

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2024.04.009

纤维素衬层压片-X 射线荧光光谱法 测定砂岩型铀矿中 9 种主次元素

乔浩 王明力 邓长生 王斌堂 李鹏飞

(核工业二一六大队, 乌鲁木齐 830011)

摘要 在粉末压片-X 射线荧光光谱法中采用粘性强、腐蚀性低、价格低廉的有机纤维素粉末替换硼酸衬层, 解决硼酸衬层在样品分析过程中受热挥发造成仪器金属部件、滤光片、准直器硼酸粉尘累积。添加微晶纤维素粉改善矿石粉末的粘结效果, 提高制备待测样片物理性能, 降低仪器维护保养成本, 提高仪器运行稳定性和检测结果的准确性。通过研究羟甲基纤维素、羟乙基纤维素、羟丙基甲基纤维素等三种有机纤维素作为衬层的机械强度、热稳定性, 采用微晶纤维素改善砂岩型铀矿样品制片过程中会出现样品分层和裂纹的问题, 对比替换衬层, 添加辅助粘结剂前后样品测试结果的变化。结果表明, 采用羟甲基纤维素作为衬层, 添加 0.5 g 微晶纤维素测定砂岩型铀矿中 9 种主次元素的精密度(RSD, $n=11$) 为 0.34%~4.8%, 测铀准确度为 0.93%~2.8%, 测钍准确度为 0.80%~2.8%, 其他主量元素相对误差为 0.060%~5.5%。相较于硼酸衬层和未添加辅助粘结剂样品的测定值, 应用格拉布斯法检验各元素统计量 G 均在 1.2%~1.4%, 实验数据无离群值和可疑值。采用羟甲基纤维素作为衬层可用于砂岩型铀矿中主次元素的测定, 降低了样品分析过程中产生粉末, 避免了对仪器金属部件的腐蚀影响, 添加微晶纤维素 0.5 g 改善了矿石粘结性能, 提升实验制备样片的稳定性和达标率。

关键词 有机纤维素; 粉末压片; X 射线荧光光谱法; 砂岩型铀矿; 格拉布斯法

中图分类号: O657.34 O433.4 文献标志码: A 文章编号: 2095-1035(2024)04-0443-07

Determination of Nine Primary and Secondary Elements in Sandstone-type Uranium Deposits by X-ray Fluorescence Spectrometry

QIAO Hao, WANG Mingli, DENG Changsheng, WANG Bintang, LI Pengfei

(Geology Party No. 216, CNNC, Urumqi, Xinjiang 830011, China)

Abstract Boric acid lining was replaced by organic cellulose powder with strong adhesion, low corrodibility and low price in powder lamination X-ray fluorescence spectrometry to solve the boric acid dust accumulation in instrument metal parts, filter and collimator caused by volatilization of boric acid lining during sample analysis. The addition of microcrystalline cellulose powder can improve the bonding effect of the ore powder, improve the physical properties of the sample to be tested, reduce the maintenance cost of

收稿日期: 2023-06-22 修回日期: 2023-12-25

基金项目: 核工二一六大队 2022 年 QC 项目 (QC216-2022-07)

作者简介: 乔浩, 男, 工程师, 主要从事岩矿测试研究。E-mail: 985456093@qq.com

引用格式: 乔浩, 王明力, 邓长生, 等. 纤维素衬层压片-X 射线荧光光谱法测定砂岩型铀矿中 9 种主次元素[J]. 中国无机分析化学, 2024, 14(4): 443-449.

