

周莉莉,董礼男,朱春要,等. 硼酸衬底压片制样 - X 射线荧光光谱法测定除尘灰中 14 种主次量元素[J]. 岩矿测试,2021, 40(4):612-618.

ZHOU Li-li, DONG Li-nan, ZHU Chun-yao, et al. Determination of 14 Major and Minor Elements in Dust Ash by X-ray Fluorescence Spectrometry with Powder-Pelleting-Lined Boric Acid Preparation[J]. Rock and Mineral Analysis, 2021, 40(4): 612-618.

【DOI: 10.15898/j.cnki.11-2131/td.202002280021】

## 硼酸衬底压片制样 - X 射线荧光光谱法测定除尘灰中 14 种 主次量元素

周莉莉,董礼男,朱春要,张继明  
(江苏省(沙钢)钢铁研究院,江苏 张家港 215625)

**摘要:** 除尘灰中过高含量的钾、钠、锌、氯等元素严重影响转底炉的正常生产和稳定运行,为解决钢铁行业中除尘灰的环保和资源再利用问题,需准确测定其中各组分的含量。除尘灰种类多,钾、钠、锌和氯含量范围宽,采用 X 射线荧光光谱法(XRF)测定易超出工作曲线测定范围。本文基于粉末直接压片,采用硼酸衬底镶边的方法,将氯化钾、氯化钠和氧化锌基准试剂加入铁矿石标样中制备更高含量的校准样品,扩展了除尘灰日常分析中钾、钠、锌和氯的测定范围,使钾的测定范围为 1.36% ~ 12.00%,钠的测定范围为 0.43% ~ 6.85%,锌的测定范围为 0.24% ~ 35.00%,增加了氯的测定范围为 0.25% ~ 10.00%。本方法测定除尘灰中 14 种主次组分的精密度(RSD,  $n=7$ )均小于 5.2%,实际样品的测定值与标准方法测定值基本一致,准确度和精密度良好。

**关键词:** 除尘灰; 主次量元素; 硼酸; 粉末压片制样; X 射线荧光光谱法

**要点:**

- (1) 在铁矿石标样中加入氯化钾、氯化钠和氧化锌基准试剂制备更高浓度的校准样品。
- (2) 扩展了钾、钠、锌、氯的测定范围分别为 1.36% ~ 12.00%、0.43% ~ 6.85%、0.24% ~ 35.00% 和 0.25% ~ 10.00%。
- (3) 该方法适用于除尘灰中的宽范围钾钠锌氯含量样品的测定。

中图分类号: O657.31      文献标识码: B

转底炉工艺是目前资源化处理钢厂各类除尘灰的重要工艺之一<sup>[1-3]</sup>,它不仅可以有效利用除尘灰中铁、碳、氧化钙等物质,还可以通过烟气收集氧化锌副产品,实现固废的高价值利用<sup>[4-5]</sup>。然而,各类除尘灰中钾、钠、氯等有害元素含量差别较大,在生产过程中随烟气进入氧化锌产品中,易造成质量波动大、利润低、设备腐蚀加剧等问题<sup>[6-8]</sup>。因此,为解决上述问题,需准确测定各类除尘灰中钾、钠、锌和氯等组分含量。

目前对于除尘灰的组分分析已有部分研究。例如,邱红绪等<sup>[9]</sup>基于火焰原子吸收光谱(AAS)测定

机头电除尘灰中银;罗永红等<sup>[10]</sup>基于 AAS 测定机头电除尘灰中金;夏辉等<sup>[11]</sup>基于电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定高碳除尘灰中镁、铝、钾等金属元素;任玲玲等<sup>[12]</sup>基于微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法测定烧结除尘灰中 9 种元素。X 射线荧光光谱法(XRF)由于制样简单、分析速度快、能同时检测主次痕量元素等优点而被广泛应用<sup>[13]</sup>。在之前的工作中<sup>[14]</sup>,通过烧失除碳,用熔融制样的方法建立工作曲线,从而进行准确测定,但是该方法中对样品进行除碳处理至少需要 2h,效率不高,且缺少重要组分——氯含量的检测,因此需开

