

熔融法测定硅锰合金**Determination of silicon manganese alloy by glass bead for
X-ray fluorescence spectrometry****1. 概述**

硅锰合金是由锰、硅、铁及少量碳和其它元素组成的合金，是一种用途较广、产量较大的铁合金。硅锰合金是炼钢常用的复合脱氧剂，又是生产中、低碳锰铁和电硅热法生产金属锰的还原剂。锰硅合金按锰、硅及其杂质含量的不同，分为多个牌号，其化学成分也相差较多。在钢厂硅锰合金作为炼钢原料，对其成分有着严格要求，不同牌号的硅锰合金其价格和用途也不同，所以化学成分的检验非常重要。由于受市场供求关系的影响，钢厂的原料来源不固定，相同牌号的合金可能来自不同的厂家，由于不同冶炼工艺生产的硅锰合金组织结构不同，由此造成的基体差别使得荧光分析较为困难，采用压片法很难获得满意的分析结果。通过多次尝试，我们采用低温预氧化处理试样，然后转入高温熔融，制备成玻璃熔片，获得较好的分析结果，此方法用于分析硅锰合金中的 Si、Mn、P、Fe 分析精度良好。

2. 方法简介

X 荧光光谱分析以元素发射的特征 X 射线波长和强度作为分析依据，根据测得的特征波长确定样品中存在何种元素，这就是所谓的定性分析。根据测得的特征谱线的强度确定某元素在样品中的含量，这就是定量分析，在某种意义上讲元素含量与测得的 X 射线强度成一定比例关系，这是定量分析的依据。

X 荧光光谱分析具有光谱干扰少、分析速度快、分析范围广等优点。与所有仪器分析一样，X 荧光分析是一种相对分析方法，定量分析需要有标样的支持。在 X 荧光分析中基体效应是影响分析准确度的重要因素，除分析元素之外的一切因素均为基体效应，所以基体效应是多种多样的，其中包括元素间的吸收增强效应、粒度效应、基体结构影响等。现代分析仪器具有强大的分析软件支持，基体元素间的吸收、增强等基体效应可以采用数学校正模式加以修正，然而，有些基体效应是无法用数学模式进行修正的，例如：物质结构的影响、元素价态的影响等。在 X 荧光光谱分析中，为了降低基体效应提高准确度，通常要求分析试样与用于建立工作曲线的参考标样具有相同或类似的结构和组成。

制样方法是保证分析准确度关键因素之一，简单的物理制样手段粉碎、压片等，无法完全克服基体效应，分析精度达不到要求。为了获得一致的基体，玻璃熔片分析方法被广泛采用。采用玻璃熔片法消除了粒度效应，降低了元素间的干扰效应，破坏了试样的基本结构，元素的任何存在形式都被硼酸盐形式代替。同时可以加入内标、氧化剂、重吸收剂等添加剂，从而使分析精度更进一步提高。另外，在标准

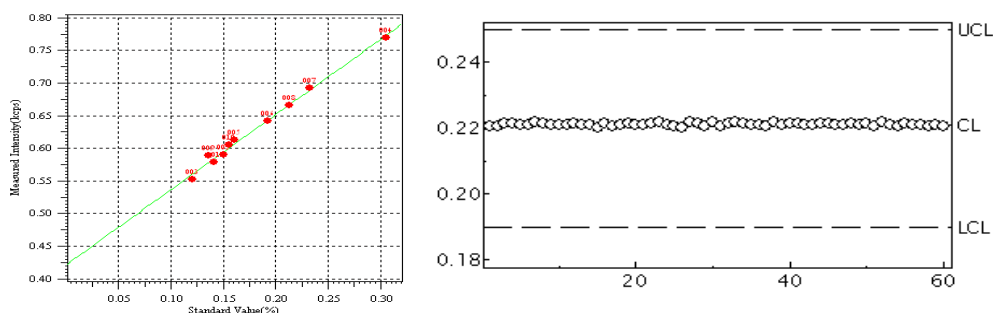


样品数量不足时可以采用配制的方法获得。熔融法的采用使得荧光分析的领域进一步拓宽，并且很大程度的提高了准确度，目前很多品种都采用熔融分析法，分析准确度可以与传统的经典分析方法相媲美。

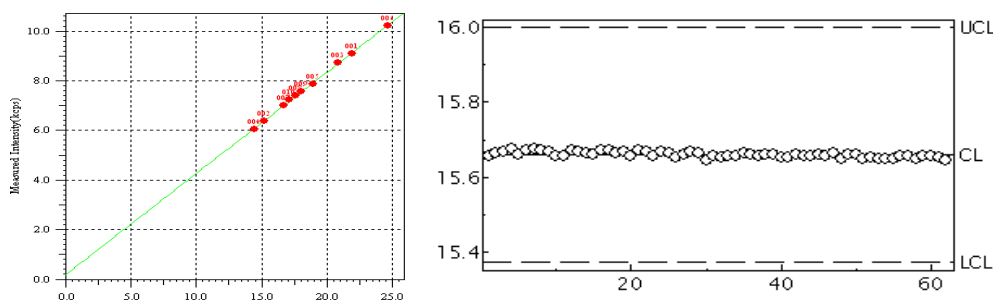
硅锰合金是铁合金的一种，其主要成分 Si、Mn、Fe 等均以还原态存在，这种还原态的金属在高温下可以与铂形成合金，降低铂的熔点，损坏白金坩埚，因此，这种合金是无法用白金坩埚直接熔融的。为了达到熔融的目的必须先对合金进行氧化处理，使其转变为高价态的氧化物，采用氧化剂低温预氧化处理便实现了这一目的，使得铁合金熔融分析成为可能。

