

熔融制样-X射线荧光光谱法同时测定金红石中主、次、微量元素含量

佺云 马晓卉

(沈阳有色金属研究院有限公司, 辽宁 沈阳 110141)

[摘要] 采用熔片法制得玻璃片,在标准样品数量少、元素含量不全的条件下,使用标准样品人工配制合成标样及加入多种类标准样品的方法,建立了金红石中 Al、Si、Fe、Ca、Mg、P、Ti、Mn、V、Cr、Zr、Nb 等 12 种元素同时测定的 X 射线荧光光谱分析法。采用熔融制样,以四硼酸锂-偏硼酸锂混合熔剂(67:33)作为熔样体系,讨论了熔剂选择、熔片温度、稀释比及脱模剂用量等条件对熔片效果的影响。标准曲线使用变化理论 α 系数校正和谱线重叠校正,相对标准偏差为 0.21%~4.20% ($n=10$)。熔融制样-X 射线荧光光谱分析法的分析结果与容量法和电感耦合等离子体原子发射光谱法分析结果进行对比,结果令人满意,说明该方法可应用于金红石中主、次、微量成分的快速分析。

[关键词] 金红石; 熔融制样; X 射线荧光; 容量法; 电感耦合

[中图分类号] O657.34 **[文献标志码]** B **[文章编号]** 2097-2423(2024)05-0053-08

DOI: 10.19610/j.cnki.cn10-1873/tf.2024.05.008

0 前言

金红石是我国重要的含钛矿产资源,广泛应用于制备四氯化钛、钛白粉、钛合金等产品^[1-3]。金红石中杂质元素的含量对钛及钛合金产品的质量有较大的影响。目前,分析金红石多采用容量法、重量法、分光光度法、原子吸收光谱法等,具体参见《高钛渣、金红石化学分析方法》(YS/T 514—2009)系列标准。

杨再江^[4]、闰月娥^[5]等采用微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定金红石中杂质元素含量,存在元素之间干扰严重的问题;张佑富^[6]采用碱熔后酸化方法测定金红石中杂质元素含量,操作繁琐且空白值高,容易造成试剂污染。由于金红

石中 TiO₂ 含量为 85%~96%,且金红石结构酸碱难溶,上述分析方法存在前处理较复杂、分析周期长的问题,不适用于金红石中主、次、微量元素含量快速分析。

熔融制样-X 射线荧光光谱法 (Fusion Bead-XRF) 是通过将样品熔融成玻璃片,再用 X 射线荧光光谱仪分析其成分的方法。该技术的原理是基于样品元素受 X 射线激发后发出特定能量的荧光 X 射线,通过测量这些 X 射线的能量和强度,定量分析样品中的元素种类和含量。该方法的精度和准确度高、分析范围广、快速简便、检测限低,属于非破坏性分析。采用该方法,样品代表性强,可以提高分析效率、减少基体效应、适应复杂样品和环保安全。因此,熔片制样-X 射线荧光光谱法在多个分析领域中得到广泛应用。

本文在前人研究的基础上,采用 X 射线荧光光谱法,熔片制样,通过有证标准样品建立校准曲线,同时测定金红石样品中 Al₂O₃、SiO₂、Fe₂O₃、CaO、MgO、P₂O₅、TiO₂、MnO、V₂O₅、Cr₂O₃、ZrO₂、Nb₂O₅ 的含量,步骤简单,试剂消耗小,分析速度快,准确度高。

1 试验部分

1.1 样品信息

金红石实际样品通过 X 射线荧光半定量分析,

[收稿日期] 2024-03-20

[作者简介] 佺云(1981—),女,高级工程师,主要从事有色金属、合金、贵金属、钢铁等分析检测工作。

[引用格式] 佺云,马晓卉. 熔融制样-X 射线荧光光谱法同时测定金红石中主、次、微量元素含量[J]. 绿色矿冶, 2024,40(5):53-60.

XIAN Yun, MA Xiaohui. Simultaneous determination of major, minor and trace elements in rutile by melting sample preparation-X-ray fluorescence spectrometry [J]. Sustainable Mining and Metallurgy, 2024,40(5):53-60.

