

# 稀土矿中元素的分析 - 波长色散 X 射线荧光的应用

XRF-008

**摘要：**稀土是化学元素周期表中镧系 (镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镱、镱、铟、铪、铌、钽、钷、铈、钺、铀)15 个元素和 21 号元素钷、39 号元素钇 (共 17 个元素) 的总称。长期以来对于稀土的分析多采用经典化学分析，但是由于元素性质相近，给分离、富集、分析带来了很大困难。本文使用波长色散 X 射线荧光压片分析方法可以直接分析稀土中各元素，给稀土分析带来了新的方法。

**关键词：**稀土 成分分析 波长色散 X 射线荧光光谱

引言：稀土是化学元素周期表中镧系 (镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镱、镱、铟、铪、铌、钽、钷、铈、钺、铀)15 个元素和 21 号元素钷、39 号元素钇 (共 17 个元素) 的总称。

稀土的用途十分广泛，只要在一些传统产品中加入少量的稀土，就会产生许多神奇的效果。目前，稀土已广泛应用于冶金、石油、化工、轻纺、医药、农业等数十个行业。

由于稀土元素在光、电、磁领域能够产生特殊的能量转换、传输、存储功能，因而，通过对稀土原料

的加工，已形成一批新型功能材料。这些材料因为无污染、高性能而被称为“绿色材料”，它们已经或将在电子信息、汽车尾气净化、电动汽车以及空间、海洋、生物技术、生理医疗等领域发挥巨大的作用。

长期以来对于稀土的分析多采用经典化学分析，但是由于元素性质相近，给分离、富集、分析带来了很大困难。XRF 波长色散荧光薄层法分析是稀土分析比较方便的方法，但是由于要将样品先制备成溶液，又有些麻烦。我们使用 X 射线荧光压片分析方法可以直接分析稀土中各元素，给稀土分析带来了新的方法。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器设备

仪器：岛津 XRF-1800 顺序扫描 X 射线荧光光谱仪  
端窗 Rh 靶管，最大功率 4KW  
SC、FPC 探测器

设备：北京众和科学仪器 ZH-60 压样机



岛津 XRF-1800 波长色散 X 射线荧光分析仪



北京众和压样机

### 1.2 “准标样”的制备

由于没有现成的商用标样，所以我们收集以往 ICP、AAS 方法分析过的同类样品，对含量合适的样品进一步

确认分析，以分析结果作为参考含量。选择合适的工作条件，绘制工作曲线进行定量分析。虽然是一家定值结果，结果有一定的误差，但是考虑总体的代表性，也可作为快速分析的一种方法。

