

Определение содержания FeO в агломерате железной руды с помощью многоканального рентгенофлуоресцентного спектрометра с дополнительным дифракционным каналом

УДК 543.427.42

Рентгенофлуоресцентная спектрометрия – это быстрый и точный метод анализа, отвечающий современным требованиям металлургической отрасли. В статье предложен комплексный подход, реализованный в рентгенофлуоресцентном многоканальном спектрометре *Simultix15 Rigaku* с дисперсией по длине волны. Для количественного определения содержания закиси железа в агломерате железной руды в спектрометре предусмотрен режим с использованием рентгеновской дифракции. Другие компоненты образцов определяются на том же приборе с помощью рентгеноспектральных каналов. Приведены калибровочные графики и результаты теста на повторяемость.

Ключевые слова: многоканальный волнодисперсионный рентгенофлуоресцентный спектрометр, градуировочная характеристика, рентгеновская дифракция, агломерат железной руды

Статья получена 15.07.2021

Принята к публикации 6.08.2021

Введение

Содержание закиси железа FeO, в состав которой входит двухвалентное железо Fe²⁺, в агломерированной железной руде необходимо контролировать для улучшения восстановимости и мониторинга температуры в доменных печах при производстве чугуна.

Обычно Fe²⁺ в агломерате железной руды определяют титриметрическим методом. При этом пробы растворяют кислотами и далее их титруют раствором бихромата калия. После завершения процедуры анализа отходы кислот и других вредных жидкостей

утилизируют, что требует больших затрат времени и средств.

С другой стороны, существует отличная корреляция между содержанием компонентов: FeO и Fe₃O₄ (магнетит: Fe₂+Fe₃+2O₄) в железорудном агломерате.

Содержание FeO может быть определено путем анализа Fe₃O₄ методом дифракции рентгеновских лучей.

Рентгенофлуоресцентный многоканальный спектрометр *Simultix15 Rigaku* с дисперсией по длине волны может быть оснащен дифракционным каналом для определения содержания FeO, настроенный на дифракционный пик магнетита. Это означает,

что нет необходимости использовать отдельную рентгенодифракционную систему для анализа FeO.

В этом случае подготовка порошкового образца очень простая. Пробы агломерата прессуются в кольца или чашки с усилием 100–300 кН с образованием таблеток (дисков). Поэтому влияние человеческого фактора незначительное, а общее время анализа занимает минимальное время.

В статье представлены результаты количественного определения содержания в агломерате FeO с использованием рентгенодифракционного канала, а также других компонентов с помощью рентгеноспектральных каналов спектрометра Multix15 Rigaku.

Оборудование

Multix15 Rigaku – многоканальный волнодисперсионный спектрометр, который позволяет одновременно измерять все элементы в анализируемой пробе. Прибор обладает высокой надежностью и стабильностью и был специально разработан для рутинного производственного контроля с высокой скоростью и точностью.

Модель Multix15 Rigaku оснащена рентгеновской трубкой мощностью 4 или 3 кВт и фиксированными каналами для определения заданных компонентов в пробе. Всего в спектрометре максимально возможно установить до 30 фиксированных каналов (дополнительно до 40 каналов).

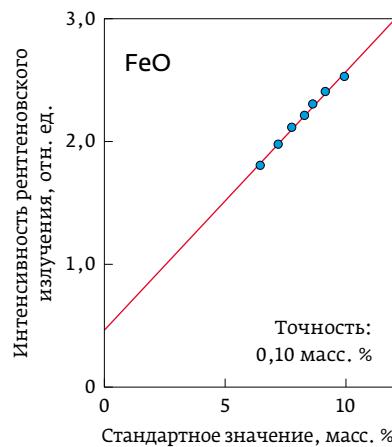


Рис. 1.
Калибровочный график FeO, полученный с использованием рентгенодифракционного канала

Режим работы Multix15 Rigaku с возможностью анализа FeO обеспечен рентгеновской трубкой мощностью 4 кВт, дифракционным каналом для определения содержания FeO, а также фиксированными каналами (максимально до 24) для определения содержания элементов в пробе рентгенофлуоресцентным методом.

Дополнительно спектрометр может быть оснащен интеллектуальным автоматическим загрузчиком образцов на 48 проб.

Программное обеспечение спектрометра, благодаря структуре Flowbar (ниспадающее меню), облегчает работу пользователя по созданию градуировочных характеристик.

