

MXF-N3 Plus 玻璃熔片法测试红土镍矿多元素

MXF-028

摘要：红土镍矿属于地壳表层风化壳型矿床，所以伴生、共生组份较多，有铁、镁、铬、锰、钴、钒等元素，灼减量不稳定，湿法化学分析周期长难度大，为了获得好的分析结果，样品要考虑灼减才能得到准确可靠的结果。本文研究了红土镍矿的X射线荧光光谱测试方法，使用合适的氧化剂，优选合适的熔剂和配比，高温熔融制备玻璃熔片，用不同标样或标准物质搭配，配制合适含量梯度的标样制作红土镍矿工作曲线，相关系数在0.9993~1.0000之间，曲线线性良好；方法精密度满足《SN/T 2763.1-2011 红土镍矿中多种成分的测定第1部分：X射线荧光光谱法》的标准规定要求。

关键词：波长色散 X 射线荧光 红土镍矿 玻璃熔片法

红土镍矿资源为硫化镍矿岩体风化—淋滤—沉积形成的地表风化壳性矿床，具有高含水率的“土”状含镍品位0.8~2%左右的褐铁氧化镍矿，一般呈褐红色，又称红土镍矿，集中分布在环太平洋的热带—亚热带地区。国内镍矿主要为硫化铜镍矿和红土镍矿，且储量较少，目前多数以菲律宾红土镍矿和印尼红土镍矿作为主要来源。

红土镍矿用途很广，低镍品位矿用“火法”冶炼成含镍生铁，用作生产不锈钢冶炼的原料来降低生产成本；高镍品位矿用“湿法”冶炼镍铁、氧化镍中间产品和冰镍等产品。随着新能源的蓬勃发展，作为三元锂电池的原料之一的“妖镍”需求量迅猛增加，红

土型镍矿资源开发越来越被重视。

红土镍矿组成复杂，一般伴生、共生组份较多，有铁、镁、铬、锰、钴、钒等多种元素，常规湿法化学分析法，操作复杂，分析周期长，化学试剂对环境造成严重污染，不能满足快节奏生产模式，逐步被仪器分析所替代。

本文以红土镍矿标样为主，与其他标准样品配置不同含量梯度的标样，选择合适的熔剂和试样混合配比，放入1050℃下自动高温熔融炉中，熔融制备玻璃熔片样品，建立红土镍矿工作曲线，元素相关系数在0.9993~1.0000之间，线性良好，方法的分析精度良好。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津波长色散型 X 射线荧光光谱仪 MXF-N3 Plus
洛阳特耐 TNRY-01C 型全自动熔样炉

1.2 使用试剂

- 1)、优级纯 无水四硼酸锂（固体粉末）；
- 2)、优级纯 碳酸锂（固体粉末）；
- 3)、分析纯 碘化铵（30%）水溶液；



1.3 分析条件

表 1 岛津 MXF-N3 Plus 红土镍矿分析条件设定

元素化合物	分析线	电压 /kV	电流 /mA	分光晶体	探测器	PHD	2 θ /°	测量时间 /s
Ni	K α	40	70	LiF	Ar Multitron	15-100	48.67	40
Fe	K α	40	70	LiF	Ar Multitron	15-160	57.52	40
SiO ₂	K α	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	20-120	108.88	40
CaO	K α	40	70	LiF	Ne Multitron	20-100	113.09	40
MgO	K α	40	70	TAP	Ne Exatron(Al)	30-115	45.17	40
Al ₂ O ₃	K α	40	70	PET	Ne Exatron(Be)	25-125	144.58	40
P	K α	40	70	Ge	Ne Exatron(Be)	25-125	141.03	40
S	K α	40	70	NaCl	Ne Exatron(Be)	35-115	110.67	40
TiO ₂	K α	40	70	LiF	Ar Exatron	20-90	86.14	40
Mn	K α	40	70	LiF	Ar Multitron	25-135	62.97	40
Cr	K α	40	70	LiF	Ar Multitron	25-100	69.36	40
Co	K α	40	70	LiF	Ar Multitron	15-100	52.80	40