取适量样品，用塑料环或硼酸垫底镶边在压片机上使用 30 吨压力，20 秒加压成型。选用“准标样”的含量范围如下：（%）

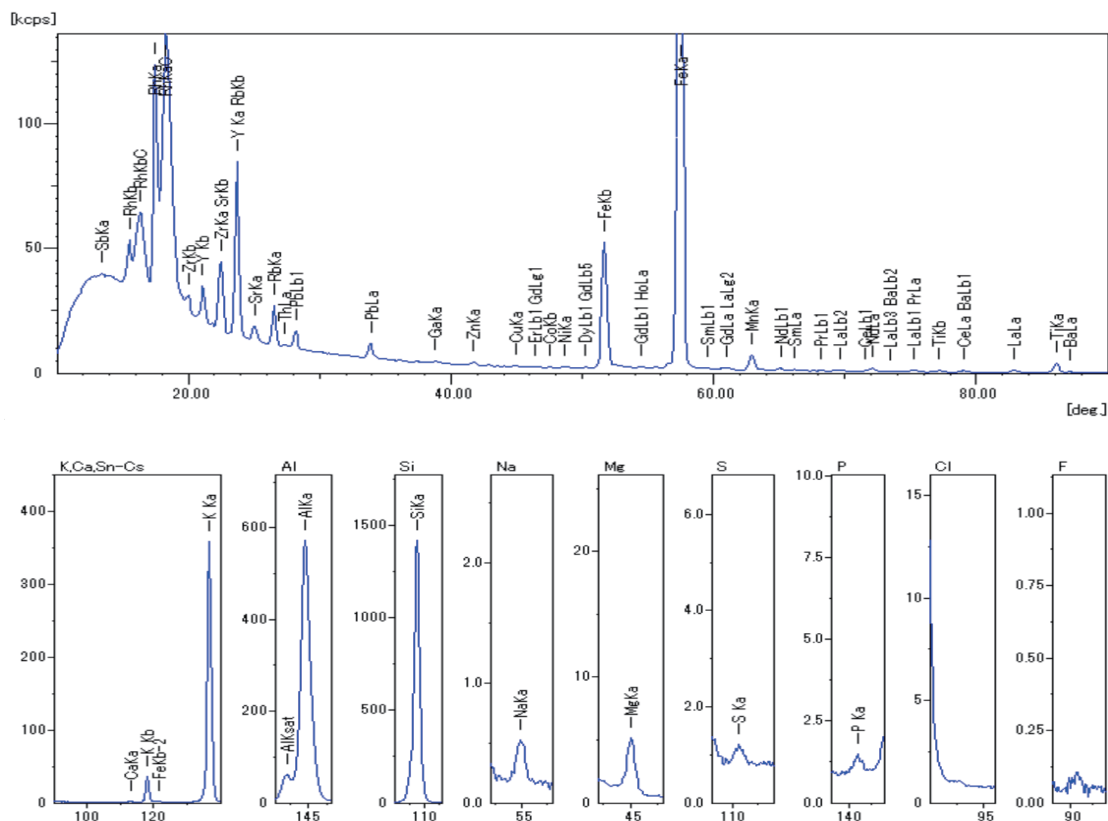
Name	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Gd	Dy	Er	Yb	Y
范围	0.0012	0.0067	0.0003	0.0011	0.0008	0.0001	0.0005	0.0013	0.0005	0.002
	0.083	0.044	0.017	0.055	0.012	0.012	0.012	0.0076	0.0035	0.087
Name	Eu	Tb	Ho	Tm	Lu					
范围	0	0	0	0	0					
	0.001	0.002	0.002	0.0004	0.0007					

