂金坩埚不用熔剂挂壁保护处理，降低了操作难度，缩短了分析时间。

岛津应用云