QIAO Hao, WANG Mingli, DENG Changsheng, et al. Determination of Nine Primary and Secondary Elements in Sandstone-type Uranium Deposits by X-ray Fluorescence Spectrometry [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2024, 14(4): 443-449.

the instrument, and improve the stability of the instrument and the accuracy of the test results. The mechanical strength and thermal stability of three kinds of organic cellulose such as hydroxymethyl cellulose, hydroxyethyl cellulose and hydroxypropyl methyl cellulose as lining layers were studied. Microcrystalline fiber powder was used to improve the problems of sample delamination and cracks during the preparation of sandstone type uranium ore samples. The changes of sample test results before and after replacing lining layers and adding auxiliary binder were compared. The precision(RSD, $n=11$) of 9 primary and secondary elements in sandstone uranium ore was 0.34%–4.8%, the accuracy of uranium was 0.93%–2.8%, and the accuracy of thorium was 0.80%–2.8% with the addition of 0.5 g microcrystalline cellulose as lining layer. The relative error of other major elements was 0.060%–5.5%. Compared with the values of boric acid lining and samples without auxiliary binder, the Grubbs method was used, and the statistical G of each element was between 1.2%–1.4%. There were no outliers and suspicious values in the experimental data. The use of hydroxymethyl cellulose as lining layer can be used for the determination of primary and secondary elements in sandstone type uranium ore, which reduces the powder generation in the sample analysis process and avoids the corrosion effect on the instrument metal parts. The addition of 0.5 g microcrystalline cellulose can improve the bonding property of the ore and improve the stability and standard rate of the sample prepared by the experiment.

Keywords organic cellulose; powder lamination; X-ray fluorescence spectrometry; sandstone type uranium ore; Grubbs

波长色散型-X 射线荧光光谱法常应用于水泥、玻璃、陶瓷、建材及地球化学调查,在对各种自然介质岩石、土壤、水系沉积物进行测量,研究其空间分布特征演化规律和迁移富集变化规律中具有测定范围宽、精密度高、前处理简单等特点,在地质学领域被广泛应用。研究相关 X 射线荧光光谱法分析铀矿^[1]文献资料,袁建等^[2]研究熔融制样-X 射线荧光光谱法测定产铀岩石中钨、钼、铈、钽、铁、磷、钒的标准方法;钟坚海等^[3]研究了 X 射线荧光光谱法测定岩石中铀和钍;张勤等^[4]采用 X 射线荧光光谱法测定了土壤和水系沉积物等样品中碳、氮、氟、氯、硫、溴等 42 种主次和痕量元素;封亚辉等^[5]采用波长色散 X 射线荧光光谱法测定钽铁和铈铁矿中钽铈铀钍;经辉^[6]采用 X 射线荧光光谱法同时测定矿石中铀和钍;方蓬达等^[7]采用熔融制样-波长色散 X 射线荧光光谱法同时测定砂岩型铀矿中主量及铀、钍成分;李小莉等^[8]采用高压覆膜制样-X 射线荧光光谱法测定多金属矿中的多种元素。

目前绝大多数实验是采用粉末压片衬层原料为硼酸,在仪器使用过程中发现有白色硼酸粉末附着于内部金属部件,分散的硼酸粉末附着于仪器金属部件、滤光片、准直器^[9],硼酸粉尘累积,易造成活动部件运转异常,增加仪器的维护保养成本,甚至影响仪器检测结果。且在日常工作中我们使用的硼酸属于有毒物质且纯度较高,产生粉尘易刺激呼吸道,长

时间接触硼酸可能会对身体健康造成不良影响。砂岩型铀矿是产于沉积砂岩或砂砾岩等中粗碎屑岩中的外生后成天然铀矿床,主量元素在含量差异性明显,共生元素也不尽相同,在样品前处理时,由于部分砂岩型铀矿样品粘结性相较于土壤样品的粘结性较差,出现样片带侧面粗糙、掉粉甚至出现裂纹或样品分层的情况,不能满足仪器检测要求的物理性能。

常用粉末压片法-X 射线荧光光谱测定砂岩型铀矿样品中的主次元素,需研究寻找一种具有粘结稳定性好、腐蚀性低、毒性低、原料来源充分的有机纤维类物质替代硼酸作为衬层,降低仪器金属件的腐蚀及人体的不良影响。同时研究加入辅助粘结剂(微晶纤维素)来增强矿石样品的粘结性能,改善部分砂岩型铀矿样片制样效果,优化制备样品的物理性能及检测效果^[10]。

本文采用有机纤维类物质替代硼酸作为衬层粉末压片法测定砂岩型铀矿中 9 种主次元素,并研究辅助粘结剂对样片物理性能的优化效果及对测试结果的影响。方法改进后对样品准确度影响,采用岩石系列标准物质进行验证。

