X 射线荧光光谱法测定烧结矿中氧化亚铁含量

王振华,孙志峰,梁艳芳,李文静

(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:文章采用粉末压片 - X 射线荧光光谱法测定烧结矿中氧化亚铁,利用 Simultix 15 型 X 射线荧光光谱仪配置的衍射通道,建立了用 X 射线荧光光谱仪测定烧结矿中氧化亚铁含量的方法,方法的检测范围为 5.88% ~ 13.00%,建立的校准曲线线性相关系数达到 0.999。该方法检测速度快,分析结果准确,可替代经典化学湿法进行现场烧结矿中氧化亚铁的分析。

关键词:X 射线荧光光谱法;衍射;烧结矿;氧化亚铁

中图分类号:O657.34 **文献标识码**:B **文章编号**:1009 - 5438(2025)06 - 0089 - 04

Determination of Content of FeO in Sinter with X - ray Fluorescence Spectrometry

Wang Zhenhua, *Sun Zhifeng*, *Liang Yanfang*, *Li Wenjing*

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

Abstract: In this paper, the content of FeO in sinter is determined with pressed power pellet - X - ray fluorescence spectrometry. The method for determining content of FeO in sinter with X - ray fluorescence spectrometer is established with diffraction channel configured by Simultix 15 X - ray fluorescence spectrometer. The detection range of the method is 5.88% ~ 13.00% and linearly dependent coefficient of the calibration curve established could reach 0.999. The detection speed is fast and analysis results are accurate with this method, which could replace classical wet chemical method to analyze the FeO in sinter on site.

Key words: X - ray fluorescence spectrometry; diffraction; sinter; FeO

烧结矿是高炉冶炼的主要原料,烧结矿的质量对高炉冶炼的效果及高炉各项技术经济指标影响极大,主要对 TFe、SiO_2、CaO、MgO、F、S、FeO 等化学成分进行测定,其中 FeO 是一项较为重要的技术指标。FeO 含量的高低,与固体燃料的配比、烧结矿的碱度、转鼓强度等紧密相关。

氧化亚铁用传统湿法化学分析,耗时、费力且使用的化学试剂也较多;普通 X 射线荧光光谱仪[1]只配置固定道和扫描道进行元素分析,而对于铁的氧化物,由于无法区分在矿物中存在二价铁和三价铁的含量,因此无法直接进行亚铁测定。Simultix 15 型 X 射线荧光光谱仪除有 X 荧光通道外,还配置一

收稿日期:2024 - 10 - 16

作者简介:王振华(1982 -),女,内蒙古乌兰察布市人,高级工程师,现从事冶金分析工作。

个衍射通道。利用衍射原理,在X射线通过晶体时,一部分X射线会被晶体中的原子反射,产生散射现象。当X射线的波长与晶体的晶格常数相当或接近时,这些散射波的波长就会导致衍射,测定氧化亚铁时,在X射线荧光光谱仪铑靶的特征波长照射下,RhLα线的波长与亚铁原子的波长相近,衍射角为89.5°时,产生衍射现象[2]。应用FPC探测器进一步测定X射线荧光衍射强度,以测定氧化亚铁含量。利用Simutix 15型X射线荧光光谱仪测定氧化亚铁含量,结果准确,与化学法相比,缩短了检测时间,提高了工作效率。

1 实验部分

1.1 实验仪器和主要仪器工作参数

Simultix 15波长色散X射线荧光光谱仪(日本理学公司生产,端窗铑靶X射线光管,最大功率4 kW):配有X射线衍射道;MP-35型压力机;HM-1A型振动磨。测定烧结矿中氧化亚铁的X射线荧光光谱仪的工作参数见表1。

表1 X射线荧光光谱仪工作参数

项目	谱线	晶体	探测器	电压/kV	电流/mA	2θ/(°)	PHA范围	测定时间/s
FeO	Rh-Lα	Ge	FPC	50	50	89.5	100~300	20