收稿日期: 2020-02-28; 修回日期: 2021-03-14; 接受日期: 2021-05-28

作者简介: 周莉莉, 硕士, 工程师, 主要从事冶金分析工作。E-mail: 971564234@qq.com。

发一种更快速、准确的方法。

粉末压片有灵敏度高<sup>[15-17]</sup>、制样简单、高效环保的优点,在很多方面得到了应用<sup>[18-21]</sup>。本文基于粉末压片,选择铁矿石标样、铁矿石标样混合基准试剂及自制管理样建立标准曲线,解决了标样中钾、钠、锌元素含量范围窄及缺少氯组分含量的缺陷,通过合适的重叠干扰校正和基体校正,建立了基于粉末压片的XRF测定除尘灰中主次量元素的方法,具有较好的推广使用价值。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器及测量条件

ZSX Primus II型X射线荧光光谱仪(日本理学公司);ZHY-401A型50MPa压力机(北京众合科技发展有限公司);GJ-IA密封式化验粉碎制样机(河南鑫科分析仪器有限公司)。各元素的测量条件见表1。

表1 分析元素测量条件

Table 1 Measurement conditions for the elements

元素	分析线	探测器	分析晶体	峰值 2 $\theta$ (°)
Si	K $\alpha$	PC	PET	109.00
Al	K $\alpha$	PC	PET	144.650
Ca	K $\alpha$	PC	LIF1	113.10
Mg	K $\alpha$	PC	RX25	38.25
Mn	K $\alpha$	SC	LIF1	62.960
Ti	K $\alpha$	SC	LIF1	86.110
As	K $\alpha$	SC	LIF1	33.964
Fe	K $\alpha$	SC	LIF1	57.50
Zn	K $\alpha$	SC	LIF1	41.780
P	K $\alpha$	PC	Ge	141.190
Pb	L $\beta$ 1	SC	LIF1	28.232
Cl	K $\alpha$	PC	Ge	92.880
Na	K $\alpha$	PC	RX25	46.440
K	K $\alpha$	PC	LIF1	136.680

### 1.2 标准样品的选择

在利用标准样品建立标准工作曲线时,选择的标准样品应与分析样品在化学组成及颗粒度等方面有较高的相似性。除尘灰没有标准样品,铁矿石标样中TFe、SiO<sub>2</sub>、CaO等组分的含量范围与除尘灰接近,且有合适的含量梯度和较宽的含量范围。但铁矿石标样中Na、K、Zn元素没有足够宽的含量范围,且缺少Cl元素的定值,因此,将基准物质NaCl(使用前在马弗炉中550℃烘干)、KCl(使用前在马弗炉中450℃烘干)与铁矿石标样YSBC14721—98按不同质量比混合,使得Cl组分含量范围在0.25%~

10.00%之间,Na组分含量范围在0.43%~6.85%之间,K组分含量范围在1.36%~12.00%之间。将基准物质ZnO(使用前在马弗炉中850℃烘干)与标样按不同质量比混合,使得Zn组分含量在0.24%~35.00%之间。人工配制的校准物质共18个,除此之外,加入了经化学湿法定值后的管理样5个(化学手工定值参照铁矿石中各元素含量的测定标准,即GB/T 6730系列),对所有试样和校准样品,采取严格相同的制样方法(包括研磨方法、研磨时间、压力、保压时间等),确保标样和试样在粒度大小、粒度分布等方面具有一致性。其他组分含量的测定范围见表2。

表2 分析组分的测定范围

Table 2 Measurement ranges of the components

分析组分	测定范围 (%)	分析组分	测定范围 (%)
SiO <sub>2</sub>	1.35~48.50	TFe	17.49~66.87
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.11~4.93	Zn	0.24~35.00
CaO	0.13~10.50	P	0.0048~0.37
MgO	0.16~5.98	Pb	0.0040~0.182
MnO	0.061~3.63	Cl	0.25~10.00
TiO <sub>2</sub>	0.0070~0.32	Na	0.43~6.85
As	0.0011~0.22	K	1.36~12.00

### 1.3 试样制备

样品用振动粉碎机粉碎至200目(74 $\mu$ m)以下,在105℃烘2h。称取试样,聚氯乙烯塑料环或者硼酸镶边衬底压片,压力25t,保压时间30s,压制成内径32mm、外径40mm且表面光滑平整、不易破裂的样片,用洗耳球吹去表面粉末(注意:不能用手触摸测量面,以免氯元素的污染),立即测量。