1 实验部分

1.1 仪器与原料

Axios-mAX 波长色散型 X 射线荧光光谱仪(荷兰帕纳科),其最大功率为 4 kW,激发电压为 60 kV,

最大电流为 150 mA, 铯钨 X 光管, SuperQ 软件; ZHY-401 型粉末压片机(北京众和科技有限公司), 最大压力为 300 kN; 分析天平。硼酸(分析纯, 天津市盛奥化学试剂有限公司), 微晶纤维素粉(上海阿

拉丁生化科技股份有限公司), 羟甲基纤维素、羟乙基纤维素、羟丙基甲基纤维素均为上海德兼化工有限公司产品。

分析元素的测量条件如表 1 所示。

表 1 各元素的测量条件

Table 1 Measurement conditions of each element

Elements	Analyze Spectral line	Spectral peak $2\theta/$ ($^{\circ}$)	Background $2\theta/$ ($^{\circ}$)	Crystal	Detector	Optical tube voltage/ kV or Current/mA	PHD
Si	K_{α}	109.074 8	2.431 2	PE002	Flow	36/100	25-75
Ca	K_{α}	113.113 0	-0.954 7	LiF200	Flow	36/100	25-75
Al	K_{α}	144.839 0	2.439 9	PE002	Flow	36/100	25-75
Fe	K_{α}	57.496 0	0.956 8	LiF200	Flow	60/60	25-75
Mg	K_{α}	22.862 4	1.195 7	PX1	Flow	36/100	32-68
K	K_{α}	136.690 4	-0.997 9	LiF200	Flow	36/100	25-75
Na	K_{α}	27.612 6	2.381 4	PX1	Flow	36/100	32-68
U	L_{α}	26.176 2	0.449 3	LiF200	Scint	60/60	25-75
Th	L_{α}	27.495 0	1.012 2	LiF200	Scint	60/60	25-75

1.2 标准物质

标准曲线所用标准物质: 土壤(GBW07401-7408), 岩石(GBW07103-7121), 水系沉积物(GBW07301a-GBW07308a、GBW07301-GBW07312、GBW07317-GBW07318、GBW07358-GBW07366), 铀、钍天然系矿石(GBW04101-GBW04105、GBW04121)。校准样品各元素含量见表 2。

表 2 校准样品中各元素含量

Table 2 Contents of each element in calibration samples

Components	Content range/%
SiO_2	6.65-90.4
CaO	0.16-51.1
Al_2O_3	0.68-29.3
Fe_2O_3	0.21-18.8
MgO	0.12-7.8
K_2O	0.12-5.0
Na_2O	0.03-5.3
U	0.0006-3.3
Th	0.00009-0.15

1.3 样品制备

称取 4.0 g(74 μ m) 样品, 加入适量微晶纤维素与样品充分混合, 采用工业有机纤维粉镶边垫底, 300 kN 压力压制 20~30 s, 制样待测。采用同样制备方法, 以硼酸镶边垫底^[1] 制备样品待测。由于采用工业级纤维素为衬层制备样品, 为研究衬层替代的可行性及新衬层对测试数据的影响, 每个样品都需严格用酒精清洁模具, 防止样品相互污染。

2 结果与讨论

2.1 衬层替代原料筛选

根据本实验的目标要求, 对替代衬层的原料初

步筛查, 对比有机物质的耐热性、毒性、价格、来源等因素, 研究工业羟甲基纤维素、羟乙基纤维素、羟丙基甲基纤维素替代硼酸作为衬层。资料显示, 三种有机纤维素的腐蚀性相较于硼酸更低, 对人体的刺激性更小。采用 300 kN 压片机制备不含样品的样片(每种原料 3 组平行), 在离地 1 m 的高度将 4 种样片自由落下(重复 10 次), 有机纤维素样片边缘稍有掉落, 未出现明显裂纹; 硼酸样片边缘掉落明显, 且有样片出现明显裂纹。结果显示, 有机纤维素自身粘结效果更加紧实。采用 4 种原料制备样片, 在 200 $^{\circ}$ C 条件下烘干 2 h 后, 有机纤维素样片表面变黄, 但整体形状基本未变形, 而硼酸样片表面鼓泡且出现粘连的情况。