1.2 样品制备

烧结矿试样粒度小于2 mm,在105~110 ℃温度下干燥1 h。称取35 g烧结矿试样进行制备,使之全部通过0.075 mm试样筛(实验筛),设置压力机压力为265 kN、保压时间为40 s,将试样放置在试样杯中进行压片,确保样片表面平整无裂纹[3]。

1.3 测定

用洗耳球吹样片表面后,将样片放置在样品盒中。在设定好的仪器分析参数下,按仪器分析要求进行分析测量。根据建立的烧结矿中氧化亚铁校准曲线,进行线性回归,求得氧化亚铁含量[4]。

2 结果与讨论

2.1 粒度

选择试样粒度在0.125 mm、0.107 mm、0.096 mm、0.084 mm、0.075 mm下,分别进行压片,测定X射线荧光衍射强度,结果见表2。

表2 不同粒度下测定氧化亚铁的X射线荧光衍射强度

粒度/mm	X射线荧光衍射强度值/kcps										RSD/%
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
0.075	1.454 8	1.452 8	1.439 5	1.443 6	1.435 9	1.463 7	1.469 6	1.451 1	1.442 9	1.458 6	0.75
0.084	1.473 5	1.475 3	1.483 0	1.498 3	1.464 9	1.480 7	1.456 0	1.481 5	1.497 5	1.502 1	1.00
0.096	1.560 9	1.508 9	1.542 8	1.554 3	1.552 0	1.543 6	1.537 8	1.526 5	1.525 8	1.583 8	1.06
0.107	1.567 2	1.565 5	1.525 2	1.560 0	1.578 4	1.561 1	1.569 1	1.578 2	1.552 8	1.542 8	1.05
0.125	1.584 5	1.529 4	1.549 3	1.532 1	1.558 2	1.542 6	1.543 7	1.550 4	1.555 6	1.499 5	1.43

由表2实验结果可见,烧结矿试样粒度为0.075 mm时RSD最小,因此选择烧结矿试样试样制备粒度为0.075 mm。

2.2 压力

设置压力机在200 kN、230 kN、250 kN、265 kN、295 kN、310 kN等不同压力下,保压时间为40 s进行压片,测定X射线荧光衍射强度(见图1)。

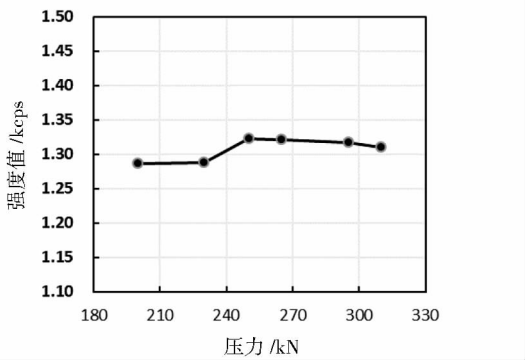


图1 不同压力下测定的X射线荧光衍射强度

由图 1 实验结果可见,随着压力增大,X 射线衍射荧光强度增大。在压力为 250 kN 时,X 射线荧光衍射强度开始趋于稳定,因此选择压力机压力为 265 kN。

2.3　电压和电流

Simultix 15 型 X 射线荧光光谱仪的 X 射线光管的最大功率为 4 kW,按照使用功率不大于 80% 的原则,对一烧结矿试样分别在 40 kV－50 mA、40 kV－60 mA、50 kV－50 mA、50 kV－40 mA 的不同电压、电流的试验条件下,测定氧化亚铁的 X 荧光衍射强度(见图 2)。