## 2 结果与讨论

### 2.1 粉末压片方法的选择

粉末压片的方法主要有三种:粉末直接制样法、混合硼酸稀释法、硼酸衬底镶边法<sup>[13]</sup>。直接压片得到的样片比较松散,不易成型,容易对仪器样品室造成污染;加入硼酸可增加样品紧实度,但混合硼酸会稀释样品,造成分析线强度的下降,也会影响轻元素和痕量元素的检出限。因此,选择用硼酸衬底镶边法,得到的样片光滑无裂痕,且能保存一定时间。

### 2.2 样品粒度与矿物效应

因采用粉末压片的方法,主要存在矿物效应、样品粒度对分析结果产生影响。由于选取了化学湿法定值的自制管理样和铁矿石标样,颗粒度、样品结构

基本一致,因此本法基本不受矿物效应的影响<sup>[22]</sup>。

粒度效应是指分析元素的荧光强度与样品粒度有关,分析样品的粒度越小,样品间的紧密程度越强,荧光强度越高,尤其是低原子序数的元素。将样品研磨至200目(74 $\mu\text{m}$ )以下,压片( $n=7$ )半定量扫描,需分析元素的荧光强度相对标准偏差(RSD)在5%以内,因此选择样品粒度小于74 $\mu\text{m}$ <sup>[23-24]</sup>。

### 2.3 基体效应及标准曲线

对组分元素进行含量测定时,需考虑干扰元素谱线重叠和基体效应。采用数学回归法扣除谱线重叠干扰和校正元素间的影响。

Pb-L $\alpha_1$ 的 $2\theta$ 角为33.915°,As-K $\alpha_1$ 的 $2\theta$ 角为33.980°,Pb-L $\alpha_1$ 对As-K $\alpha_1$ 有重叠干扰,因此Pb的测量谱线为Pb-L $\beta_1$ ,用于校正Pb对As的谱线重叠。

在选择基体校正元素时,在拟合质量指标及相关系数 $R$ 相差不大的情况下,参与校正的元素种类应越少越好<sup>[25-26]</sup>。对于重金属元素来说,选择内标比值法和强度校正法的效果更好。表3列出了各待测元素的分析线和基体校正元素。

表3 重叠谱线及基体效应校正

Table 3 Correction of overlapping spectral lines and matrix effects

元素	分析线	基体校正元素
Si	K $\alpha$	P
Al	K $\alpha$	P
Ca	K $\alpha$	Al
Mg	K $\alpha$	Ca, Al, P
Mn	K $\alpha$	Fe, Al, Mg
Ti	K $\alpha$	Mn
As	K $\alpha$	Zn
Fe	K $\alpha$	Ti, Mn
Zn	K $\alpha$	Fe, Al, Mg
P	K $\alpha$	Cl
Pb	L $\beta_1$	Zn
Cl	K $\alpha$	P, Al
Na	K $\alpha$	P
K	K $\alpha$	Ca, Mg, Al

选择铁矿石标样、铁矿石标样与基准试剂和自制管理样制作标准曲线,线性良好,相关系数令人满意。具体参数见表4。

### 2.4 分析方法评价

#### 2.4.1 方法精密度

选取1个除尘灰样品重复制备7个样片,按照

表4 各组标准曲线参数

Table 4 Calibration curve parameters of each component

分析组分	浓度截距	斜率	相关系数( $R^2$ )
SiO <sub>2</sub>	0.1344	-1.2920	0.9926
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.1370	-0.1216	0.9946
CaO	0.03978	-0.2319	0.9949
MgO	0.2320	0.1197	0.9984
MnO	0.02614	-0.0003583	0.9969
TiO <sub>2</sub>	0.1468	-0.04658	0.9908
As	0.006079	0.0002817	0.9950
TFe	0.1953	-3.4351	0.9919
Zn	0.03059	-0.1809	0.9917
P	0.03647	-0.01743	0.9967
Pb	0.01996	0.005724	0.9893
Cl	0.9710	-1.3681	0.9925
Na	2.7073	-0.0819	0.9686
K	0.8273	-0.3554	0.9591