1.4 样品处理

红土镍矿粉末样品在烘箱中 105℃ 烘干 2 个小时，放入干燥器中自然冷却至室温待用。准确定量称取 1.000 克样品放入 900℃ 高温马沸炉中灼烧 1 小时，计算红土镍矿的灼烧减量 L.O.I。

因为红土镍矿属于氧化型镍矿石，矿物组成比较复杂，必须要考虑灼烧减量对分析结果的影响。测试过程中必须利用灼烧减量 L.O.I 进行折算后定量称取红土镍矿样品，定量称取四硼酸锂熔剂、碳酸锂熔剂，三者混匀后转移到铂黄坩埚中，滴加适量 30% 碘化铵脱模剂，放入高温自动熔样机中，按设定好的熔样程序，在 1050℃ 高温下自动熔融制备成玻璃熔片样品，待分析。



图 1 红土镍矿玻璃熔片法制样

■ 结果与讨论

2.1 定量工作曲线制作

选择红土镍矿标样，根据样品分析元素的需要，可以配置相应的含量梯度标样拓展应对样品的分析范围。按照设定的分析条件，测定标样强度值，建立红土镍矿多元素熔片法工作曲线，工作曲线的相关系数在 0.9993~1.0000 之间，元素曲线线性良好，标样成分见表 2；元素工作曲线见下图 2。