得出各组分组成,结果如图 1 所示。由图 1 可见,金红石的主要成分为 TiO_2 、 SiO_2 、 Al_2O_3 、 MgO 、 CaO 、

Fe_2O_3 、 V_2O_5 含量均在 0.1% ~ 3%, 伴随有部分微量元素,例如 MnO 、 Cr_2O_3 等。

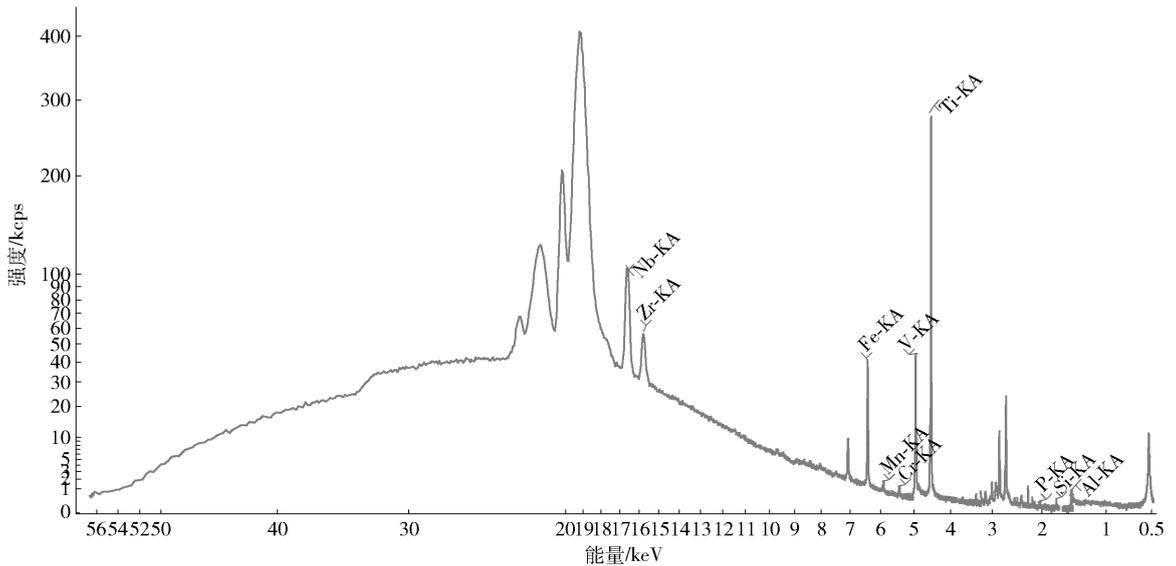


图 1 金红石样品半定量分析图谱

1.2 仪器与试剂

S8 Tiger 波长色散 X 射线荧光光谱仪(德国布鲁克公司);Rh 钨 X 射线管,最大功率 4 kW,最大工作电压 60 kV,最大电流 170 mA;Analyte V4D 高频熔样机(北京静远世纪科技公司);ME 电子天平(瑞士梅特勒公司);铂金坩埚(Pt 95% + Au 5%)、铂金模具(Pt 95% + Au 5%);磨样机;马弗炉;烘箱;瓷坩埚,研钵。

无水四硼酸锂 + 偏硼酸锂混合熔剂(优级纯)的质量比为 67: 33,该混合熔剂需在 105 °C 条件下烘干 1 h 后置于干燥器中冷却备用;碘化铵(分析纯);P10 气体。

