

熔融制样-X 射线荧光光谱法测定 除尘灰中 10 种组分

范佳慧, 周莉莉, 朱春要, 张珂

(江苏省(沙钢)钢铁研究院, 江苏张家港 215625)

摘要: 由于除尘灰组分复杂, 逐一分析难度较大, 因此, 采用熔融制样-X 射线荧光光谱法(XRF)测定除尘灰中多种组分。实验采用在 950℃ 除 C, 选择质量比为 2:1 的 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ - LiBO_2 为熔剂, LiNO_3 为氧化剂, LiBr 溶液为脱模剂进行熔融制样, 采用铁矿石标样绘制校准曲线, 并通过在含锌矿标样加入 ZnO 基准试剂的方法扩大了 Zn 的分析范围, 以满足不同类型除尘灰中 Zn 含量差别的要求。各组分校准曲线的线性相关系数为 0.9981~0.9999。实验方法用于测定 1 个除尘灰中 TFe 、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 CaO 、 MgO 、 MnO 、 P 、 Na_2O 、 K_2O 、 Zn , 各组分测定结果的相对标准偏差(RSD, $n=10$)为 0.071%~1.7%; 按照实验方法测定 5 个除尘灰样品(包括高炉除尘灰、转炉除尘灰和污泥等)中 10 种组分, 并与化学湿法进行比较, 测定结果相符。

关键词: X 射线荧光光谱法; 熔融制样; 除尘灰; 主次组分

中图分类号: O657.34

文献标志码: A

文章编号: 1000-7571(2019)10-0061-06

除尘灰是钢铁企业最主要的污染物, 每年产量巨大, 仅烧结除尘灰产量就超过 1000 万 t, 是 $\text{PM}_{2.5}$ 的主要污染源, 对环境影响严重^[1-2]。除尘灰包含布袋灰、高炉灰、转炉灰、电炉灰、污泥等。由于环境问题亟待解决, 因此, 确定除尘灰各组分的含量成为钢铁行业首要解决的问题。

除尘灰通常由含铁化合物、 CaO 、 SiO_2 、 MgO 组成, 并存在 K 、 Na 、 P 等微量元素, Zn 含量根据除尘灰种类的不同也有较大差异。目前对于各组分的含量分析, 需要利用不同方法。其中 TFe 、 SiO_2 、 CaO 、 Al_2O_3 采用化学湿法分析^[3-7], MnO 、 MgO 、 P 采用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)^[8]测定, K 、 Na 、 Zn 采用原子吸收光谱法(AAS)^[9]测定, 上述方法在一定程度上存在操作繁琐、分析时间长、工作效率低等问题。

X 射线荧光光谱法(XRF)具有分析速度快, 可进行多组分同时检测的特点。文献[10-11]基于粉末压片对除尘灰中全铁及有害元素含量进行了测定, 文献[12-13]基于熔融制样对不锈钢除尘灰中 Fe 、 Cr 、 Ni 及高炉除尘灰中主要组分进行了测定, 但关于不同类型除尘灰中主次组分的测定

还鲜见报道。本文选取高炉除尘灰、转炉除尘灰、污泥等多种来源不同的样品, 将除尘灰在适当温度除 C, 选择合适的熔剂、稀释比、氧化剂和脱模剂, 用铁矿石标样、含锌铁矿标样和 ZnO 基准试剂混合制成人工合成校准样品绘制校准曲线, 在此基础上准确测定除尘灰中各组分含量, 对除尘灰的研究及后续的环保防治都有很大的参考价值。

1 实验部分

1.1 主要仪器及测量条件

ZSXPrimus II 型 X 射线荧光光谱仪(日本理学公司)。X 光管工作条件: 电压为 50 kV, 电流为 60 mA; PR 气体流量为 5 L/min; 视野光阑为 30 mm, 无滤光片。各组分测量条件见表 1。