Таблица 1. Результаты теста повторяемости

	FeO (XRD), масс. %	T.Fe, масс. %	SiO ₂ , масс. %	CaO, масс. %	Al ₂ O ₃ , масс. %	MgO, масс. %	TiO ₂ , масс. %	Mn, масс. %	P, масс. %	S, масс. %
S1	6,52	55,23	5,25	6,25	1,968	1,40	0,144	0,497	0,0598	0,0101
2	6,50	55,19	5,26	6,24	1,971	1,40	0,144	0,496	0,0607	0,0098
3	6,51	55,20	5,25	6,25	1,967	1,40	0,144	0,496	0,0593	0,0100
4	6,53	55,19	5,25	6,25	1,968	1,39	0,144	0,496	0,0598	0,0102
5	6,50	55,19	5,26	6,24	1,964	1,40	0,144	0,496	0,0599	0,0096
6	6,48	55,21	5,25	6,25	1,965	1,40	0,144	0,496	0,0600	0,0102
7	6,49	55,18	5,24	6,25	1,970	1,40	0,143	0,496	0,0600	0,0098
8	6,51	55,20	5,25	6,25	1,971	1,40	0,144	0,496	0,0599	0,0104
9	6,45	55,18	5,25	6,25	1,971	1,40	0,144	0,496	0,0602	0,0100
10	6,48	55,22	5,26	6,25	1,963	1,40	0,145	0,496	0,0605	0,0095
Среднее	6,50	55,20	5,25	6,25	1,968	1,40	0,144	0,496	0,0600	0,0100
Ст. откл.	0,023	0,016	0,005	0,003	0,0028	0,003	0,0005	0,0005	0,0004	0,0003
R.S.D., %	0,36	0,03	0,09	0,05	0,14	0,22	0,33	0,10	0,67	2,82

Подготовка проб и условия эксперимента

Для работы брали навески проб по 8 г, которые в дальнейшем прессовали с усилием 80 кН в кольца из ПВХ (внутренний диаметр кольца 31 мм).

Измерения проводили в вакууме на спектрометре Multix15 Rigaku в режиме анализа FeO.

В программе измерения пробы было предусмотрено применение щели. При работе с дифракционным каналом между рентгеновской трубкой и образцом помещалась параллельная щель. В свою очередь, при работе на каналах для флуоресцентного анализа параллельную щель не использовали. Условия возбуждения: 50 кВ и 60 мА; время измерения одной пробы составило 40 с для каждого из типов анализа