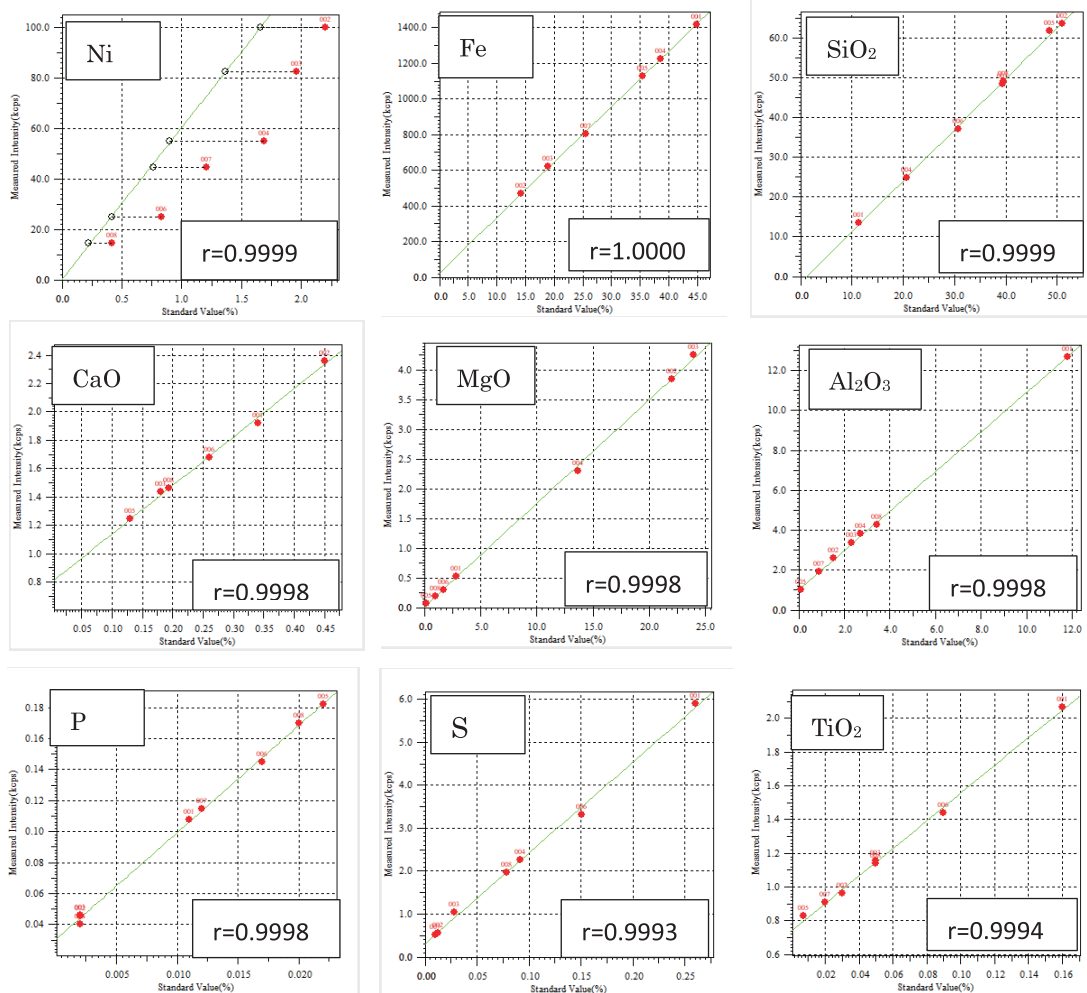
表 2 红土镍矿标准曲线标样成分表

标准样品	Ni	Fe	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	P	S	TiO ₂	Mn	Cr	Co	L.O.I
GBW07847	1.47	44.90	11.32	0.34	2.87	11.77	0.011	0.260	0.16	0.67	1.94	0.10	11.63
GBW07848	2.20	14.29	51.05	0.45	22.00	1.54	0.002	0.013	0.03	0.25	0.64	0.04	9.22
GBW07850	1.96	18.93	39.30	0.18	23.98	2.32	0.002	0.028	0.05	0.45	0.91	0.07	11.11
GBW07851	1.69	38.54	20.61	0.14	13.67	2.70	0.002	0.092	0.03	0.88	1.67	0.15	11.32
YSBC13709-95	-	35.36	48.5	0.13	0.20	0.11	0.022	0.0064	0.007	0.097	-	-	-
OPZ-1	0.83	43.12	30.66	0.26	1.73	6.72	0.017	0.151	0.09	0.43	1.10	0.05	-
PZ-2	1.21	25.54	52.33	0.31	12.20	0.90	0.012	0.010	0.02	0.19	0.35	0.02	-
PZ-3	0.417	39.242	39.581	0.194	0.964	3.417	0.020	0.079	0.050	0.262	0.548	0.027	-

注：“-”表示未提供含量结果

2.2 共存元素校正

采用玻璃熔片法可以降低共存元素间的基体效应，但是，当基体元素原子量较大且含量梯度较大时仍然会对目标分析元素有影响，实验中 Fe 含量范围都比较宽，对 Ni、Co 影响比较明显，因此对这些元素进行基体吸收增强校正。FeK β 线与 CoK α 线严重重叠，需要用 Fe 对 Co 进行重叠校正。



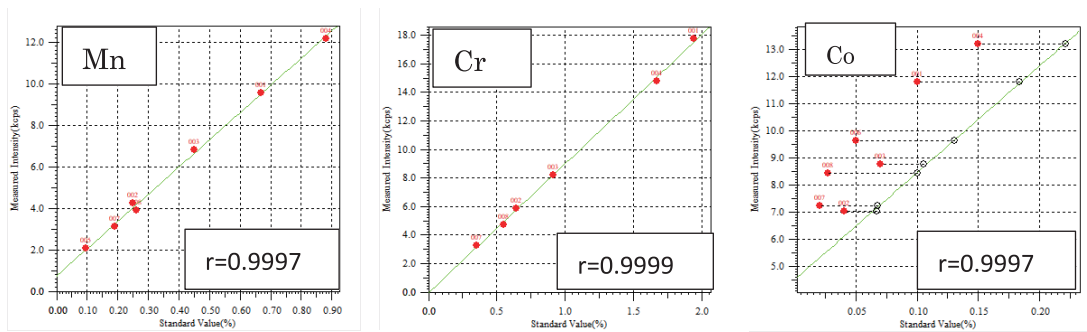


图2 红土镍矿中主要元素工作曲线

2.3 准确度和精度测试

利用红土镍矿工作曲线，测试不同红土镍矿样品，得到分析结果，和手工湿法分析的化学结果对比见下表3，结果相符性良好错误！未找到引用源。使用红土镍矿样品熔融成片，用定量工作曲线连续动态10次测定红土镍矿熔片样品，得到精度数据见下4。从表3结果对比数据、表4精密数据可以看出，结果差值很小，满足标准SN/T 2763.1-2011中规定元素精度要求。