AnalyMate-V8C 型高频熔样机(北京静远世纪科技有限责任公司); N31/H 箱式电阻炉(德国 Nabertherm 公司); FT101A 型电热鼓风干燥箱(镇江丰泰化验制样设备有限公司); XP204 万分之一天平(梅特勒-托利多公司); 铂-黄坩埚(95% Pt-5% Au)。

收稿日期: 2019-05-22

作者简介: 范佳慧(1993—), 女, 工程师, 硕士, 主要从事冶金分析工作; E-mail: 597574731@qq.com

表 1 分析元素的测量条件

Table 1 Measuring conditions of analyzed element

元素 Element	谱线 Spectral line	衰减器 ABS	晶体 Crystal	探测器 Detector	峰值(2θ) Peak value/(°)	测量时间 Measurement time/s
Si	Kα	1/1	PET	PC	109.058	50
Al	Kα	1/1	PET	PC	144.796	50
Ca	Kα	1/1	LiF1	PC	113.138	40
Mg	Kα	1/1	RX25	PC	38.23	60
Mn	Kα	1/1	LiF1	SC	62.96	40
P	Kα	1/1	Ge	PC	141.190	50
Na	Kα	1/1	RX25	PC	57.500	60
Fe	Kα	1/10	LiF1	SC	136.690	60
K	Kα	1/1	LiF1	PC	41.782	20
Zn	Kα	1/10	LiF1	SC	141.190	60
Br	Kα	1/1	LiF1	SC	29.950	40

注:其中 Br 仅进行强度测定,用于 Al 谱线修正。

1.2 样品制备

称取 1.00 g(精确至 0.0001 g,质量为 m_1)试样置于预先干燥并已恒重的瓷舟(瓷舟质量为 m_2)中,于马弗炉中灼烧 2 h,设置温度为 1050 °C,取出冷却后称重(质量为 m_3),烧失量为 $m_1 + m_2 - m_3$,按式(1)得出烧失系数 A_f 。放入干燥器中待用。

$$A_f = 1 - \frac{m_1 + m_2 - m_3}{m_1} \times 100\% \quad (1)$$

称取 6.0000 g(精确至 0.0002 g)混合熔剂于铂-黄坩埚中,再称取 0.4000 g(精确至 0.0002 g)试样于混合熔剂上,将试样用混合熔剂覆盖,滴加 1 mL 300 g/L LiNO_3 溶液,12 滴 400 g/L LiBr 溶液,置于高温干燥箱中 155 °C 干燥 10~15 min 后取出,放入高频熔样机中,设置熔融条件为 650 °C 预氧化 3 min,1050 °C 熔融 8 min。熔样完成后取出冷却,依次放入密闭塑料袋中贴上标签,于干燥箱中备用。

1.3 结果计算

样品中各组分的含量由 XRF 分析结果与烧失系数 A_f 按式(2)计算得出。

$$\omega = \omega_{\text{XRF}} \times A_f \quad (2)$$

式中: ω 为除尘灰样品中各组分含量,%; ω_{XRF} 为采用 XRF 测定各组分含量,%; A_f 为烧失系数。

2 结果与讨论

2.1 除碳方式选择

除尘灰由于种类的差别,含 C 量也有所不同,C 的质量分数在 10%~50% 之间。而 C 作为还原性物质,高温时会腐蚀铂-黄坩埚,且烧失量大的样品对实验结果影响较大。因此选择不同除尘灰样品,在 700、800、850、900、950、1050 °C 进行烧失试验,灼烧时间设定为 2 h。结果表明,随着温度升高,烧失

系数减小,并在 950 °C 时趋于稳定。在 1050 °C 时有明显的烧焦、结块现象,部分除尘灰样品有金属析出,故不能采用该温度。因此选择除 C 温度为 950 °C,灼烧时间为 2 h。