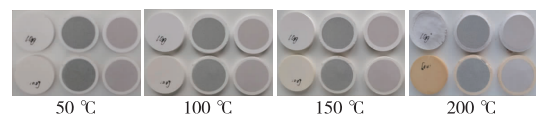


图 1 不同衬层样片外观随温度的变化
(上排为硼酸衬层, 下排为有机纤维素衬层)

Figure 1 Changes in appearance of samples with different lining layers with temperature(Boric acid lining in the top row, organic cellulose lining in the bottom row).

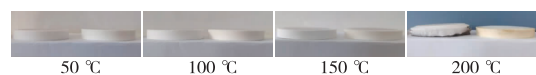


图 2 不同衬层样片外观随温度的变化
(左为硼酸衬层, 右为有机纤维素衬层)

Figure 2 Changes of the appearance of samples with different lining layers with temperature(Boric acid lining on the left, organic cellulose lining on the right).

经过初步对比原料毒性、耐高温性能,有机纤维素物理性能更加稳定。综合市场价格,实验选择工业羟甲基纤维素替代硼酸作为样品的衬层开展后续实验。

2.2 辅助粘结剂的用量

送检的铀矿样品中存在部分样片自身粘效果差,压片制备的样品不能满足仪器检测要求,因此,研究利用微晶纤维素改善岩石样品的粘结性能^[12],考察添加微晶纤维素后对样品测试结果的影响。针对无需辅助粘结剂即可满足仪器检测要求的铀矿样品,对比未添加及添加微晶纤维素后检测数据的变化情况(添加微晶纤维素样品的检测数据经过稀释校正后比较),结果如表 3 所示。添加辅助粘结剂后

对样品测试结果相对于未添加的样品测定结果偏差在 0.21%~5.2%,测试满足《地质矿产实验室测试质量管理规范第 3 部分:岩石矿物样品化学成分分析》(DZ/T 0130.3—2006)^[13]中规定的允许偏差要求,当该元素分析总量(x)分别 $>3\%$ 、 $0.2\% \sim 3\%$ 、 $<0.2\%$ 时,其分总量和与单独分析的总量相对偏差分别不得超过 10%、20%、30%。后续实验选择在 4.0 g 铀矿样品中添加适量微晶纤维素并充分混匀,经过 300 kN 压力制备样片,研究其改善样片带侧面粗糙、分层、裂纹甚至破裂的效果。如表 4 所示,针对自身粘结性差的砂岩型铀矿样品,研究对比多组样品,结果显示添加 0.5 g 微晶纤维素粉末即可有效解决制备样品不满足测量要求的问题。

表 3 微晶纤维素对样品测试结果的影响

Table 3 Effect of microcrystalline cellulose on sample test results

Add amount/g	SiO ₂ /%	CaO/%	Al ₂ O ₃ /%	Fe ₂ O ₃ /%	MgO/%	K ₂ O/%	Na ₂ O/%	U/($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	Th/($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)
0	67.3	1.44	10.4	2.72	1.41	5.98	4.66	50.2	72.7
0.2	67.5	1.41	10.4	2.80	1.40	6.08	4.76	48.4	70.5
0.4	67.4	1.48	10.4	2.85	1.41	6.04	4.74	48.9	73.2
0.6	67.4	1.43	10.4	2.74	1.42	5.96	4.70	49.3	71.4
0.8	67.2	1.46	10.3	2.86	1.41	6.02	4.68	48.8	75.3

表 4 样品带侧面外观物理特性

Table 4 Physical characteristics of sample surface appearance

Add amount/g	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Appearance description of the surface to be measured	Layering	Layering	Obvious crack	Microcrack	Smooth and flat	Smooth and flat