注：其中 Eu、Tb、Ho、Tm、Lu 元素因含量过低、含量梯度太差等原因，达不到分析要求，本文没有考虑。

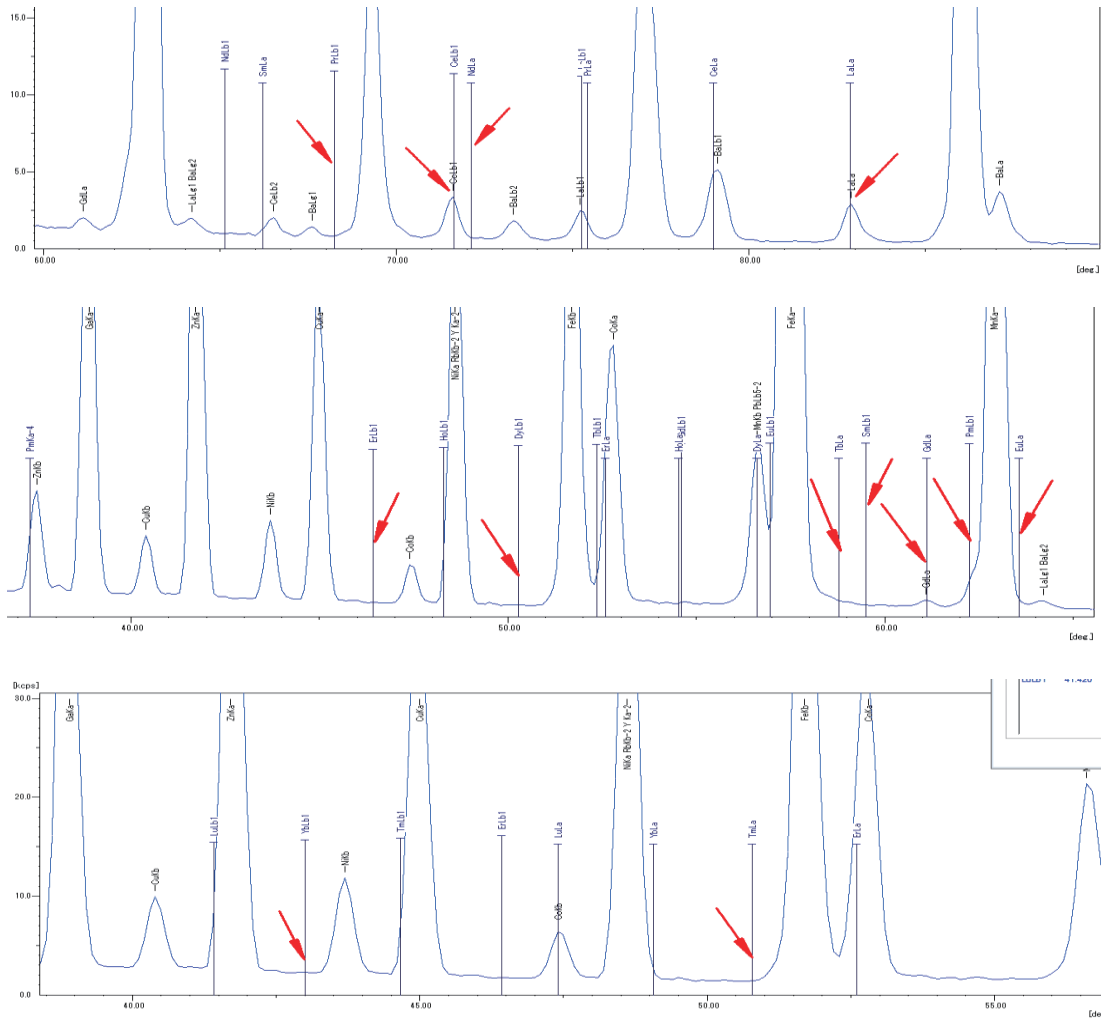
## ■ 结果讨论

### 2.1 全谱扫描

由于稀土元素性质相近，原子序数相邻，谱线间相互干扰严重。为了更好的选择条件，有必要对各个元素的出峰位值进行确认。

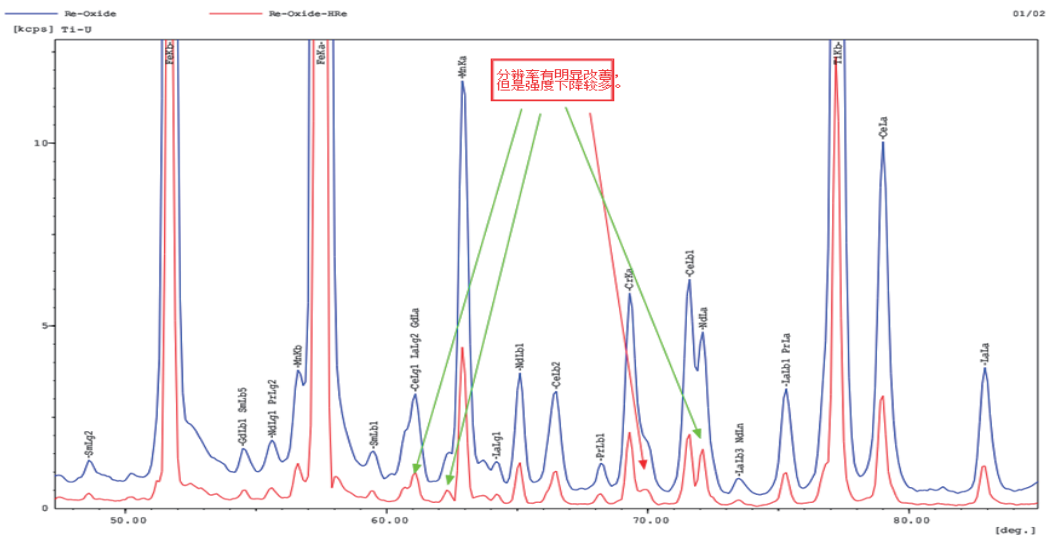


从扫描结果可以看出，该类稀土主要组成是酸性铝硅酸盐，同时含有 Si、Al、Fe、K、Ca、Ti、重金属、稀土等几十种元素（可以测出的元素近 30 种），这些元素的含量变化、矿物结构变化、谱线的相互干扰都给分析带来了困难。尤其是以前分析（AA、ICP）仅仅分析了相关的稀土元素，其它主量元素没有具体含量，我们只能在已有的条件下进行相关的分析。