2.2 氧化剂及用量

除尘灰中含 Fe、Zn 等还原类金属,直接熔融会腐蚀坩埚,因此需将样品预氧化。 KNO_3 、 NaNO_3 、 LiNO_3 等硝酸氧化物皆可作氧化剂。 NH_4NO_3 的沸点低(210 °C),有效性较差;样品中涉及对 K、Na 组分的分析,因此不能引入 NaNO_3 和 KNO_3 ;而 LiNO_3 的分解产物 Li_2O 对后续分析无干扰,因此本实验选择 LiNO_3 作为氧化剂。由于 LiNO_3 易吸湿,使用前需将 LiNO_3 试剂在鼓风干燥箱中 120 °C 烘干后以配制成溶液的形式加入,也能避免加入固体时产生局部不均匀对坩埚的腐蚀。加入 1 mL 300 g/L LiNO_3 溶液能使还原性物质充分氧化,铂-黄坩埚不被腐蚀。

2.3 熔剂和稀释比

分别考察 LiBO_2 、 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 、 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ - LiBO_2 混合熔剂 [$m(\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7) : m(\text{LiBO}_2) = 2 : 1$] 作为熔剂的熔融效果。结果表明:混合熔剂具有 X 射线吸收低的特点,且能降低试样熔点,使试样完全熔融,均匀稳定、不宜破裂,便于保存^[14]。因此本文选择 $m(\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7) : m(\text{LiBO}_2) = 2 : 1$ 的混合熔剂熔融制样。

熔剂与试样的稀释比,需考虑玻璃熔片的成形效果、易剥离性、组分荧光强度等。试验选择 1 : 10、1 : 15、1 : 20 等 3 种稀释比(试样与熔剂的质量比)进行考察。研究发现,当试样与熔剂的质量比为 1 : 10 时,成形效果差,出现气泡现象;当稀释比例达到 1 : 20 时,微量元素荧光谱线强度不稳定。考虑坩埚

的大小和玻璃熔片的厚度,选择稀释比为1:15。

2.4 脱模剂及用量

脱模剂常选用锂或铵的溴化物和碘化物,铵盐的脱模效果较好,但铵盐在高温熔融下易分解^[15];I的L_{β2}线与Ti的K_α线、Br的L_α线与Al的K_α线由于波长相接近,存在谱线重叠干扰^[16];除尘灰样品中Al是主要元素,根据文献^[17]测量BrK_α的强度,后在校准曲线回归计算中利用强度法进行扣除,且又控制加入少量LiBr的量相同,这样能够保证脱模剂LiBr不会对Al造成干扰,因此本法选用LiBr溶液作为脱模剂。

在脱模剂加入量尽量少的条件下,保持其他条件相同,分别加入8、10、12、15滴400g/L LiBr溶液于铂-黄坩埚中熔融制样。实验表明,当加入12滴LiBr溶液时,熔融时流动性好,制得的样片呈现完整的圆形,因此选择12滴400g/L LiBr溶液作为脱模剂的用量。

2.5 熔融温度及时间

混合熔剂本身的熔融温度在850℃左右,为使样品充分熔融,在保证其他条件相同时,分别选择在950、1000、1050、1100℃进行熔融制样。结果表明,在950~1050℃ Fe元素的X射线荧光强度随温度升高而增大,且精密度提高;而温度高于1050℃时,K、

Na、Zn强度降低,因此选择1050℃作为熔融温度。

选择熔融温度为1050℃,分别设定熔融时间为3、5、8、10min。结果表明,熔融5min时部分高硅、高铁样品熔融时间不够,而8~10min已完全熔融,因此选择熔融时间为8min。