表3 红土镍矿准确度结果 (%)

样品	分析方法	Ni	Fe	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	P	S	TiO ₂	Mn	Cr	Co	L.O.I
1# 样品	XRF 分析值	1.780	19.36	40.32	0.223	16.26	2.089	0.0059	0.0653	0.0560	0.632	1.053	0.108	9.52
	化学分析值	1.793	19.30	40.40	0.209	16.21	2.105	0.0067	0.064	0.055	0.62	1.065	0.102	9.52
	差值	-0.013	0.060	-0.080	0.014	0.050	-0.016	-0.001	0.001	0.001	0.012	-0.012	0.006	
2# 样品	XRF 分析值	1.376	35.34	20.68	0.586	11.37	1.95	0.0075	0.037	0.072	0.526	1.635	0.122	10.86
	化学分析值	1.368	35.15	20.79	0.603	11.45	1.92	0.0074	0.0386	0.076	0.518	1.647	0.121	10.86
	差值	0.008	0.19	-0.11	-0.017	-0.08	0.03	0.0001	-0.0016	-0.004	0.008	-0.012	0.001	
3# 样品	XRF 分析值	0.985	39.78	18.42	0.386	4.86	3.4	0.0175	0.089	0.0386	0.75	1.464	0.085	12.23
	化学分析值	0.96	39.89	18.35	0.395	4.89	3.37	0.017	0.0838	0.038	0.765	1.45	0.08	12.23
	差值	0.025	-0.11	0.07	-0.009	-0.03	0.030	0.001	0.005	0.001	-0.015	0.014	0.005	

表 4 红土镍矿 4# 样品分析方法精度 (%)

4#	Ni	Fe	SiO ₂	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	P	S	TiO ₂	Mn	Cr	Co
N=1	1.691	34.52	21.64	0.14	9.67	1.25	0.002	0.093	0.034	0.88	1.27	0.097
N=2	1.695	34.50	21.67	0.14	9.66	1.25	0.002	0.092	0.034	0.87	1.26	0.093
N=3	1.685	34.53	21.63	0.13	9.69	1.23	0.002	0.093	0.034	0.88	1.27	0.101
N=4	1.683	34.58	21.68	0.13	9.65	1.24	0.002	0.093	0.034	0.88	1.26	0.090
N=5	1.678	34.56	21.64	0.13	9.65	1.25	0.002	0.093	0.034	0.87	1.27	0.099
N=6	1.685	34.57	21.65	0.13	9.68	1.25	0.002	0.093	0.034	0.88	1.27	0.098
N=7	1.694	34.52	21.63	0.13	9.66	1.25	0.002	0.092	0.034	0.88	1.26	0.097
N=8	1.696	34.59	21.65	0.13	9.65	1.25	0.002	0.093	0.034	0.87	1.27	0.093
N=9	1.685	34.58	21.68	0.14	9.66	1.26	0.002	0.093	0.035	0.89	1.27	0.096
N=10	1.688	34.56	21.66	0.13	9.66	1.24	0.002	0.093	0.034	0.88	1.26	0.095
Ave	1.688	34.55	21.65	0.13	9.66	1.25	0.002	0.093	0.034	0.88	1.27	0.096
SD	0.006	0.031	0.019	0.003	0.013	0.008	0.001	0.001	0.001	0.005	0.004	0.003
RSD	0.35	0.09	0.09	2.20	0.14	0.59	3.94	0.36	0.86	0.60	0.35	3.39

■ 结论

本文以红土镍矿中的多种元素测试入手，研究了岛津波长色散型 X 射线荧光光谱仪 MXF-N3 Plus 玻璃熔片法测定红土镍矿样品的分析方法，采用合适熔剂、合适熔融温度，考虑样品灼烧减量 L.O.I 对分析结果的影响进行折算，确保了红土镍矿测定分析结果更可靠，通过与化学分析法的结果对比，确认该分析方法结果准确可靠，精度良好，方法简便、可行，可以作为测试红土镍矿样品的检测手段。

岛津应用云