2.3 基体效应与谱线重叠校正

X 射线荧光光谱-粉末压片法测定铀矿样品中主量元素及铀钍时,基体效应及元素之间谱线干扰^[14-16],会影响测试结果的准确性。消除或者校正样品的粒度大小及元素间相互吸收、增强效应对提高待测元素准确度有重要意义。待测元素应具有足够大的含量范围和合适的含量梯度,本文选择各岩石系列物标准物质使用仪器自带的软件综合数学校正公式进行回归计算,校正基体效应和谱线干扰。元素的分析谱线及基体校正元素如表 5 所示。

2.4 方法准确度

选择实验室历年的砂岩型铀矿石样品,分别采用 X 射线荧光光谱粉末法压片制样和熔融片制样两种测量方法对不同地区、不同含量的几种主量元素及铀钍进行测试,分析两种方法各元素测定结果偏差大小,验证所建立分析方法的准确度,测试结果

如表 6 所示。两种方法对应的几种主量元素及铀钍的测定值,铀的相对值误差为 0.93%~2.8%,钍的相对值误差为 0.80%~2.8%,其他主量元素相对误差为 0.060%~5.5%,均小于 10%,都能满足化学分析要求。因此,新建方法对几种主量元素及铀钍测定的准确度较好,能满足日常检测样品要求。

表 5 基体校正元素

Table 5 Matrix correction elements

Elements	Analyze spectral line	Matrix correction element
Si	K _{α}	Al, Na, Ti
Ca	K _{α}	Al, K
Al	K _{α}	Si, Mg, Na
Fe	K _{α}	Al, Ca, Mg
Mg	K _{α}	Fe, Ca
K	K _{α}	Al, Ca, Mg
Na	K _{α}	Fe
U	L _{α}	Rb, Zr, Bi
Th	L _{α}	Pb, Bi

表 6 样品测试结果
Table 6 Sample test result

Components	Sample-1			Sample-2			Sample-3		
	Pressed powder pellet	Melt sample preparation	Relative error	Pressed powder pellet	Melt sample preparation	Relative error	Pressed powder pellet	Melt sample preparation	Relative error
SiO ₂	63.2	63.0	0.28	66.2	66.2	0.11	85.1	84.9	0.21
CaO	8.21	8.15	0.73	6.99	7.02	0.43	2.22	2.15	3.2
Al ₂ O ₃	11.1	11.1	0.63	10.4	10.4	0.38	7.04	6.98	0.85
Fe ₂ O ₃	2.88	2.94	2.08	2.91	2.99	2.8	0.32	0.33	3.1
MgO	1.81	1.91	5.5	1.58	1.56	1.3	0.20	0.20	1.0
K ₂ O	2.56	2.48	3.1	2.30	2.33	1.3	1.81	1.84	1.7
Na ₂ O	2.47	2.51	1.6	2.20	2.18	0.91	0.12	0.12	3.3
U	456 ^①	466 ^①	2.2	1 401 ^①	1 387 ^①	1.0	3 564 ^①	3 597 ^①	0.93
Th	214 ^①	209 ^①	2.3	359 ^①	349 ^①	2.8	711 ^①	699 ^①	1.9

Components	Sample-4			Sample-5			Sample-6		
	Pressed powder pellet	Melt sample preparation	Relative error	Pressed powder pellet	Melt sample preparation	Relative error	Pressed powder pellet	Melt sample preparation	Relative error
SiO ₂	77.9	77.9	0.060	77.7	77.5	0.18	63.2	63.2	0.090
CaO	0.92	0.93	1.1	2.54	2.55	0.39	7.65	7.52	1.7
Al ₂ O ₃	10.3	10.3	0.29	9.10	9.14	0.44	11.5	11.5	0.26
Fe ₂ O ₃	2.69	2.71	0.74	2.04	2.07	1.5	2.72	2.69	1.1
MgO	0.73	0.73	4.1	0.35	0.354	0.84	1.67	1.66	0.60
K ₂ O	2.81	2.83	0.71	1.90	1.91	0.53	2.78	2.78	0.11
Na ₂ O	2.16	2.14	0.93	0.07	0.074	2.8	2.77	2.78	0.36
U	74.1 ^①	76.4 ^①	2.7	141 ^①	145 ^①	2.8	121 ^①	119 ^①	1.6
Th	12.5 ^①	12.4 ^①	0.80	24.5 ^①	24.3 ^①	0.82	34.2 ^①	33.8 ^①	1.2

Note: ^① the unit is $\mu\text{g/g}$, the same to below.