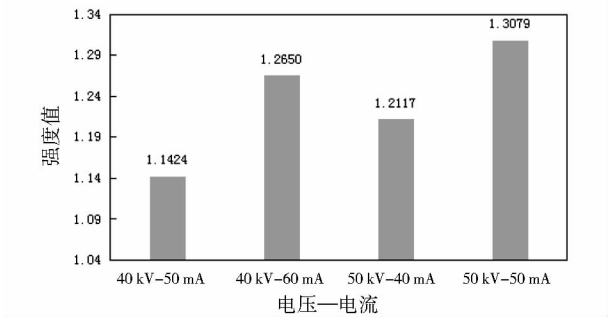


图 2　不同电压－电流下测定亚铁 X 射线荧光衍射强度

由图 2 实验结果可见,在 50 kV－50 mA 时亚铁可获得较大的 X 射线荧光衍射强度。

2.4　校准曲线的建立

选择基体一致、有氧化亚铁浓度梯度的烧结矿试样,作为校准样品建立校准曲线,应用化学法定值,校准曲线中氧化亚铁含量见表 3。

表 3　校准样品中氧化亚铁含量　%

名称	编号	FeO
烧结矿	S1#	5.88
烧结矿	S2#	6.83
烧结矿	S3#	6.97
烧结矿	S4#	7.52
烧结矿	S5#	8.46
烧结矿	S6#	8.89
烧结矿	S7#	9.73
烧结矿	S8#	10.62
烧结矿	S9#	11.81
烧结矿	S10#	13.00

按照最佳实验条件将烧结矿校准样品制备成压片,Simultix 15 型 X 射线荧光光谱仪在最佳实验条件下,依次测定 10 个烧结矿校准样品的 X 射线荧光衍射强度,将氧化亚铁含量作为横坐标,对应的 X 射线荧光衍射强度作为纵坐标,绘制校准曲线(见图 3),得到计算公式(1)。

氧化亚铁的校准曲线方程为:

$$W(\mathrm{FeO}) = 5.571\,031\ I_i + 0.741\,504 \qquad (1)$$

式中:W_{FeO} 为待测烧结矿中氧化亚铁的含量;I_i 为待测烧结矿中氧化亚铁的 X 射线荧光衍射强度。线性范围为 5.88% ~13.00%,相关系数为 0.999 1。

一般 X 荧光光谱仪通过安装的软件,根据绘制的校准曲线及计算公式自动计算得出待测烧结矿中氧化亚铁的含量。在绘制校准曲线时,若基体发生变化,会对准确度有影响,校准试样要与待测试样基体匹配一致。

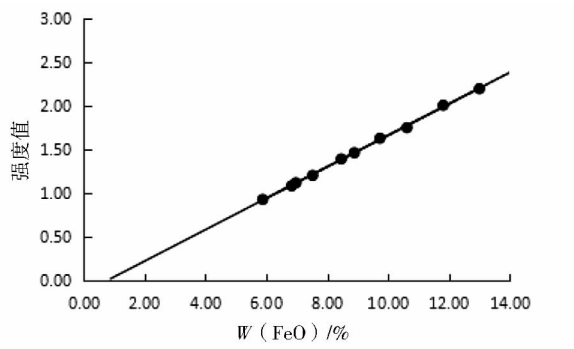


图 3　氧化亚铁的校准曲线

2.5　准确度

利用 X 荧光光谱仪软件,根据绘制的烧结矿氧化亚铁校准曲线,测定 7 个烧结矿试样,其基体与绘制校准曲线使用的烧结矿基本一致。X 荧光光谱法的测定结果与化学法 GB/T 6730.8—2016《铁矿石 亚铁含量的测定 重铬酸钾滴定法》的方法比对[5],差值在 0.01% ~0.16% 之间,均小于方法 GB/T 6730.8—2016 中氧化亚铁的允许差,可以看出采用本法测定烧结矿氧化亚铁的含量,结果准确。具体检测比对数据见表 4。

表 4　X 荧光光谱法与化学法测定亚铁的比对结果量　%

编号	FeO 测定值		结果差值
	X 荧光光谱法	化学法	
SXSJSJ2409051211	7.70	7.69	0.01
SXSJSJ2409051811	8.26	8.39	−0.13
SXSJSJ1409060311	8.70	8.55	0.15
SXSJSJ1408271511	9.50	9.34	0.16
SXSJSJ1410301811	8.83	8.98	0.15
SXSJSJ2411040011	7.72	7.75	−0.03
SXSJSJ2411110011	10.00	9.97	0.03