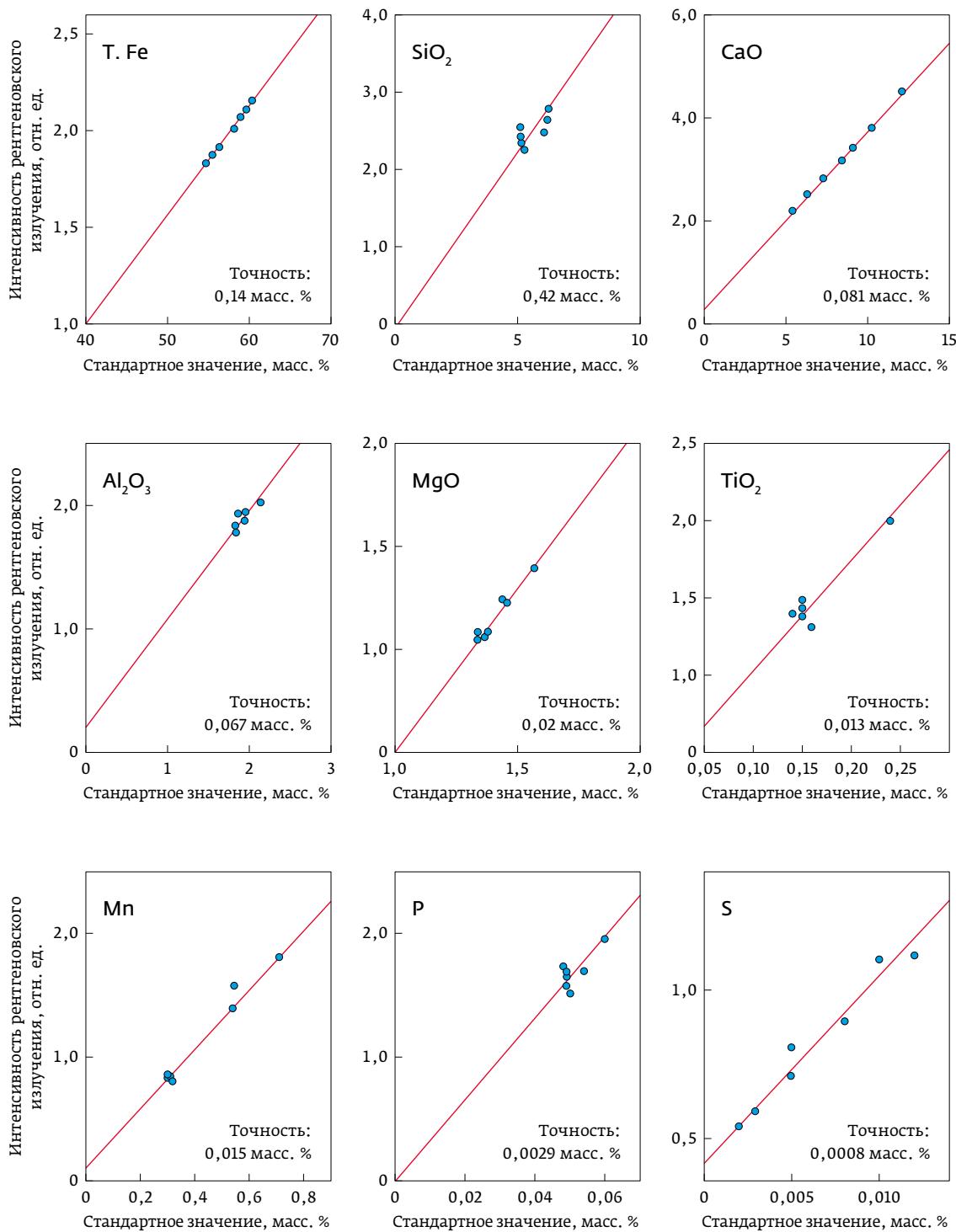


Рис. 2.
Калибровочные
графики
агломерата
с использованием
фиксированных
рентгено-
спектральных
каналов

(рентгенодифракционный и рентгеноспектральный).

Калибровка

Для построения градиуровочных характеристик (калибровочных графиков) применяли собственные стандартные образцы агломерата.

Калибровочный график для FeO, полученный с использованием дифракционного канала, показан на рис. 1, точность калибровки составила 0,10 масс. %.

Калибровочные графики для определения содержания в пробах агломерата других компонентов с помощью рентгеноспектральных каналов, показаны на рис. 2.

Точность калибровки рассчитывали по следующей формуле:

$$\text{Точность} = \sqrt{\frac{\sum (C_i - \hat{C}_i)^2}{n-m}},$$

где C_i – расчетное значение стандартного образца, \hat{C}_i – сертифицированное значение стандартного образца, n – количество стандартных образцов, m – степень свободы (2: линейная, 3: квадратичная).

Тест на повторяемость проводили в виде серий по десять повторов измерения каждого компонента. Результаты представлены в табл. 1.

Заключение

Спектрометр Simultix15 Rigaku, оснащенный дифракционным каналом для анализа FeO, дает хорошие результаты по определению в агломератах содержания FeO, а также других компонентов с помощью фиксированных рентгеноспектральных каналов. Описанный метод значительно снижает затраты и время на проведение анализа железной руды и агломерата, а многоканальная система спектрометра лучше всего подходит для заводских лабораторий, где требуется обработка большого объема проб при контроле качества технологического процесса.

Комбинация спектральных и дифракционных каналов в Simultix15 Rigaku – лучшее решение для контроля качества технологического процесса агломерации железорудной шихты при производстве чугуна.

Подготовил к. ф.-м. н. Н. Н. Герасименко
по материалам: <https://www.rigaku.com/applications>



Rigaku
Leading With Innovation

Представитель Ригаку Корпорэйшн в странах СНГ:



E-Globaledge Corporation
イーグローバレッジ株式会社

123610, Россия, г. Москва,
Краснопресненская наб., 12, ЦМТ
Тел.: +7 495 967 0959;
E-mail: info@e-globaledge.ru
www.e-globaledge.ru

Надежный спектрометр для высокопроизводительного элементного анализа при круглосуточной эксплуатации



Многоканальный волнодисперсионный рентгеновский флуоресцентный спектрометр Simultix 15

Главные преимущества:

- Анализ элементов от Be4 до U92 (до 40 фиксированных каналов);
- Установка дифракционных каналов позволяет проводить фазовый анализ, а также совместный количественный анализ методами XRF и XRD;
- Сканирующий гониометр с ПО для бесстандартного анализа элементов от F до U;
- Предназначен для автоматизации, может быть оснащен 48-позиционным автоматическим загрузчиком образцов, доступен опциональный модуль загрузки образцов (SSL), который обеспечивает автоматическую подачу образцов из сторонней системы подготовки проб;

www.rigaku.com