2.5 方法精密度实验

为了检验新建方法的稳定性,选择低、中、高 3 个不同铀、钍含量水平的样品,在同一制片条件下制备 11 个独立片,在分析与测量模块动态重复测量,并统计分析结果,精密度测试结果见表 7,各组

分测定结果的相对标准偏差为 0.34%~4.8%。本研究与周莉莉等^[11]采用硼酸衬底压片制样-X 射线荧光光谱法测定除尘灰中 14 种主次量元素 (RSD 为 0.25%~5.2%) 精密度基本处于同一水平。

表 7 精密度测试结果
Table 7 Study on the precision of test results

Components	Sample-7			Sample-8			Sample-9		
	Average value	SD	RSD	Average value	SD	RSD	Average value	SD	RSD
SiO ₂	87.7	2.45	2.8	71.6	2.11	3.0	76.2	2.59	3.4
CaO	1.54	0.02	1.4	2.98	0.04	1.3	2.98	0.12	4.0
Al ₂ O ₃	5.52	0.11	2.0	11.1	0.12	1.1	6.24	0.18	2.9
Fe ₂ O ₃	0.41	0.03	3.7	6.24	0.03	0.48	5.80	0.02	0.34
MgO	0.32	0.02	4.8	0.98	0.01	1.0	2.17	0.04	1.8
K ₂ O	0.78	0.01	1.3	1.25	0.01	0.80	0.89	0.01	1.1
Na ₂ O	0.14	0.01	2.3	1.04	0.01	0.96	1.33	0.02	1.5
U	3 472 ^①	5.33	0.15	782 ^①	8.91	1.1	234 ^①	6.69	2.9
Th	645 ^①	2.45	0.38	89.6 ^①	0.67	0.75	21.8 ^①	0.59	2.7

2.6 添加辅助粘结剂前后样品测试结果

选择岩石及铀矿标准样品 GBW04103,制备三份样片测量[X1:硼酸衬层(无粘结剂);X2:工业羟甲基纤维素衬层(无粘结剂);X3:工业羟甲基纤维素衬层且添加 0.500 g 粘结剂]。应用格拉布斯法^[17]检验,先将实验室结果由小到大排列,并得出该

组数据的平均值 \bar{X} 和标准偏差 SD,然后再计算统计量 G,统计量 G 值见表 8。结果显示,采用工业羟甲基纤维素衬层制备样品测量砂岩型铀矿中 7 种主量元素及铀钍的检测方法与硼酸衬层结果统计量 G 均在 1.2%~1.4%,不大于 5% 的临界值。检验结果表明,各方法水平的实验数据无离群值和可疑值。

表 8 Sample-10、GBW04103 各元素 3 水平平均值的格拉布斯检验

Table 8 Grubbs test for the horizontal mean value of each element 3 in sample-10 and GBW04103

