# X－射线荧光仪分析生铁中钛、砷、锡的方法*

田 芳，周景涛

（内蒙古包钢钢联股份有限公司化检验中心，内蒙古 包头 014010）

**摘 要：** 文章论述了采用X－射线荧光光谱仪分析生铁中钛、砷、锡元素含量的方法。通过样品的制备、磨料粒度的选择、工作曲线的绘制等条件试验确定的检测方法操作简单，结果可靠，可满足现场快速分析生铁中钛、砷、锡元素含量的要求，为生产试验钢提供高质量铁水提供技术保障。

**关键词：** X－射线荧光光谱法；生铁快速分析

**中图分类号：** O657.34 **文献标识码：** B **文章编号：** 1009－5438(2021)01－0088－03

DOI:10.13647/j.cnki.btgkj.2021.01.026

# Method for Analyzing Titanium, Arsenic and Tin in Cast Iron with X－ray Fluorescence Spectrometer

*Tian Fang, Zhou Jing－tao*

(*Chemical Inspection Center of Inner Mongolia Baotou Steel Union Co., Ltd., Baotou* 014010, *Inner Mongolia Autonomous Region, China*)

**Abstract:** In the paper, the method for analyzing titanium, arsenic and tin in cast iron with X－ray fluorescence spectrometer is discussed. With such condition experiments as sample preparation, selection of abrasive grain and drawing of working curve, the detection method determined is with simple operation and the results are reliable, which could meet the requirements for on－site rapid analysis of titanium, arsenic and tin in cast iron as well as provide technical guarantee for providing high－quality molten iron for manufacturing test steel.

**Key words:** X－ray fluorescence spectrometry; rapid analysis of cast iron

生铁用作炼钢生产的原料，除含铁外，还含有钛、砷、锡等杂质元素。准确测定钛、砷、锡等元素的含量，对高炉工艺控制及调整、保证铁水质量、满足炼钢生产高附加值试验钢、品种钢的工艺要求起着指导作用。目前，由于生铁试样表面状态、组织结构等条件的不同，对采用X荧光分析生铁中不同元素的含量造成一定的难度，为了使待测样品具有代表性，本文通过对生铁切割厚度制备方法[1]、抛光生铁用的磨料、试样表面温度等条件的试验，为准确测定生铁中钛、砷、锡含量提供了技术保障。

## 1 试验部分

### 1.1 主要设备

采用波长色散X射线荧光光谱仪，美国Thermo Fisher公司生产，型号XRF9900，X射线管高纯元素靶，功率3.6 kW，OXSAS分析软件。

### 1.2 工作原理

X射线管产生的初级X射线照射到平整、光洁的样品表面上时，产生的特征X射线经探测器在选择的特征波长对应的$2\theta$角处测量X射线荧光强度。

* 收稿日期：2020－12－01

作者简介：田 芳(1979－)，女，内蒙古乌兰察布市人，工程师，现从事冶金分析管理工作。

根据校准曲线，计算出样品中钛、砷、锡元素的质量分数。

1.3　测量条件

选择样品中钛、砷、锡元素的晶体、探测器、电压、电流、积分时间等测定条件[2]进行设定，具体测量条件参数为：晶体 LiF200，电压 50 kV，电流 50 mA，积分时间 24 s。

1.4　试样制备

X 荧光仪分析属于无损表面检测，分析面为 30 mm，为了保障试样分析准确性，要求生铁样品成分均匀、无偏析，表面纹理一致，光洁度好；由于生铁中非金属元素含量较高，试样容易发生偏析，为确保生铁试样成分均匀，生铁试样在制备时，首先将生铁柱状试样用切割机切割，其次切割后试样表面没有明显裂纹、夹渣、缩孔、气泡等表面缺陷。打磨时要求时间短，试样过热应用流水冷却，以规避试样过热导致组织结构发生变化，影响分析结果。