2.6 精密度

用2个烧结矿试样,按照实验设计的最佳分析方法和仪器分析条件,进行了11次测定,检查精密度,试验结果见表5。

表5 精密度实验结果 %

编号	FeO测定值						平均值	相对标准偏差RSD
SXSJSJ1408241511	8.42	8.50	8.36	8.49	8.39	8.41	8.44	0.58
	8.39	8.46	8.50	8.41	8.46			
SXSJSJ2409021811	9.49	9.40	9.45	9.43	9.52	9.38	9.45	0.64
	9.48	9.40	9.41	9.38	9.56			

由表5可见,通过该方法测定烧结矿中氧化亚铁的结果,相对标准偏差RSD均小于5%,该方法精密度良好。

3 结束语

利用X射线荧光光谱法测定烧结矿中氧化亚铁含量,通过试验对样品制备、仪器条件进行了优化。试验表明,在烧结矿基体一致的情况下,将烧结矿试样制备成粒度为0.075 mm,经压力机在265 kN压力下压片,由Simultix 15 X荧光光谱仪测定X射线荧光衍射强度,所绘制的校准曲线线性良好。采用X荧光光谱法(衍射道)可准确测定烧结矿中氧化亚铁含量,操作简单,准确度和精密度良好,可提高工作效率,能更好地服务于烧结生产。

参 考 文 献

[1] 罗立强,詹秀春,李国会. X射线荧光光谱分析[M]. 北京:化学工业出版社,2015.

[2] 徐勇,范小红. X射线衍射测试分析基础教程[M]. 北京:化学工业出版社,2014.

[3] 尹显武. 用粉末压片法测定烧结矿中主元素[J]. 天津冶金,2019(3):46-48.

[4] 史玉奎. X射线荧光光谱法测定高炉除尘灰中4组分[J]. 冶金分析,2010,30(2):51-54.

[5] GB/T 6730.8—2016 铁矿石亚铁含量的测定 重铬酸钾滴定法.

(上接第4页)

(2)巧妙地结合现有设备组件结构设计主传动轴部件故障在线监测装置。当主传动轴部件开始出现故障时,主传动轴本体会带动主传动轴平衡支撑装置上下动作,进而带动联杆支架转动。在联杆支架装置上加装联接杆,联接杆末端设置线性位移传感器,监测出主传动轴本体的中心位移变化量。

(3)采集轧机加载信号作为主传动轴本体的中心位置的初始参考值,实时监测主传动轴中心位置相对于该值的变化量,编制实时计算和自动分析程序,实现实时故障状态监测、报警及停机联锁保护。

实际应用取得了显著效果,我们申请了专利,获专利授权(专利号ZL202320852881.4),且该技术成果获全国机械冶金行业职工技术创新成果一等奖。

4 结束语

在分析宽厚板轧机主传动轴组件故障特点的基础上,以轧机的主传动轴本体中心位置变化量作为主传动轴组件故障特征量,巧妙地结合现有设备组件结构设计了主传动轴组件故障实时在线监测装置。采集轧机加载信号作为主传动轴本体的中心位置的初始参考值,实时监测主传动轴中心位置相对于该值的变化量,编制实时计算和自动分析程序,实现实时故障状态监测和报警及停机联锁保护。

经实际应用验证,研发的宽厚板轧机主传动轴组件故障在线监测技术对于宽厚板轧机主传动轴组件故障的监测非常有效,有广泛的行业推广应用价值。

参 考 文 献

[1] 张景进. 中厚板生产[M]. 北京:冶金工业出版社,2005.

[2] 刘福义. 济钢中厚板厂3 200 mm粗轧机主传动系统的改造[J]. 宽厚板,2005,11(1):19-21.