/%

Samples	Components	Standard value	X ₁	X ₂	X ₃	\bar{X}	SD	G _p	G ₁	G _i
Sample-10	SiO ₂		65.7	65.7	65.8	65.7	0.04	1.03	1.35	1.35
	CaO		5.78	5.74	5.74	5.75	0.02	1.40	0.872	1.40
	Al ₂ O ₃		4.37	4.39	4.40	4.39	0.01	1.20	1.25	1.25
	Fe ₂ O ₃		3.36	3.38	3.31	3.35	0.03	0.953	1.38	1.38
	MgO		5.48	5.45	5.55	5.49	0.04	1.38	0.974	1.38
	K ₂ O		3.12	3.10	3.08	3.10	0.02	1.28	1.16	1.28
	Na ₂ O		3.87	3.81	3.81	3.83	0.03	1.41	0.761	1.41
	U		158 ^①	165 ^①	160 ^①	161 ^①	3.01	1.38	0.943	1.38
	Th		25.7 ^①	25.4 ^①	24.9 ^①	25.3 ^①	0.33	1.11	1.31	1.31
GBW04103	SiO ₂	50.42±0.15	50.4	50.4	50.4	50.4	0.02	1.39	0.926	1.39
	CaO	13.75±0.22	13.9	13.9	13.7	13.8	0.07	0.843	1.40	1.40
	Al ₂ O ₃	13.39±0.15	13.3	13.3	13.4	13.3	0.06	1.40	0.875	1.40
	Fe ₂ O ₃	1.89±0.05	1.93	1.89	1.90	1.91	0.02	1.34	1.05	1.34
	MgO	0.561±0.026	0.543	0.557	0.549	0.55	0.01	1.28	1.16	1.28
	K ₂ O	0.11±0.011	0.103	0.111	0.105	0.11	0.00	1.37	0.981	1.37
	Na ₂ O	7.22±0.14	7.14	7.23	7.20	7.19	0.04	1.12	1.30	1.30
	U	2190±20 ^①	2207 ^①	2187 ^①	2174 ^①	2189 ^①	16.4	1.30	1.13	1.31
	Th									

3 结论

以羟甲基纤维素为衬层粉末压片测定砂岩型铀矿样品中 9 种主微量元素,羟甲基纤维素作为衬层制备样片的物理性能更加稳定,满足仪器检测要求,同时可降低样片制备过程中粉尘对操作人员的危害,减少衬层原料挥发对设备金属部件的腐蚀,标准样品验证结果满足不确定度要求,精密度检测结果与硼酸衬底压片制样-X 射线荧光光谱法基本一致。添加 0.5 g 左右微晶纤维素改善岩石样品粘结性能,样品的检测结果准确度、精密度满足实验室样品质控要求。因此该研究可以用于砂岩型铀矿样品检测,促进 X 射线荧光光谱-粉末压片法无害化、环保化改进。

参考文献

- [1] 宋昊,倪师军,侯明才,等.新疆伊犁盆地砂岩型铀矿床层间氧化带中粘土矿物特征及与铀矿化关系研究[J].地质学报,2016,90(12):3352-3366.
SONG Hao, NI Shijun, HOU Mingcai, et al. Study on the characteristics of clay minerals and their relationship with uranium mineralization in interlayer oxidation zone of sandstone type uranium deposit in Yili basin of Xinjiang[J]. Acta Geologica Sinica, 2016, 90(12): 3352-3366.
- [2] 袁建,刘香英,夏晨光,等.熔融制样-X 射线荧光光谱法测定产铀岩石中钨、钼、铌、钽、铁、磷、钒的标准方法[J].核化学与放射化学,2017,39(5):362-367.

YUAN Jian, LIU Xiangying, XIA Chenguang, et al. Standard method for determination of W, Mo, Nb, Ta, Fe, P, V in uranium-productive rock by X-ray fluorescence spectrometry[J]. Journal of Nuclear and Radiochemistry, 2017, 39(5): 362-367.

- [3] 钟坚海,叶华欣,李泳涛,等.压片制样-波长色散 X 射线荧光光谱法测定土壤和沉积物中主、次及微量元素[J].中国无机分析化学,2022,12(6):34-39.
ZHONG Jianhai, YE Huaxin, LI Yongtao, et al. Determination of major, minor and micro elements in soils and sediments by wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry with pressed powder pellet[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2022, 12(6): 34-39.
- [4] 张勤,李国会,樊守忠,等.X 射线荧光光谱法测定土壤和水系沉积物等样品中碳、氮、氟、氯、硫、溴等 42 种主次和痕量元素[J].分析实验室,2008,27(11):51-57.
ZHANG Qin, LI Guohui, FAN Shouzhong, et al. Study on determination of 42 major minor and trace elements in soil and stream sediment samples [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2008, 27(11): 51-57.
- [5] 封亚辉,潘生林,查燕青,等.波长色散 X 射线荧光光谱法测定钽铁和铌铁矿中钽铌钽钽[J].冶金分析,2022,42(3):7-12.
FENG Yahui, PAN Shenglin, ZHA Yanqing, et al. Determination of tantalum, niobium, uranium and thorium in tantalite and niobite by wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2022, 42(3): 7-12.
- [6] 经辉.X 射线荧光光谱法同时测定矿石中铀和钽[J].