3. 分析数据

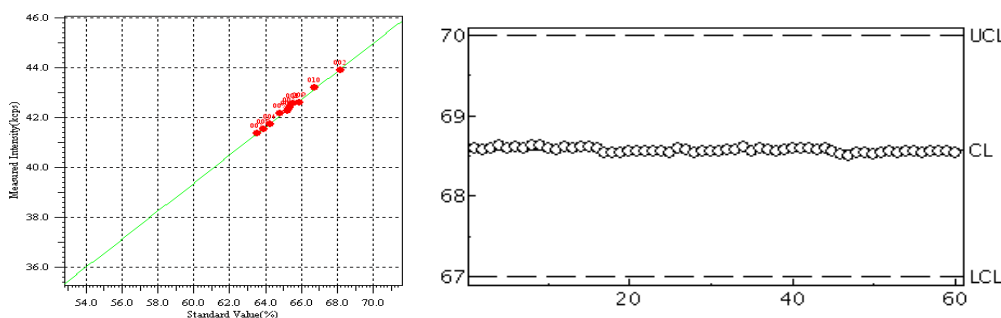
采用熔融法分析硅锰合金不必考虑基体结构的影响，但是必须保证制作工作曲线的标样有一定梯度，这样工作曲线才有更好的实用性，采用国家标样可以满足这一要求，并且如果成分不合适还可以用锰铁共同配制，另外，本方法同样适用于锰铁。下图例举了某用户使用国家标样分析硅锰的一些曲线，曲线的线性非常好，最大误差小于国标方法允许值。硅锰中的 Fe，作为残余元素，很多标样中铁的含量没有给出，工作曲线采用的是 100% 减去其他元素的总量作为铁的量，因此存在一定偏差。分析结果仅作为考察总量用，不能作为分析结果报告值。



硅锰中的 P 的检量线及稳定性



硅锰中的 Si 的检量线及稳定性

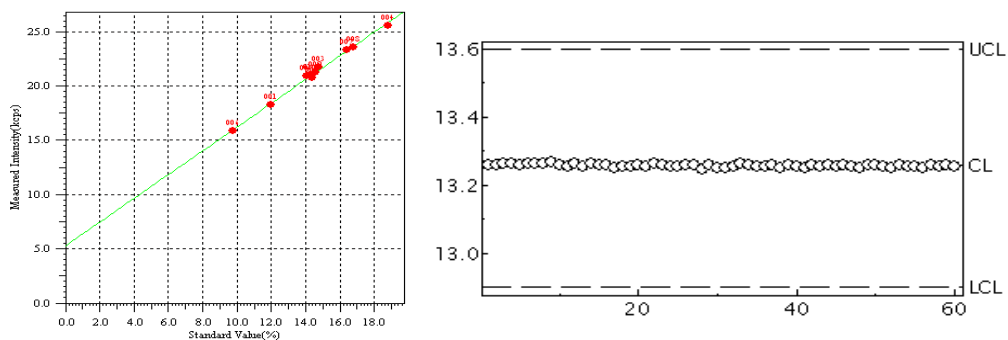


硅锰中 Mn 的检量线及稳定性



岛津企业管理(中国)有限公司 大型分析仪器部

北京	北京市朝阳区朝外大街16号 中国人寿大厦14F	邮政编码 100020	电话 (010) 8525-2365	传真 (010) 8525-2327
上海	上海市淮海西路570号 红坊G栋401-403	邮政编码 200052	电话 (021) 2201-3881	传真 (021) 2201-3800
广州	广州市流花路109号之9 达宝广场703-706 室	邮政编码 510010	电话 (020) 8710-8619	传真 (020) 8710-8698



硅锰中 Fe 的检量线及稳定性

4. 结论

采用熔融法分析硅锰合金解决了基体影响问题，可以用于钢铁厂进厂合金了的检验，分析的速度和准确度满足要求。但是，由于分析过程的稀释比较大，试剂的空白影响较为严重，试验中应重点关注 P、和铁的空白值。



岛津企业管理(中国)有限公司 大型分析仪器部

北京	北京市朝阳区朝外大街16号 中国人寿大厦14F	邮政编码 100020	电话 (010)8525-2365	传真 (010)8525-2327
上海	上海市淮海西路570号 红坊G栋401-403	邮政编码 200052	电话 (021)2201-3881	传真 (021)2201-3800
广州	广州市流花路109号之9 达宝广场703-706 室	邮政编码 510010	电话 (020)8710-8619	传真 (020)8710-8698