



稀土元素含量快速分析

单波长 X 射线荧光光谱 (HS XRF[®]) 与快速基本参数法 (Fast FP2.0)

应用概述

稀土有“工业黄金”之称，在军事、冶金、石油化工、电子材料、玻璃陶瓷等领域有着极其重要的应用价值。在稀土探矿、开采、选矿、加工以及贸易过程中，稀土元素含量的测定贯穿其中，稀土元素共有 17 种，由于大多在元素序数上相邻，物理化学性质十分接近，从而为各类光谱的检测方法带来挑战。常规检测稀土中元素含量的方法有 ICP-AES、ICP-MS 等，需要对稀土矿物或产品进行湿法消解，分析周期长、检测成本高。

X 射线荧光光谱法 (XRF) 做为元素含量分析仪器之一，以其无损、样品处理简单、检测成本低等特点，受到元素分析者的广泛关注与重视。多年来，XRF 对于分析稀土元素一直存在挑战，其一，多数稀土元素的荧光谱线 (K 线系) 处于 33KeV 以上，X 射线管激发和探测器探测效率低；再者，采用经验系数法定量的软件系统需要大量的稀土标准样品，这显然是不现实的。

安科慧生研制的单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪大幅提升稀土元素激发效率，元素分析范围涵盖所有稀土元素，软件采用自主知识产权的快速基本参数法，在使用少量标准样品的情况下，提升稀土元素检测精度。

单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱与快速基本参数法的结合，为稀土元素的检测带来新的分析手段！

方法原理

发明专利【专利号:ZL 2017 1 0285264.X】

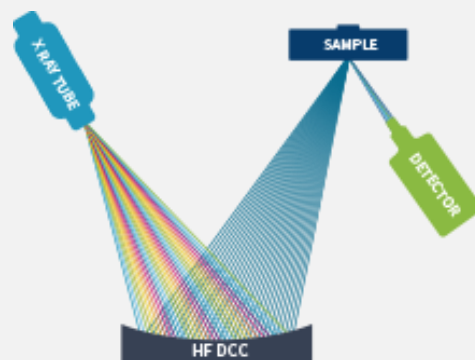
1. 硬件核心技术：单波长激发-能量色散 X 射线荧光光谱仪 (HS XRF[®])

单色化激发

X 射线管出射谱经全聚焦型双曲面弯晶单色化入射样品，降低 X 射线管连续散射线背景干扰 2 个数量级以上。

聚焦激发

能量聚焦，进一步增加 SDD 探测器接受样品元素荧光射线强度。



单波长聚焦激发技术



Fast FP 软件

2. 软件核心技术：快速基本参数法 (Fast FP2.0®)

- 1.对 X 射线整个过程采用基本参数库和先进数学模型
- 2.采用少量标样可进一步提升元素定量精度
- 3.解决无标准样品情况下元素定量分析难题

性能数据

• 分析范围

稀土元素 (或氧化物): 镧 (La)、铈 (Ce)、镨 (Pr)、钕 (Nd)、钷 (Pm)、钐 (Sm)、铕 (Eu)、钆 (Gd)、铽 (Tb)、镝 (Dy)、钬 (Ho)、铒 (Er)、铥 (Tm)、镱 (Yb)、镱 (Lu)、钪 (Sc)、钇 (Y)

无机元素及氧化物: MgO; Al₂O₃; SiO₂; P₂O₅; S; Cl; K₂O; CaO; TiO₂; MnO; Fe₂O₃; CuO; ZnO; Th; Pb; Cs₂O; Rb₂O 等

• 含量范围

稀土元素检出限: 1.0~3.0mg/kg (注: 不同稀土元素检出限略有差异)

稀土元素含量范围: 3.0mg/kg~99.99%

稀土种类: 稀土矿物、稀土精矿、稀土制品等

• 重复性

表 1 轻稀土元素精密度数据汇总

单位: mg/kg

样品名称	测定次数	La ₂ O ₃	CeO ₂	Pr ₆ O ₁₁	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃	
GBW07160	1	112	29.4	40.0	238	123	239	
	2	130	31.4	47.6	279	138	264	
	3	127	34.3	46.2	274	142	251	
	4	148	40.9	48.0	310	143	276	
	5	121	36.2	45.5	276	134	234	
	6	138	39.1	45.7	291	149	284	
	7	120	32.4	42.5	254	131	251	
	标准值(mg/kg)		111	34.8	45	220	150	270
	平均值(mg/kg)		128	34.8	45.1	275	137	257
	标准偏差		12.14	4.17	2.87	23.2	8.7	18.5
	相对标准偏差(%)		9%	12%	6%	8%	6%	7%

表 1 轻稀土元素精密度数据汇总

单位: mg/kg

样品名称	测定次数	Tb ₄ O ₇	Dy ₂ O ₃	Ho ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	Tm ₂ O ₃	Yb ₂ O ₃	Lu ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	Sc ₂ O ₃
GBW07160	1	47.9	313	75.8	227	38.8	215	29.7	2995	9.1
	2	49.2	353	68.4	237	33.6	215	27.7	3002	8.0
	3	43.6	330	63.9	222	31.9	218	28.8	3012	8.9
	4	45.9	327	82.0	227	31.1	221	28.1	2998	8.7
	5	45.8	310	63.4	205	32.3	215	32.7	3007	8.1
	6	46.2	317	80.7	219	31.4	219	35.1	2993	9.8
	7	45.6	326	78.0	217	31.5	220	31.8	2993	8.2
	标准值(mg/kg)	57.7	360	75	220	31.6	220	30.4	3030	8.9
	平均值(mg/kg)	46.3	325.0	73.2	222	32.9	218	30.6	3000	8.7
	标准偏差	1.79	14.45	7.84	9.96	2.71	2.55	2.73	7.35	0.64
	相对标准偏差(%)	4%	4%	11%	4%	8%	1%	9%	0.5%	7%

• 分析精度

对稀土矿石成分分析标准物质 GBW07158-GBW07161 四个标准样品进行分析, 得到稀土氧化物总量的分析精度为:

标样	GBW 07158	GBW 07159	GBW 07160	GBW 07161
标准值 $\sum RExOy$ (%)	0.092	0.085	0.486	0.784
方法测试值 (%)	0.089	0.090	0.499	0.732
标准偏差	-3.3%	5.9%	2.7%	-5.4%

特点优势



样品处理简单

对稀土矿物采用破碎、研磨等均匀性处理至 80 目以上, 对稀土制品有 1cm²的测试平面;



分析速度快

危害元素: S、Cl、F, 常量元素: Na-Zn



应用范围宽

可以针对不同稀土矿物类型、稀土精矿、稀土制品、高纯稀土快速建立分析应用方法;

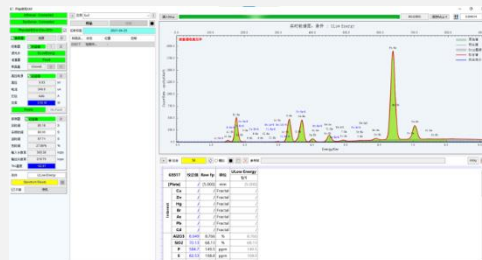
方案展示



便携式 HS XRF: PHECDA-PRO



台式机 HS XRF: PHECDA-HES



快速基本参数法 Fast FP2.0

原创声明: 本文除注明引用之外属于安科慧生 (Ancoren) 公司原创, 若有转发和引用, 必须注明出处, 否则可能涉及侵权行为!

更详细技术信息, 请咨询安科慧生工作人员!