- 中国无机分析化学,2015,5(3):34-40.
- JING Hui. Simultaneous determination of uranium and thorium in ores by X-ray fluorescence spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2015, 5(3):34-40.
- [7] 方蓬达,张莉娟,王家松,等. 熔融制样-波长色散X射线荧光光谱法同时测定砂岩型铀矿中主量及铀、钍成分[J]. 华北地质,2021,44(2):35-39.
- FANG Pengda, ZHANG Lijuan, WANG Jiasong, et al. Simultaneous determination of major elements, uranium and thorium in sandstone type uranium deposits by melting sample preparation wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry[J]. North China Geology, 2021, 44(2):35-39.
- [8] 李小莉,薄玮,徐进力,等. 高压覆膜制样-X射线荧光光谱法测定多金属矿中的多种元素[J]. 中国无机分析化学,2020,10(2):34-38.
- LI Xiaoli, BO Wei, XU Jinli, et al. Determination of multi-elements in polymetallic ore by XRF with high pressure pressed pellet covered with polyester film[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2020, 10(2):34-38.
- [9] 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 Liqiang, ZHAN Xiuchun, LI Guohui. X-ray fluorescence spectrometer [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2015:117-119.
- [10] 刘玉纯,林庆文,马玲,等. 粉末压片制样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 Yuchun, LIN Qingwen, MA Ling, 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.
- [11] 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 Lili, DONG Linan, ZHU Chunyao, 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.
- [12] 王干珍,王子杰,郭腊梅,等. 稀释剂粉末压片-X射线荧光光谱法测定锑矿石中锑及主量组分[J]. 中国无机分析化学,2016,6(1):22-25.
- WANG Ganzhen, WANG Zijie, GUO Lamei, et al. Determination of antimony and main components in antimony ores by X-ray fluorescence spectrometer with diluent-pressed powder pellet [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2016, 6(1):22-25.
- [13] 中华人民共和国国土资源标准化技术委员会,地质矿产实验测试分析技术委员会. 地质矿产实验室测试质量管理规范 第3部分:岩石矿物样品化学分析成分分析: DZ/T 0130.3—2006[S]. 北京:中国标准出版社,2006.
- Technical Committee of Geological and Mineral Experimental Testing and Analysis, Land and Resources Standardization Technical Committee of the People's Republic of China. The specification of testing quality management for geological laboratories, part 3: chemical components analysis of rock and mineral samples: DZ/T 0130.3—2006 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2006.
- [14] 殷惠民,杜祯宇,任立军,等. 波长X色散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 Huimin, DU Zhenyu, REN Lijun, et al. Coefficient effectiveness judgment of overlapping line and matrix effect correction in wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry and its application in determination of heavy metal elements in soil and sediment samples [J]. Metallurgical Analysis, 2018, 38(7):1-11.
- [15] 殷惠民,杜祯宇,李玉武,等. 能量色散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 Huimin, DU Zhenyu, LI Yuwu, 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.
- [16] 卜兆杰,王晓旋,黄健强,等. 粉末压片制样-X射线荧光光谱(XRF)法测定钛铁矿中 TFe、TiO₂、SiO₂、Al₂O₃、CaO、MgO 的含量[J]. 中国无机分析化学,2018,8(1):17-20.
- BU Zhaojie, WANG Xiaoxuan, HUANG Jianqiang, et al. Determination of TFe, TiO₂, SiO₂, Al₂O₃, CaO and MgO content in ilmenite by XRF with powder pressed method [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2018, 8(1):17-20.
- [17] 张亮亮. 实验室间比对结果的数据处理及测量不确定度评定[J]. 数码设计,2017,6(6):94-98.
- ZHANG Liangliang. Data processing of inter-laboratory comparison results and evaluation of measurement uncertainty [J]. Peak Data Scienc, 2017, 6(6):94-98.