2.6 校准曲线

除尘灰通过灼烧后,组分以及含量与铁矿石相似,因此在无除尘灰标样的情况下,选择铁矿石标样作为校准样品。选取GBW07822~GBW07830、GS-BH30003-97、GSBH30004-97、02-30A、02-30B等烧结矿、铁精矿、磁铁精矿等28个标准样品。此外,加入GW(E)010212转炉渣扩大Mg检测范围,加入GBW01706转炉渣扩大Mn检测范围。为了满足不同除尘灰中Zn含量的不同,在含锌铁矿标样YS-BC14722-98中加入不同质量ZnO基准试剂(ZnO基准试剂使用前在800℃的马弗炉中灼烧至恒重)的方法,使混合物的总质量,即标准样品与ZnO基准试剂之和为0.4000g(精确至0.0002g),ZnO的质量分数分别为2%、5%、8%、12%、15%、18%、21%、24%、27%、30%、35%和40%。根据此方法建立以组分含量为横坐标,以组分X射线荧光强度为纵坐标的校准曲线,各组分的线性范围、线性方程和相关系数见表2。

表2 校准曲线相关系数
Table 2 Parameters of calibration curve

组分 Component	线性范围 Linear range w/%	线性方程 Linear regression equation	相关系数 Correlation coefficient
SiO ₂	0.36~60.80	$w=0.4714 I-0.08857$	0.9999
Al ₂ O ₃	0.069~21.94	$w=0.4182 I-0.08022$	0.9995
CaO	0.079~49.00	$w=-0.06997 I-0.2577$	0.9992
MgO	0.038~11.66	$w=1.2469 I-0.03187$	0.9997
MnO	0.061~3.63	$w=0.04985 I-0.008757$	0.9996
Na ₂ O	0.020~1.50	$w=1.6051 I-0.07860$	0.9981
TFe	11.00~62.00	$w=0.2798 I-0.3470$	0.9985
K ₂ O	0.035~1.64	$w=0.05057 I-0.03791$	0.9998
Zn	0.20~32.00	$w=0.1726 I-0.1403$	0.9997
P	0.0064~0.374	$w=0.08573 I-0.002390$	0.9994

2.7 谱线重叠干扰与基体校正

相对压片制样,熔融制样能更好地解决矿物效应和粒度效应,但是元素谱线间的干扰仍存在,基体效应也无法完全消除。除尘灰样品中各组分含量范围较宽,主次成分吸收重叠效应明显,因此采用理论影响系数法与经验系数法相结合的方法进行校正元素间的吸收增强效应,采用数学回归法进行谱线重叠校正。校正公式(3)为:

$$w_i = (aI_i^3 + bI_i^2 + cI_i + d) \times (1 + K_i + \sum A_{ij}F_j) + \sum B_{ij}F_j + C_i \quad (3)$$

式中: w_i 为样品中待测组分*i*的认定值或未知样品中待测组分*i*基体校正后的含量值; I_i 为待测元素的X射线荧光净强度或内标比强度; a 、 b 、 c 、 d 为校准曲线系数; K_i 、 C_i 为常数; A_{ij} 为基体校正系数; B_{ij} 为谱线重叠干扰校正系数; F_j 为共存组分的分析值或X射线强度。表3列出了吸收增强和重叠校正信息。

表 3 主要元素谱线校正及系数

Table 3 Line correction and coefficient of main elements

元素及 分析谱线 Element and spectral lines	重叠 元素谱线 Overlap elements and spectral lines	元素吸收增强校正 Absorption enhancement correction	
		元素谱线 Elements and spectral lines	校正系数 Correlation factor
Si-K α	Mg-K α	Na-K α	-0.196
		P-K α	0.086 4
Al-K α	Br-K α	P-K α	0.257
Ca-K α		P-K α	0.090
Mg-K α	Si-K α	P-K α	0.090
Na-K α	Zn-K α	P-K α	-4.24
		Al-K α	0.23
K-K α		Ca-K α	0.20
		P-K α	0.89
P-K α		Na-K α	-0.13

2.8 检出限

按照上述优化实验条件,根据式(4)计算各组分的检出限(LLD),结果见表4。

表 4 各组分的检出限

Table 4 Detection limit of each component $w/\%$

组分 Component	检出限 LLD	组分 Component	检出限 LLD
SiO ₂	0.005 0	Na ₂ O	0.025
Al ₂ O ₃	0.001 5	TFe	0.006 2
CaO	0.005 0	K ₂ O	0.001 5
MgO	0.002 5	Zn	0.002 7
MnO	0.002 0	P	0.003 0