本实验的测量条件分别对7个样片进行SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、CaO、MgO、MnO、TiO<sub>2</sub>、As、TFe、Zn、P、Pb、Cl、Na、K含量的测量,各组测定结果的相对标准偏差(RSD)为0.25%~5.2%。夏辉等<sup>[11]</sup>采用ICP-OES法测定高碳除尘灰中11种元素,RSD为0.9%~5.8%;夏传波等<sup>[27]</sup>采用XRF法测定地质样品中氯的含量,RSD为5.3%;王德全等<sup>[28]</sup>采用粉末压片XRF法测定高炉除尘灰中钾铅锌砷,RSD为0.17%~1.0%。本方法略差于王德全等<sup>[28]</sup>的实验结果,由于Ti、As、Pb等组分含量较低,因此精密度稍差,而与夏辉等<sup>[11]</sup>和夏传波等<sup>[27]</sup>基本处于同一水平,精密度好,能满足分析要求。

#### 2.4.2 方法准确度

选取参加曲线校准的转炉污泥样品(1#)、高炉污泥样品(2#)、布袋灰样品(3#)和转炉二次除尘灰样品(4#)分别进行准确度实验,结果列于表5。数据表明,各个元素的测定结果与标准分析方法的测定结果基本吻合,相对偏差为-7.69%~16.13%。综上,本方法对除尘灰中主次量成分分析结果较为准确,与标准方法相比,节省了分析时间与试剂消耗,具有一定的实用价值。

## 3 结论

通过在铁矿石标准物质中定量加入氯化钾、氯化钠和氧化锌基准物质,制备具有更高浓度的钾、钠、锌和氯含量的校准样品的方法,提高了XRF测定除尘灰中钾、钠、锌和氯含量的测量上限,拓展了

表5 不同方法分析结果比对

Table 5 Comparison of analysis results by different methods

分析组分	1#转炉污泥			2#高炉污泥			3#布袋灰			4#转炉二次除尘灰		
	本方法 测定值 (%)	标准方法 测定值 (%)	相对偏差 (%)	本方法 测定值 (%)	标准方法 测定值 (%)	相对偏差 (%)	本方法 测定值 (%)	标准方法 测定值 (%)	相对偏差 (%)	本方法 测定值 (%)	标准方法 测定值 (%)	相对偏差 (%)
SiO <sub>2</sub>	1.41	1.46	-3.40	3.24	3.18	1.89	2.98	2.94	1.36	1.11	1.08	2.78
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.36	0.31	16.13	3.93	4.02	-2.24	3.11	3.07	1.30	0.26	0.27	-3.70
CaO	7.77	7.89	-1.52	3.78	3.74	1.07	2.07	2.04	1.47	9.55	9.57	-0.21
MgO	3.17	3.10	2.26	1.01	1.06	-4.72	0.58	0.61	-4.92	3.00	3.07	-2.28
MnO	0.23	0.20	9.52	0.18	0.17	5.88	0.082	0.079	3.80	0.55	0.56	-1.79
TiO <sub>2</sub>	0.041	0.045	-4.65	0.32	0.34	-5.88	0.13	0.14	-7.14	0.28	0.27	3.70
As	0.0035	0.0032	9.38	0.055	0.052	5.77	0.083	0.086	-3.49	0.17	0.18	-5.56
TFe	58.40	58.92	-0.88	32.76	32.70	0.18	21.58	21.53	0.23	52.99	52.93	0.11
Zn	0.57	0.54	5.56	25.40	25.18	0.87	12.24	12.21	0.25	5.69	5.72	-0.52
P	0.11	0.10	10.00	0.044	0.042	4.76	0.056	0.058	-3.45	0.074	0.071	4.23
Pb	0.26	0.24	8.33	0.26	0.24	8.33	0.014	0.013	7.69	0.15	0.16	-6.25
Cl	0.12	0.11	9.09	0.31	0.32	-3.13	1.49	1.51	-1.32	0.31	0.32	-3.13
Na	0.041	0.038	7.89	0.24	0.25	-4.00	0.13	0.14	-7.14	0.15	0.14	7.14
K	0.18	0.19	-5.26	0.091	0.093	-2.15	0.12	0.13	-7.69	0.074	0.072	2.78

注:①相对偏差=(本方法分析结果-标准方法分析结果)/标准方法分析结果。

②各组测定方法:TFe、CaO、MgO、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>采用滴定法;SiO<sub>2</sub>采用重量法;Na、K采用AAS法;MnO、P、TiO<sub>2</sub>采用ICP-OES法;Zn、Pb、As采用光度法;Cl采用离子色谱法。

该方法的适用范围。实验数据表明该方法的精密度和准确度良好,并且XRF与标准分析方法比对的结果具有良好的一致性,可以很好地满足缺少标样的除尘灰样品快速定量分析的要求,得到的除尘灰内控样品也可推广使用。

