· 技术简报 ·

精钒中微量铁的X射线荧光分析

林 进 钦

（攀钢钢研所）

工业纯五氧化二钒中微量三氧化二铁的测定，化学法分析困难，采用X荧光法进行方法试验，取得了良好效果。

（一）试样的制备

由于是高纯物的杂质分析，五氧化二钒粉末粘度低，不添加粘结剂无法压样成型，故采取在820℃[1]高温将其在Pt—Au坩埚中熔融，取出摇匀控制适当温度注入另一Pt—Au铸型坩埚成片。然后先在普通金刚砂纸磨平，再在M_7(05#)金相砂纸抛光。注意磨时不得用力太大，以免破裂。样品直径约为3.1～3.3cm，厚度约为4mm。Pt—Au合金坩埚见图1。

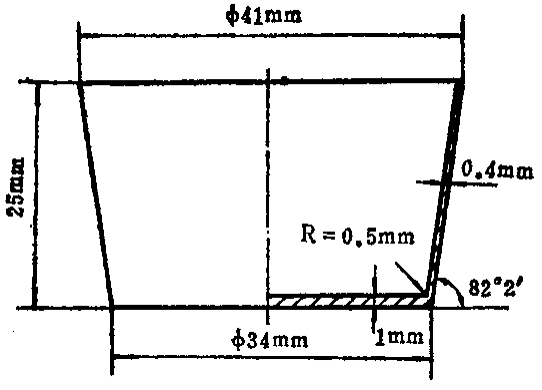

图1　Pt95%——Au5%熔融兼铸型坩埚

（二）关于背景问题

严格控制操作过程带来的污染，用光谱纯五氧化二钒(含F_2O_3低于0.00003%)作为空白基体。虽然仪器靶材杂质及分光室各元件产生了较强背景，但对于同一仪器，在相同的工作条件下基本上是恒定值。本实验测得空白背景计数相对标准偏差为0.82%，见表1。

光谱纯V_2O_5空白背景计数统计　表1

实测脉冲计数	平均值 $\bar{X}$	与平均值之差 IB—$\bar{X}$	标准偏差 δ	相对标准偏差
1651		9		
1649		11		
1673	1660	18	δ=±13.54	C=0.82%
1644		16		
1668		8		
1675		15		

（三）仪器工作条件[3]

使用的仪器为MK—Ⅰ型Y250X射线荧光仪，X射线源为钨靶X—射线管，管压为40KV，管流20mA，探测器为T160流气正比计数管，EHT电压为850V。工作方式采用低真空积分，基线电压为25V，定

标为N，参比计数为3×10^5，以LiF(200)为分光晶体，测得FeKα谱线2θ角为57.20°。

（四）工作曲线绘制

用光谱纯五氧化二钒作基体，准确加入Fe_2O_3，合成一套标准样品进行测定，将所测得FeKα谱线净强度对其百分含量作图2。分析结果见统计表2。

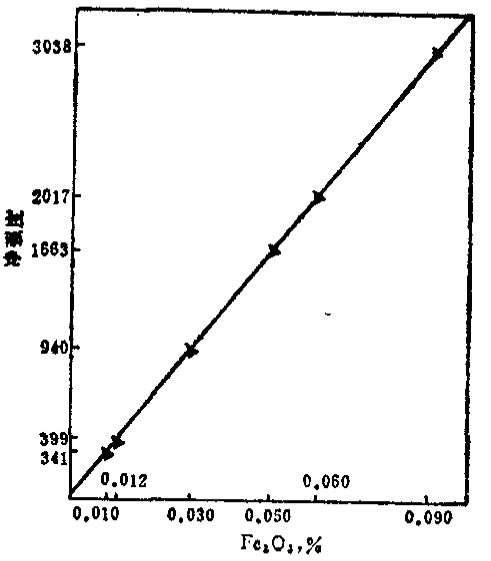

图2 标准工作曲线

（五）方法的考查

由于没有化学分析结果可供对照，我们采用增量法，在精钒样品中准确加入不同量的纯Fe_2O_3，制成七个样品，进行分析，获得结果见表3。

精钒中微量Fe_2O_3 X射线分析结果及其统计数据 **表 2**

序号	本法分析结果	平均值 $\bar{X}$	标准含量	与平均值之差	标准偏差 δ	相对标准偏差 C,%	本法分析值变动极限 %
1	0.010	0.010	0.010	0.000	δ=±0.00041	C=4.1	0.010±0.001
	0.010			0.000			
	0.010			0.000			
	0.010			0.000			
	0.009			0.001			
	0.010			0.000			
2	0.093	0.091	0.090	0.003	δ=±0.0018	C=2.0;	0.091±0.004
	0.092			0.002			
	0.090			0.000			
	0.091			0.001			
	0.088			0.002			
	0.090			0.000			
	0.089			0.001			
	0.093			0.003			
	0.089			0.001			

（六）结论

1.对于高品位精钒，由于基体相当稳定，待测元素含量变化也很窄，采用空白基体扣除背景进行低含量元素的分析是可靠简便的[1]。

（下转第107页）

·成果鉴定·

攀枝花钛精矿预还原—密闭电炉冶炼钛渣半工业试验通过鉴定

攀枝花钛精矿预还原——密闭电炉冶炼酸溶性钛渣工艺研究，在攀枝花钢铁研究院和贵阳铝镁设计研究院共同合作下，于1983年12月在250KAV电炉上完成了全流程半工业性试验，主要技术经济指标达到预期的效果。1984年5月初由冶金部和中国有色金属工业总公司主持通过了鉴定。其工艺技术可行，技术经济指标较好，为我国钛渣生产开辟了一条新途径。

在密闭电炉熔炼过程中，炉况稳定，炉料自沉，能连续冶炼，电耗平均1862 kwh/t渣，石墨电极消耗16.02kg/t渣，半钢含硫较低，可直接冶炼成低合金钢和碳素结构钢。

该工艺的主要设备、冶炼工艺、操作技术在半工业试验中已基本解决，可为设计工业规模试验装置提供依据。

攀枝花钢铁研究院科技处

（上接第101页）

样品分析结果与实际含量对照表　表3

样品编号	12*	13*	14*	15*	16*	18*	19*
本法分析值	0.019	0.052	0.068	0.110	0.134	0.070	0.091
实际含量	0.021	0.053	0.071	0.101	0.131	0.067	0.091

2.不加任何稀释剂的熔融铸片法，既避免了熔剂的影响，又保证了分析灵敏度，与化学法相比操作简单快速，精度也满足了要求。

参考文献

〔1〕谢忠信等，X射线光谱分析，北京科学出版社，1982，280～282.
〔2〕中南矿冶学院分析化学教研室等编，化学分析手册，北京科学出版社，1982，289.
〔3〕林进钦，钢铁钒钛，1（1980），59—64.