表 6 除尘灰样品的分析结果比对

Table 6 Results comparison between different methods for dust ash samples

样品 Sample	方法 Method	测定值 Found									
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	Na ₂ O	TFe	K ₂ O	Zn	P
5#炉二次除尘灰	本法	4.76	2.90	2.58	0.87	0.36	0.46	33.85	0.19	5.40	0.055
	其他	4.69	2.77	2.64	0.89	0.36	0.38	34.17	0.23	5.26	0.052
9#炉布袋除尘灰	本法	2.98	3.04	2.17	0.57	0.083	1.25	22.85	0.25	11.87	0.043
	其他	2.89	3.11	2.07	0.58	0.082	1.20	22.58	0.29	11.97	0.046
炼铁四车间 1#BF	本法	1.35	2.32	2.01	0.62	0.079	0.36	18.81	0.21	27.86	0.020
	其他	1.32	2.38	1.99	0.63	0.075	0.39	18.58	0.25	27.91	0.022
5800高炉污泥	本法	3.17	2.42	1.99	0.56	0.093	0.97	25.85	0.14	14.06	0.038
	其他	3.14	2.56	2.00	0.56	0.091	0.91	25.73	0.16	13.94	0.038
3#小高炉二次除尘灰	本法	4.06	2.16	2.13	0.76	0.11	0.38	31.04	0.13	2.27	0.048
	其他	4.08	2.22	2.10	0.80	0.13	0.35	31.08	0.15	2.32	0.047

注:使用其他方法进行比对时,Na₂O、K₂O、Zn采用AAS测定^[9];TFe、CaO、MgO、Al₂O₃采用滴定法测定^[4-6];SiO₂采用重量法测定^[7];MnO、P采用ICP-AES测定^[8]。

3 结语

本文选取铁矿标样及含锌铁矿标样加ZnO的

$$LLD = \frac{3}{m} \sqrt{\frac{I_b}{t_b}} \quad (4)$$

式中: m 为单位含量的计数率,kcps/%; I_b 为背景计数率,kcps; t_b 为背景测量时间,s(通常为100s)。

2.9 精密度试验

按照本方法制定的熔融分析步骤,取5#炉二次除尘灰制作10个样片并测定TFe、SiO₂、Al₂O₃、CaO、MgO、MnO、P、Na₂O、K₂O、Zn等组分,结果见表5。

表 5 除尘灰样品的精密度试验结果

Table 5 Results of precision test of dust ash

组分 Component	平均值 Average $w/\%$	标准偏差 SD $w/\%$	相对标准偏差 RSD/ $\%$
SiO ₂	4.76	0.007 1	0.15
Al ₂ O ₃	2.90	0.004 7	0.16
CaO	2.58	0.007 8	0.30
MgO	0.87	0.008 4	0.97
MnO	0.36	0.001 1	0.31
Na ₂ O	0.46	0.002 7	0.59
TFe	33.85	0.024	0.071
K ₂ O	0.19	0.000 92	0.48
Zn	5.40	0.013	0.24
P	0.055	0.000 79	1.4

2.10 比对试验

为了检验所建方法的正确性,任意取5个除尘灰样品(包括高炉除尘灰、转炉除尘灰和污泥等),灼烧后按照实验方法进行测定,并与其他方法比对,结果见表6。

混合标准物质,解决了X射线荧光光谱测定除尘灰时缺少标准样品的问题,Zn的校准曲线线性范围增加,能满足日常对高炉灰、转炉灰、电炉灰、污泥等各

类除尘灰主次成分的快速定量检测。

参考文献:

- [1] 宋海燕,牛建刚,崔宝霞.钢铁工业固体废弃物利用效益综合评价[J].钢铁,2017,52(2):85-90.
SONG Hai-yan, NIU Jian-gang, CUI Bao-xia. Comprehensive evaluation of solid waste utilization benefit in iron and steel industry[J]. Iron and Steel, 2017, 52(2): 85-90.
- [2] 王彩虹,蒋心泰.酒钢除尘灰性质分析及利用技术[J].中国冶金,2019,29(3):57-62.
WANG Cai-hong, JIANG Xin-tai. Property analysis and utilization technology of dust ash in Jiusteel[J]. China Metallurgy, 2019, 29(3): 57-62.
- [3] 王海舟.铁矿石分析[M].北京:科学出版社,2000:166-179.
- [4] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.GB/T 6730.5—2007 铁矿石全铁含量的测定 三氯化钛还原法[S].北京:中国标准出版社,2007.
- [5] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.GB/T 6730.11—2007 铁矿石 铝含量的测定 EDTA 滴定法[S].北京:中国标准出版社,2007.
- [6] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.GB/T 6730.13—2007 铁矿石钙和镁含量的测定 EGTA-CyD-TA 滴定法[S].北京:中国标准出版社,2007.
- [7] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.GB/T 6730.10—2014 铁矿石化学分析方法 重量法测定硅量[S].北京:中国标准出版社,2014.
- [8] 夏辉,王小强,何沙白.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高碳除尘灰中11种元素[J].冶金分析,2016,36(3):44-48.
XIA Hui, WANG Xiao-qiang, HE Sha-bai. Determination of eleven elements in high carbon dedusting ash by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2016, 36(3): 44-48.
- [9] 张桂华,李传伟.火焰原子吸收光谱法测定除尘灰中的钾钠锌铅[J].冶金分析,2009,29(12):66-68.
ZHANG Gui-hua, LI Chuan-wei. Determination of potassium, sodium, zinc and lead in dedusting ash by flame atomic absorption spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2009, 29(12): 66-68.
- [10] 王德全,于青.粉末压片-X射线荧光光谱法测定高炉除尘灰中钾铅锌砷[J].冶金分析,2014,34(9):34-38.
WANG De-quan, YU Qing. Determination of potassium, lead, zinc and arsenic in blast furnace dust by X-ray fluorescence spectrometry with pressed powder pellet[J]. Metallurgical Analysis, 2014, 34(9): 34-38.
- [11] 袁奕秋,闫学会.压片制样 X 射线荧光光谱法测定除尘灰中全铁含量[J].天津冶金,2014(S1):131-133.
YUAN Yi-qiu, YAN Xue-hui. Determination of total iron content of removed dust by pressed disc sample preparation method and X-ray fluorescence spectrometry[J]. Tianjin Metallurgy, 2014(S1): 131-133.
- [12] 刘伟,王珺.熔融制样-X射线荧光光谱法测定不锈钢除尘灰中铁铬镍[J].冶金分析,2011,31(5):27-30.
LIU Wei, WANG Jun. Determination of iron, chromium and nickel in stainless steel dedust ash by X-ray fluorescence spectrometry with sample preparation by fusion[J]. Metallurgical Analysis, 2011, 31(5): 27-30.
- [13] 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.
SHI Yu-kui. Determination of four components in blast furnace dust by X-ray fluorescence spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2010, 30(2): 51-54.
- [14] 罗立强,詹秀春,李国会.X射线荧光光谱仪[M].北京:化学工业出版社,2008.
- [15] Fernand Claisse, Jimmy Blanchette. 硼酸盐熔融的物理与化学[M]. 卓尚军,译.上海:华东理工大学出版社,2006.
- [16] 张爱芬,马慧侠,白万里.熔融制样-X射线荧光光谱法测定铝电解槽用干式防渗料中主次成分[J].冶金分析,2014,34(5):25-29.
ZHANG Ai-fen, MA Hui-xia, BAI Wan-li. Determination of major and minor components in dry barrier of aluminum electrolytic cell by X-ray fluorescence spectrometry with sample fusion preparation[J]. Metallurgical Analysis, 2014, 34(5): 25-29.
- [17] 袁家义,吕振生,姜云.X射线荧光光谱熔融制样法测定钛铁矿中主次量组分[J].岩矿测试,2007,26(2):158-159.
YUAN Jia-yi, LÜ Zhen-sheng, JIANG Yun. Determination of major and minor elements in ilmenite samples by X-ray fluorescence with fusion sample preparation Technique[J]. Rock and Mineral Analysis, 2007, 26(2): 158-159.