本方法并不能彻底消除颗粒效应和矿物效应,因此存在检测下限偏高和测量结果的相对偏差较大的问题。如何通过优化实验参数和数学校正模型来最大程度地降低颗粒效应和矿物效应的影响,是今后研究的重要方向。

#### 4 参考文献

- [1] 王彩虹,蒋心泰. 酒钢除尘灰性质分析及应用技术[J]. 中国冶金,2019,29(3):57-62.  
Wang C H, Jiang X T. Property analysis and utilization technology of dust ash in Jiusteel[J]. China Metallurgy, 2019,29(3):57-62.
- [2] 钱峰,于淑娟,侯洪宇,等. 烧结机头电除尘灰资源化再利用[J]. 钢铁,2019,50(12):67-72.  
Qian F, Yu S J, Hou H Y, et al. Recycling of the electric dust in sintering machine head[J]. Iron and Steel, 2019, 50(12):67-72.
- [3] 马贵生,夏秋雨,张树华,等. 钢厂高炉Zn负荷控制与含铁尘泥利用研究[J]. 烧结球团,2020,45(5):77-82.

- Ma G S, Xia Q Y, Zhang S H, et al. Research on Zn load control and utilization of ferrous dust in blast furnace of steel plant[J]. Sintering and Pelletizing, 2020,45(5):77-82.
- [4] Jalkanen H, Oghbasialsie H, Raipala K. Recycling of steelmaking dusts: The radust concept [J]. Journal of Mining and Metallurgy (Section B: Metallurgy), 2005, 41(1):1-16.
- [5] 王庆祥,尹坚. 湘钢1号高炉碱金属行为[J]. 中国冶金,2005,15(2):18-20.  
Wang Q X, Yin J. Alkalis behavior in No. 1 BF of Xiangtan iron and steel company[J]. China Metallurgy, 2005,15(2):18-20.
- [6] 秦立浩,墙蓄,阳红辉,等. 烧结机头电除尘灰的分级利用[J]. 钢铁研究学报,2020,32(9):802-808.  
Qin L H, Qiang Q, Yang H H, et al. Classified utilization of sintering EAF dust [J]. Journal of Iron and Steel Research, 2020,32(9):802-808.
- [7] She X F, Wang J S, Xue Q G, et al. Basic properties of steel plant dust and technological properties of direct reduction [J]. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, 2011, 18(3):277-284.
- [8] 张静,薛彦辉,李伟杰,等. 烧结机头灰化学浸出试验研究[J]. 烧结球团,2020,45(1):77-81.  
Zhang J, Xue Y H, Li W J, et al. Experimental study on chemical leaching of dust at sintering machine feed end [J]. Sintering and Pelletizing, 2020,45(1):77-81.