1.4.1　磨料粒度试验

磨料粒度越细，试验磨制的光洁度越高，分析结果越稳定。但是，粒度细，试验磨制时间长，影响快速炼钢用生铁的检测时间。试验选取 2 个生铁样品，编号为 274271 和 210561，选用不同粒度 0.425、0.325、0.250 mm 的磨料进行生铁中钛、砷、锡含量比对试验，试验结果见表 1。

表 1　不同粒度磨料的试验数据

| 样品编号 | 磨料粒度/mm | 质量分数/% | | |
|---|---|---|---|---|
| | | Ti | As | Sn |
| 274271 | 0.425 | 0.011 | 0.005 | 0.003 |
| | 0.325 | 0.011 | 0.004 | 0.003 |
| | 0.250 | 0.011 | 0.005 | 0.003 |
| 210561 | 0.425 | 0.028 | 0.003 | 0.002 |
| | 0.325 | 0.029 | 0.004 | 0.002 |
| | 0.250 | 0.028 | 0.004 | 0 |

表 1 中试验数据结果表明，不同磨料粒度下钛、砷、锡分析数据稳定，磨料粒度对生铁中钛、砷、锡含量影响不是太大，所以在制备生铁试样时，选择合适的磨料能满足生产需要即可。

1.4.2　试样切割厚度

生铁试样外观为柱状样品，厚度大约在 48 ~ 53 mm之间。为了使生铁试样分析结果具有代表性需确保待测试样的切割厚度[3]。试验选取 3 个样品，编号分别为 6 – 61630 – 73、4 – 22760 – 29、4 – 22768 – 38，分别对样品 6 – 61630 – 73 在距离试样原厚度三分之一处、4 – 22760 – 29 距离试样原厚度三分之二处、4 – 22768 – 38 距离试样原厚度二分之一处进行切割，并对切割后的样品在砂轮机或铣床、磨床等加工设备上进行样品表面抛光处理、分析试验，试样中钛、砷、锡试验数据见表 2、表 3、表 4。

表 2　距离试样原厚度三分之一处切割的试验数据

| 样品编号 | 试验厚度/mm | 质量分数/% | | |
|---|---|---|---|---|
| | | Ti | As | Sn |
| 6 – 61630 – 73 | 31 | 0.026 | 0.006 | 0.002 |
| | 30 | 0.027 | 0.006 | 0.003 |
| | 29 | 0.026 | 0.005 | 0.003 |
| | 28 | 0.027 | 0.005 | 0.003 |
| | 27 | 0.026 | 0.005 | 0.002 |

注：样品原厚度为 48 mm。

表 3　距离试样原厚度三分之二处切割的试验数据

| 样品编号 | 试验厚度/mm | 质量分数/% | | |
|---|---|---|---|---|
| | | Ti | As | Sn |
| 4 – 22760 – 29 | 34 | 0.039 | 0.004 | 0.003 |
| | 33 | 0.039 | 0.004 | 0.003 |
| | 32 | 0.039 | 0.005 | 0.003 |
| | 31 | 0.038 | 0.005 | 0.002 |
| | 30 | 0.040 | 0.004 | 0.002 |

注：样品原厚度为 51 mm。

表 4　距离试样原厚度二分之一处切割的试验数据

| 样品编号 | 试验厚度/mm | 质量分数/% | | |
|---|---|---|---|---|
| | | Ti | As | Sn |
| 4 – 22768 – 38 | 26 | 0.056 | 0.003 | 0.002 |
| | 25 | 0.058 | 0.005 | 0.004 |
| | 24 | 0.057 | 0.004 | 0.003 |
| | 23 | 0.059 | 0.003 | 0.004 |
| | 22 | 0.057 | 0.003 | 0.002 |

注：样品原厚度为 52 mm。

由表 2—表 4 试验数据表明，在生铁柱状样品距离试样原厚度三分之一和距离试样原厚度三分之二处切割后生铁试样中钛、砷、锡元素分析数据较在距离试样原厚度二分之一处切割样品的试验数据稳