Determination of ten components in dust ash by X-ray fluorescence spectrometry with fusion sample preparation

FAN Jia-hui, ZHOU Li-li, ZHU Chun-yao, ZHANG Ke

(Institute of Research of Iron and Steel, Jiangsu Province and Sha Steel, Zhangjiagang 215625, China)

Abstract: Since the composition of dust ash is complex, the one-by-one analysis is difficult. A variety of

components in precipitator dust were determined by X-ray fluorescence spectrometry (XRF) with fusion sample preparation. Carbon was firstly removed at 950 °C in experiments. The sample was prepared by fusion method using $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ - LiBO_2 (mass ratio of 2 : 1) as flux, LiNO_3 as oxidizer and LiBr solution as release reagent. The calibration curve was plotted using standard sample of iron ore. The reference reagent of ZnO was added into zinc-containing standard sample to enlarge the analysis range of Zn, thus to meet the determination requirements of Zn in various types of dust ash. The linear correlation coefficient of calibration curves of components were between 0.9981 and 0.9999. The proposed method was applied for the determination of TFe, SiO_2 , Al_2O_3 , CaO, MgO, MnO, P, Na_2O , K_2O and Zn in one dust ash sample. The relative standard deviation (RSD, $n=10$) of determination results were between 0.071% and 1.7%. Ten components in five dust ash samples (including blast furnace dust, converter dust and sludge, etc) were determined according to the experimental method. The found results were consistent with those obtained by wet chemical method.

Key words: X-ray fluorescence spectrometry; fusion sample preparation; dust ash; major and minor component

中文核心期刊《机械工程材料》2020 年征订启事

《机械工程材料》杂志创刊于 1977 年,由上海材料研究所主办,为中国机械工程学会材料分会会刊,是国内外公开发行的有关工程材料研究与生产应用的专业技术期刊。本刊是中文核心期刊、中国科技核心期刊、中国科学引文数据库(CSCD)来源期刊、《中国学术期刊影响因子年报》统计源期刊,被中国科技论文与引文数据库(CSTPCD)、中国学术期刊综合评价数据库、《中国期刊网》、《中国学术期刊(光盘版)》、CA、SA 和 PJK 等收录。

本刊报道内容为传统及新型工程材料的最新研究及应用成果,设置了综述、试验研究、新材料新工艺、材料性能及应用、纳米材料、残余应力、物理模拟与数值模拟、失效分析等栏目,可供从事材料及相关产业工作的研发与技术人员阅读参考。

本刊为大 16 开,每月 20 日出版,国际标准连续出版物号为 ISSN 1000-3778,国内统一连续出版物号为 CN 31-1336/TB,国际期刊刊名代码(CONDEN)为 JGCAEL。国内各地邮政局(所)或本刊发行部均可订阅,邮发代号 4-221,发行价 18 元/册,216 元/年,可以破季破年订阅;本刊发行部还提供电子期刊订阅服务,电子期刊为 PDF 格式,通过 E-mail 发送给读者,订阅价为 90 元/年。

欢迎订阅! 欢迎投稿! 欢迎刊登广告!

投稿网址: <http://www.mat-test.com/Submission>

联系地址:上海市虹口区邯郸路 99 号,200437

编辑部:021-65556775-368,021-65541496,mem@mat-test.com

发行部:021-65556775-311,021-65527634,wm@mat-test.com

广告部:021-65556775-319,021-65544943,adm@mat-test.com