- [9] 邱红绪,周建辉,杨朝帅,等. 火焰原子吸收光谱法测定烧结机头电除尘灰中银[J]. 冶金分析,2017,37(9):63-67.  
Qiu H X,Zhou J H,Yang C S,et al. Determination of silver in electrostatic precipitator dust of sintering machine head by flame atomic absorption spectrometry [J]. Metallurgical Analysis,2017,37(9):63-67.
- [10] 罗永红,韦真周,覃辉平,等. 乙醇浸泡-活性炭富集火焰原子吸收光谱法测定烧结机头电除尘灰中金[J]. 冶金分析,2017,37(6):44-49.  
Luo Y H,Wei Z Z,Qin H P,et al. Determination of gold in electrostatic precipitator dust of sinter machine head by flame atomic absorption spectrometry after ethanol immersion - activated carbon enrichment [J]. Metallurgical Analysis,2017,37(6):44-49.
- [11] 夏辉,王小强,何沙白,等. 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 H,Wang X Q,He S B,et al. Determination of eleven elements in high carbon dedusting ash by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis,2016,36(3):44-48.
- [12] 任玲玲,谭胜楠,李建朝. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定烧结除尘灰中9种元素[J]. 冶金分析,2020,40(6):75-80.  
Ren L L,Tan S N,Li J C. Determination of nine elements in sintering dedusting ash by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry after microwave digestion [J]. Metallurgical Analysis,2020,40(6):75-80.
- [13] 谢忠信,赵宗铃,张玉斌,等. X射线光谱分析[M]. 北京:科学出版社,1982:249-275.  
Xie Z X,Zhao Z L,Zhang Y B,et al. X-ray fluorescence spectrometer [M]. Beijing: Science Press, 1982:249-275.
- [14] 范佳慧,周莉莉,朱春要,等. 熔融制样-X射线荧光光谱法测定除尘灰中10种组分[J]. 冶金分析,2019,29(3):61-66.  
Fan J H,Zhou L L,Zhu C Y,et al. Determination of ten components in dust ash by X-ray fluorescence spectrometry with fusion sample preparation technique [J]. Metallurgical Analysis,2019,29(3):61-66.
- [15] 曾江萍,张莉娟,李小莉,等. 超细粉末压片-X射线荧光光谱法测定磷矿石中12种组分[J]. 冶金分析,2015,35(7):37-43.  
Zeng J P,Zhang L J,Li X L,et al. Determination of twelve components in phosphate ore by X-ray fluorescence spectrometry with ultra-fine powder tableting [J]. Metallurgical Analysis, 2015, 35 (7): 37-43.
- [16] 李清彩,赵庆令. 粉末压片制样波长色散X射线荧光光谱法测定钼矿石中9种元素[J]. 岩矿测试,2014,33(6):839-843.  
Li Q C,Zhao Q L. Determination of 9 elements in molybdenum ore by wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry with powder pelleting preparation [J]. Rock and Mineral Analysis, 2014, 33 (6):839-843.
- [17] 修凤凤,樊勇,李俊雨,等. 粉末压片-波长色散X射线荧光光谱法测定金矿型构造叠加晕样品中18种微量元素[J]. 岩矿测试,2018,37(5):526-532.  
Xiu F F,Fan Y,Li J Y,et al. Determination of 18 minor elements in the structural superimposed halo samples from gold deposits by wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry with pressed-powder pellets [J]. Rock and Mineral Analysis, 2018, 37 (5): 526-532.
- [18] 唐梦奇,刘顺琼,袁焕明,等. 粉末压片制样-波长色散X射线荧光光谱法测定进口铜矿石中的氟[J]. 岩矿测试,2013,32(2):254-257.  
Tang M Q,Liu S Q,Yuan H M,et al. Determination of fluorine in import copper ores by wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry with pressed powder preparation [J]. Rock and Mineral Analysis, 2013, 32 (2):254-257.
- [19] 张颖,朱爱美,张迎秋,等. 波长与能量色散复合式X射线荧光光谱技术测定海洋沉积物元素[J]. 分析化学,2019,47(7):1090-1097.  
Zhang Y,Zhu A M,Zhang Y Q,et al. Fast analysis of major and minor elements in marine sediments by wavelength and energy dispersive X-ray fluorescence spectrometer [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry,2019,47(7):1090-1097.
- [20] 王佳妮,张晗,洪子肖,等. X射线荧光光谱法测定螺旋藻中23种微量元素[J]. 分析实验室,2016,35(2):130-134.  
Wang J N,Zhang H,Hong Z X,et al. Determination of 23 trace elements in spirulina using X-ray fluorescence spectrometry [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory,2016,35(2):130-134.
- [21] 刘玉纯,林庆文,马玲,等. 粉末压片制样-X射线荧光光谱法分析地球化学调查样品测量条件的优化[J]. 岩矿测试,2018,37(6):671-677.  
Liu Y C,Lin Q W,Ma L,et al. Optimization of measurement conditions for geochemical survey sample analysis by X-ray fluorescence spectrometry with pressed powder pellet sample preparation [J]. Rock and

Mineral Analysis,2018,37(6):671-677.

- [22] 刘菊琴,李小莉. 波长与能量色散复合型 X 射线荧光光谱仪测定海洋沉积物、水系沉积物、岩石和土壤样品中 15 种稀土元素[J]. 冶金分析,2018,38(5):7-12.

Liu J Q, Li X L. Determination of fifteen rare earth elements in ocean sediment, stream sediment, rock and soil samples by wavelength dispersion - energy dispersion combined type X - ray fluorescence spectrometer [ J ]. Metallurgical Analysis,2018,38(5):7-12.

- [23] 李小莉,张勤. 粉末压片 - X 射线荧光光谱法测定土壤、水系沉积物和岩石样品中 15 种稀土元素[J]. 冶金分析,2013,33(7):35-40.