定。本试验考虑到生铁试样的制备需操作人员手拿样品在砂轮或砂带机等制样设备上进行样品表面抛光，结合制样的安全性，所以试验确定生铁柱状样品的制样厚度为试样原厚度三分之一或三分之二处进行切割，切断后的样品表面进行抛光待检测使用，分析数据稳定、可靠。

## 2 结果与讨论

### 2.1 抛光后的试样温度研究

选取三个生铁样品，编号分别为4－22288－82、3－130802－8、1－93851－61进行表面抛光后的试样温度试验，试验数据见表5。

表5 抛光后样品温度的试验数据

| 样品编号 | 温度 | 质量分数/% | | |
|---|---|---|---|---|
| | | Ti | As | Sn |
| 4－22288－82 | 与室温接近 | 0.126 | 0.003 | 0.002 |
| 4－22288－82 | 大于室温烫手 | 0.127 | 0.003 | 0.002 |
| 3－130802－8 | 与室温接近 | 0.019 | 0.004 | 0.003 |
| 3－130802－8 | 大于室温烫手 | 0.020 | 0.003 | 0.003 |
| 1－93851－61 | 与室温接近 | 0.073 | 0.004 | 0.002 |
| 1－93851－61 | 大于室温烫手 | 0.074 | 0.004 | 0.002 |

表5中抛光后试样温度在室温和大于室温且烫手时的试验数据表明，生铁中钛、砷、锡元素分析结果对试样温度不敏感，在试样表面抛光过程中，只要保持试样抛光后温度与室温相近，以规避人员烫伤安全隐患。

### 2.2 标样的选择

选择标样时，尽量选择与待测生铁试样化学成分相近、均匀性、稳定性好的标样进行控制校正分析仪器，以提高试样分析准确度和稳定性。

### 2.3 绘制校准曲线

依据待测生铁中钛、砷、锡含量的检测范围，选择钛元素含量在0.007 0%～0.510 0%、砷元素含量在0.001 7%～0.044 0%、锡元素含量在0.002 0～0.134 0%的标准样品绘制工作曲线，样品表面处理后，按照仪器测量条件测定标样强度，拟合校准曲线，其中钛、砷、锡的线性相关系数分别为0.995 1、0.992 1、0.992 5。

### 2.4 准确度试验

选取3个标准样品编号分别为672、675和3#作为未知样品，在绘制的工作曲线下分析所得钛、砷、锡测定结果与标准值比较，测定结果准确，分析误差较小，满足生产过程控制要求。结果见表6。

表6 准确度试验比对表(质量分数) %

| 样品编号 | 元素 | 标准值 | 分析值 | 分析误差 |
|---|---|---|---|---|
| 672 | As | 0.003 9 | 0.004 1 | 0.000 2 |
| 3# | As | 0.002 7 | 0.003 0 | 0.000 3 |
| 672 | Sn | 0.001 8 | 0.001 9 | 0.000 1 |
| 675 | Sn | 0.006 2 | 0.007 4 | 0.001 2 |
| 672 | Ti | 0.039 3 | 0.038 9 | 0.000 4 |
| 675 | Ti | 0.007 0 | 0.008 3 | 0.001 3 |

## 3 结束语

本试验方法确定生铁柱状样品切割厚度、试样抛光后的温度以及抛光用的磨料粒度，通过生产实际检测分析，分析数据稳定、可靠。可知本试验方法采取的制样方法、绘制的校准曲线用于炼钢用生铁化学成分分析是可行的。

## 参 考 文 献

[1] GB/T 20066—2006，钢和铁化学成分测定用试样的取样和制样方法[S].

[2] 萧民强，宋兆华，马秀艳. X射线荧光仪FP法测定生铁中多元素[J]. 现代仪器，2005，(2)：16－18.

[3] 甄洪香，徐增芹，葛镧. X－射线荧光光谱法测定生铁中硅和磷[J]. 冶金分析，2005，(8)：41－42.