

冶金炉渣的分析ARL QUANT' X 使用Si(Li)析测器的能量色散X射线荧光光谱仪

引言

炉渣来自炼铁和炼钢的不同阶段。如高炉，转炉，碱性吹氧炉，电弧炉或在铁（钢）水包，在高炉中，炉渣是由矿石中的杂质，助熔剂和焦炭灰形成的，是氧化硅，氧化铝，钙，镁的硫化物，氧化物和更少量的锰及铁的氧化物级成的复杂混合物。

在电弧炉中，炉渣的形成过程是可以用加入氧，碳，石灰石，氧化镁控制的，氧和碳促使形成CO而使锰和铁处于有价值的元素状态而不是氧化物，碱性炉渣有助于中和炉渣的酸性，以延长炉壁耐火砖的寿命，适当和按时监测炉渣成份是控制冶炼过程的重要环节。

实践已经证明XRF是测定固态炉渣只需少量的样品制备，最少的操作技能和具有极好重复性的唯一快速和可靠的方法，根据设备的类型和配置，测量时间从几分钟至不到1分钟。



仪器

ARL QUANT' X X- 射线荧光能谱仪，它有一个高灵敏度的检测器可测定钠（Z=11）至 钼（Z=92）。虽然，EDXRF对较轻的元素的灵敏度受一定限制，很少用于测定浓度低于1%的Na或Mg，但是近年来技术上的进度，已使其应用的范围扩展到传统上是用更灵敏和更大型的X—射线荧光波谱仪的范围。

真空样品室，大活性区面积，低操作温度和检测器的噪音性能使得ARL QUANT' X达到非同寻常的灵敏度和重现性，和绝大多数实验室的仪器不同，其耐用的机械设计，紧凑的机型，可放在较粗放的环境中，使其可靠近炉子些。日常分析可以由非熟练人员进行，由软件控制硬件的运行，减少了机械按钮等的操作复杂性。

激发条件

在EDXRF中，灵敏度和精密度主要是由激发样品中感兴趣元素的条件决定的，仪器控制激发效率和本底更好，更灵活，就性能更好，ARL QUANT' X提供了4-50KV和8种滤光片以优化本底控制的实际上是无限多种组合。如表1所示，每个炉渣收集二个条件的能谱，总计数时间180秒（真空）

能谱	KV	滤片	时间/秒	分析元素
1	4	0	120	Mg, Al, Si, P
2	12	2	60	Ca, Ti, Mn, Fe

表1 激发条件

图1 显示在二个激发条件下，三个非常不同的渣样的谱图，其浓度见表了

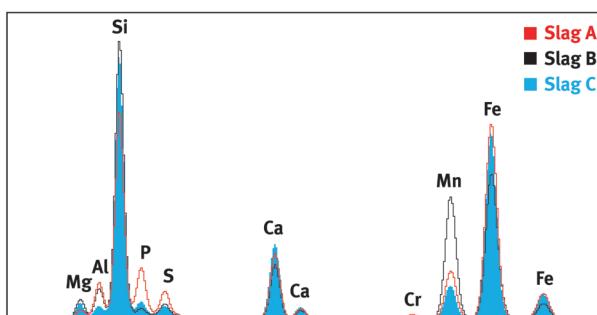


图1二个激发条件下，三个炉渣的能谱图

样品制备

定性分析时，XRF可以不作样品制备，与样品的形状和大小没有关系。然而，作定量分析时，炉渣样应先破碎，磨至小到50微米（325目），以减少颗粒效应，虽然粉末可直接分析，但在15—20吨压力成片可以提高准确和不同片的再现性。

校正

大多数由XRF工业应用采用一级或二级标样的经验，系数法（工作曲线法）校正下面的结果是用20个炉渣标样的回归曲给得到的。

分析项目	能谱	下限	上限	SEE %
Fe ₂ O ₃	2	1.6	34	0.23
Al ₂ O ₃	1	0.5	20	0.26
MgO	1	1	22	0.49
P ₂ O ₅	1	0.01	16.7	0.09
SiO ₂	1	4.9	34.4	0.55
CaO	2	2.2	59	0.65
MnO	2	1.2	18.6	0.18
TiO ₂	2	0.09	0.73	0.02

表2 校正曲线范围和误差（电弧炉炉渣）

SEE是已知值和测得值的平均差

再现性

结果见表3 它显示ARL QUANT' X 3分钟测量得到结果的精密度。

在某些情况下，样品的含量低和不均匀性可能使测得值和已知值相差大于3SD，这种情况下就应考虑使用四硼酸锂熔融，着由于稀释而信号太弱，则此种样品应考虑用WDXRF做了

结论

ARL QUANT' X EDXRF已经成功地用于分析炉渣中的多种成份，虽然EDXRF在轻元素的灵敏度，再现性和速度方面不如WDXRF，但其小型，耐用，机械简单，分析结果良好，使其不失成为许多工业环境下一种明智的选择。

赛默飞世尔科技

上海
上海浦东新金桥路27号6号楼
电话：86-21-6885 4588
传真：86-21-6445 7830

北京
北京市东城区安定门东大街28号
雍和大厦西楼702-715室
电话：86-10-8419 3588
传真：86-10-8419 3589

广州
广州东风中路410-412号
健力宝大厦3003-3004室
电话：86-20-8348 7138
传真：86-20-8348 6621

服务热线：
800 810 5118 400 650 5118

www.thermo.com
analyze.cn@thermofisher.com

Table 3: Measurement Precision

	Slag A			Slag B			Slag C		
	Nominal	Average	1-Sigma	Nominal	Average	1-Sigma	Nominal	Average	1-Sigma
Al ₂ O ₃	0.57	0.79 ± 0.03		3.10	3.32 ± 0.05		3.79	3.68 ± 0.02	
CaO	46.0	45.5 ± 0.3		32.6	32.8 ± 0.2		40.1	38.4 ± 0.2	
Fe	19.2	19.1 ± 0.1		14.3	14.6 ± 0.1		19.9	19.5 ± 0.1	
MnO	5.70	5.75 ± 0.04		18.6	19.0 ± 0.2		7.96	7.41 ± 0.04	
MgO	5.50	5.12 ± 0.08		18.6	19.0 ± 0.2		3.73	3.50 ± 0.06	
P ₂ O ₅	0.71	0.82 ± 0.01		0.47	0.26 ± 0.03		3.06	3.00 ± 0.02	
SiO ₂	14.90	15.51 ± 0.06		19.40	19.50 ± 0.07		13.03	12.31 ± 0.04	
TiO ₂	1.10	1.12 ± 0.04		0.53	0.48 ± 0.03		0.38	0.42 ± 0.04	



Thermo Fisher Scientific,
San Jose, CA USA is ISO Certified.