Li X L, Zhang Q. Determination of fifteen rare earth elements in soil, stream sediment and rock samples by X - ray fluorescence spectrometry with pressed powder pellet[ J ]. Metallurgical Analysis,2013,33(7):35-40.

- [24] 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,2015:117-119.

Luo L Q, Zhan X C, Li G H. X - ray fluorescence spectrometer [ M ]. Beijing: Chemical Industry Press, 2015:117-119.

- [25] 殷惠民,杜祯宇,李玉武,等. 能量色散 X 射线荧光光谱仪和简化的基体效应校正模型测定土壤、沉积物中重金属元素[J]. 冶金分析,2018,38(4):1-10.

Yin H M, Du Z Y, Li Y W, et al. Determination of heavy

metal elements in soil and sediment by energy dispersive X - ray fluorescence spectrometer with simplified matrix effect correction model [ J ]. Metallurgical Analysis, 2018,38(4):1-10.

- [26] 殷惠民,杜祯宇,任立军,等. 波长色散 X 射线荧光光谱谱线重叠和基体效应校正系数有效性判断及在土壤、沉积物重金属测定中的应用[J]. 冶金分析,2018,38(7):1-11.

Yin H M, Du Z Y, Ren L J, et al. Determination of heavy metal elements in soil and sediment by energy dispersive X - ray fluorescence spectrometer with simplified matrix effect correction model[ J ]. Metallurgical Analysis,2018,38(7):1-11.

- [27] 夏传波,姜云,郑建业,等. X 射线荧光光谱法测定地质样品中氯的含量[J]. 理化检验(化学分册),2017,53(7):775-779.

Xia C B, Jiang Y, Zheng J Y, et al. XRFs determination of chlorine in geological samples [ J ]. Physical Testing and Chemical Analysis ( Part B: Chemical Analysis ), 2016,53(7):775-779.

- [28] 王德全,于青. 粉末压片 - 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 D Q, Yu Q. Determination of potassium lead, zinc and arsenic in blast furnace dust by X - ray fluorescence spectrometry with pressed powder pallet [ J ]. Metallurgical Analysis,2014,34(9):34-38.

## Determination of 14 Major and Minor Elements in Dust Ash by X - ray Fluorescence Spectrometry with Powder - Pelleting - Lined Boric Acid Preparation

ZHOU Li - li, DONG Li - nan, ZHU Chun - yao, ZHANG Ji - ming

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

### HIGHLIGHTS

- (1) Standard reagents were added to the iron ore reference materials to prepare calibration samples with higher concentrations of potassium, sodium, zinc, and chlorine.
- (2) The measurement ranges of potassium, sodium, zinc, and chlorine were 1.36% - 12.00%, 0.43% - 6.85%, 0.24% - 35.00%, and 0.25% - 10.00%, respectively.
- (3) This method is suitable for the determination of potassium, sodium, zinc, and chlorine in the dust ash over a broad concentration range.

**ABSTRACT**

**BACKGROUND:** The high content of potassium, sodium, zinc, and chlorine in dust ash significantly affects the stable operation of converter. To recycle the dust ash, it is necessary to accurately determine the contents of the components. Dust ash contains a broad range of potassium, sodium, zinc, and chlorine; therefore, the traditional X-ray fluorescence spectrometry (XRF) exceeds the range of the work curve.

**OBJECTIVES:** To develop a method for the determination of 14 components in the dust ash with a broad concentration range of potassium, sodium, zinc, and chlorine.

**METHODS:** Standard reagents of potassium chloride, sodium chloride, and zinc oxide were added to commercially available iron ore standards in a quantitative manner to provide a new series of calibration samples with wide ranges of potassium, sodium, zinc, and chlorine contents. The 14 components in the dust ash were determined by XRF spectrometry with a powder-pelleting-lined boric acid preparation.

**RESULTS:** The measurement ranges of potassium, sodium, zinc, and chlorine were 1.36% - 12.00%, 0.43% - 6.85%, 0.24% - 35.00%, and 0.25% - 10.00%, respectively. The results of the 14 components in the dust ash were consistent with those of the traditional method, yielding a relative standard deviation of <5.2% ( $n=7$ ).

**CONCLUSIONS:** XRF spectrometry with the powder-pelleting-lined boric acid preparation showed good accuracy and precision during the determination of 14 components in the dust ash.

**KEY WORDS:** dust ash; major and minor elements; boric acid; powder pelleting preparation; X-ray fluorescence spectrometry