## 2.2 标准狭缝和高分辨狭缝的比较

由于各元素谱线相邻过紧，为了能提高分辨率，我们尝试使用高分辨狭缝。



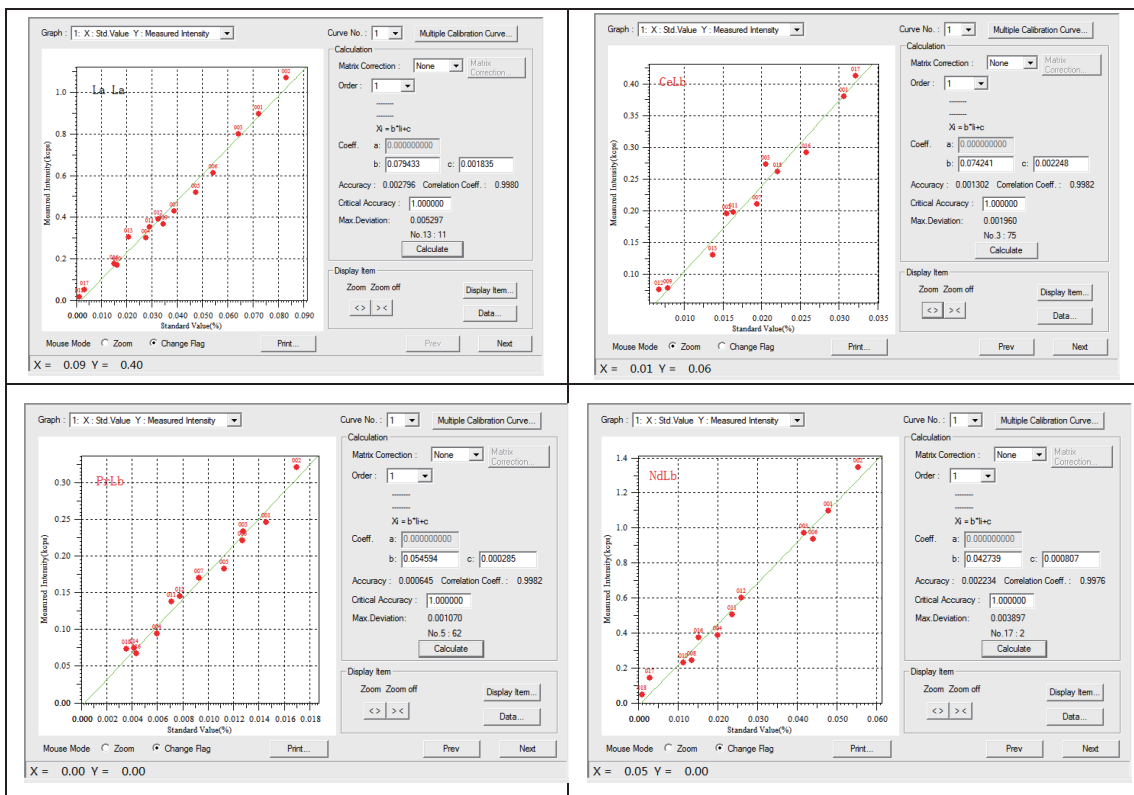
注：红色表示高分辨狭缝；蓝色表示标准狭缝

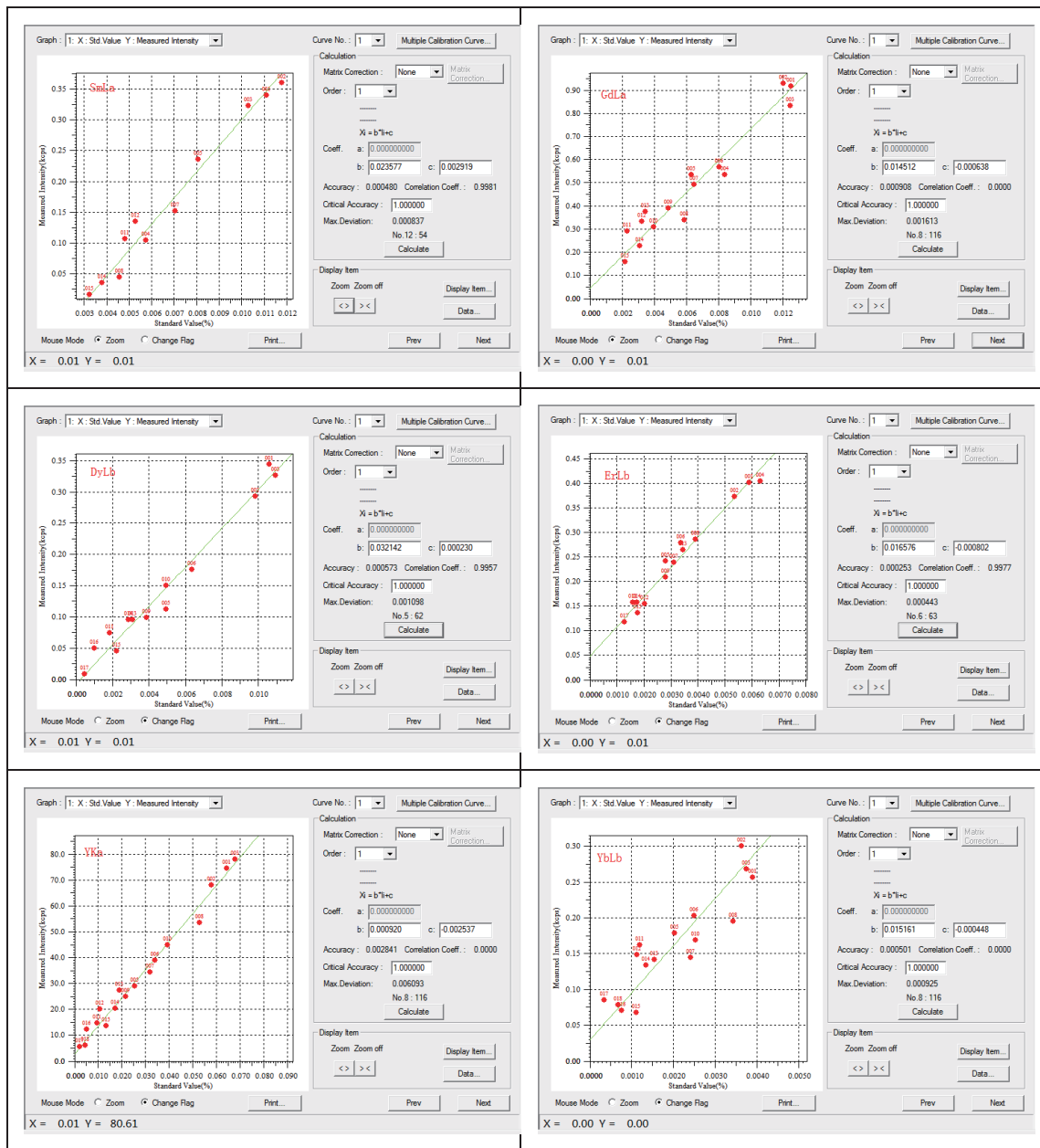
通过谱图的比较可以看出，虽然高分辨狭缝比标准狭缝的分辨率好一些，但是强度灵敏度下降更厉害（下降1/2—1/3），所以要结合实际情况选择条件。

### 2.3 分析条件

岛津 XRF-1800X 射线荧光光谱仪			端窗管	Rh 靶	40KV	95mA	LiF 晶体	SC 检测器
化合物	元素	谱线	分析角度 (°)	背景角度 (°)	分析狭缝	测量时间 (S)		
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	La	La	82.91	83.6	标准	15		
CeO <sub>2</sub>	Ce	Lb	71.65	70.7	标准	15		
Pr <sub>6</sub> O <sub>11</sub>	Pr	Lb	68.20	68.7	标准	15		
Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Nd	Lb	65.10	65.6	标准	15		
Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Sm	Lb	59.50	65.6	标准	15		
Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Gd	La	61.05	61.85	标准	15		
Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Dy	Lb	50.20	50.6	标准	15		
Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Er	Lb	46.40	47.0	标准	15		
Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Yb	La	49.07	49.8	标准	15		
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Y	Ka	23.75	24.25	标准	15		

### 2.4 标准曲线





## 2.5 准确度实验

我们选择没有参与制作曲线的样品进行准确度实验，以下为该方法下测试值与化学方法分析值的比较。

样号		La	Ce	Pr	Nd	Sm	Gd	Dy	Er	Yb	Y
54	化学值	0.0324	0.0067	0.0078	0.0260	0.0053	0.0032	0.0023	0.0020	0.0011	0.0107
	分析均值	0.0330	0.0065	0.0080	0.0265	0.0051	0.0035	0.0024	0.0022	0.0010	0.0117
	差值	-0.0007	0.0002	-0.0002	-0.0005	0.0002	-0.0003	-0.0001	-0.0002	0.0001	-0.0010
104	化学值	0.0216	0.0123	0.0048	0.0163	0.0043	0.0039	0.0044	-	-	0.0303
	分析均值	0.0222	0.0129	0.0046	0.0153	0.0046	0.0042	0.0047	0.0034	0.0023	0.0312
	差值	-0.0006	-0.0005	0.0002	0.0010	-0.0003	-0.0004	-0.0003			-0.0009

## ■ 结论

综合上面实验可以得出, 在所获得的准标样定值基本可靠的情况下, XRF 可以对 10 个稀土元素进行定量分析, 分析结果与化学分析方法一致。对化探中稀土配分分析非常合适。

岛津应用云