1.3 测量条件

通过测量标准样品中含量相对较高元素的谱峰及背景强度,找出 X 射线荧光光谱仪对各组分最佳测试条件,结果见表 1。

表 1 仪器测试条件

元素	谱线	晶体	$2\theta/(\circ)$		电压 U/kV	电流 I/mA	准直器/ (\circ)	探测器	测量时间/s	PHA/%	滤光片
			峰值	背景							
Al	$\text{K}\alpha_1$	PET	144.639	-	30	100	0.46	Flow Counter	30	50 ~ 150	无
Si	$\text{K}\alpha_1$	PET	108.997	-	30	100	0.46	Flow Counter	30	50 ~ 150	无
Fe	$\text{K}\alpha_1$	LiF200	57.540	-	60	50	0.46	Scintillation Counter	10	40 ~ 250	无
Ca	$\text{K}\alpha_1$	LiF200	113.090	-	50	60	0.23	Flow Counter	30	50 ~ 150	无
Mg	$\text{K}\alpha_1$	XS-55	20.776	-	30	100	0.23	Flow Counter	30	40 ~ 160	无
P	$\text{K}\alpha_1$	PET	89.395	91.818	30	100	0.46	Flow Counter	10	50 ~ 150	无
Ti	$\text{K}\alpha_1$	LiF200	86.153	-	50	60	0.23	Flow Counter	30	40 ~ 250	无
Mn	$\text{K}\alpha_1$	LiF200	62.989	-	60	50	0.46	Scintillation Counter	10	50 ~ 150	无
Zr	$\text{K}\alpha_1$	LiF200	32.097	33.565	60	50	0.23	Scintillation Counter	10	50 ~ 150	无
Nb	$\text{K}\alpha_1$	LiF220	30.434	31.354	60	50	0.23	Scintillation Counter	10	50 ~ 150	无
V	$\text{K}\alpha_1$	LiF200	76.959	-	50	60	0.46	Flow Counter	10	50 ~ 150	无
Cr	$\text{K}\alpha_1$	LiF200	69.358	-	60	50	0.46	Scintillation Counter	30	50 ~ 150	无

1.4 烧失量

烘干水分的标准样品于 1 000 °C 温度下灼烧 1 h,

取出,放入干燥器中至恒重,计算烧失量。然后采用研钵将试样研至粒度 200 目以下供熔融制样所用。

1.5 熔片方法

分别称取(7.000 0 ± 0.000 2) g 混合熔剂和试样置于铂金坩埚中(标准样品为干燥后样品),采用细玻璃棒充分混匀,不要碰到坩埚壁和坩埚底;将坩埚置于高频熔样机坩埚架上,升温至1 100 ℃ 熔融12 min。熔融60 s时,用坩埚夹夹起坩埚分别顺时针、逆时针各晃动3圈,接着摇匀坩埚内熔融物;熔融至120 s时,加入碘化铵20 mg;熔融至300 s时,加入碘化铵10 mg;熔融至500 s时,加入碘化铵20 mg;熔融结束后,将熔融物趁热快速倒入已经预

热的模具中,冷却后自动剥离,贴好标签,待测。

1.6 标准样品的选择和制备

根据试样品种及含量范围,通常选取国家级和行业级有证标准物质建立校准曲线,也可用纯氧化物等纯试剂经人工合成制备适当的标准样品以适应各类样品的分析需要,或采用日常分析已定值样品作为补充。本文选择多种类标准样品,包含金红石、高钛渣,并以钒钛高炉渣、含钒钢渣、钛精矿标准样品及人工配制标准样品作为补充。所用标准样品各组分含量见表2。

表2 标准样品含量组成

标准样品	各组分含量/%														
	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	S	V ₂ O ₅	TiO ₂	Al ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	ZrO ₂	Nb ₂ O ₅	Cr ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O
YSBC 19815—2014	3.30	25.37	8.82	0.39	0.347	19.98	14.46	26.30	0.757	0.014				0.258	0.740
GSBH 42001-92	1.14	25.57	9.05	0.234	0.44	25.28	13.85	22.67	0.74						
YSBC 19816—2014	32.38	37.40	13.02	0.049	2.67	0.504	1.73	9.99	1.46	1.62					
YSBC 19814—2011	1.46	0.287	2.67	0.166		94.69	2.62	1.92	1.21						
SRM 670	0.861				0.66	96.16		0.51			0.840		0.230		
SX 58-05	3.53	0.035		0.027	0.243	93.35	0.500	0.297	0.115	0.147	0.198	0.532	0.117		
ZBK 458	31.51	0.070	1.09	0.025	0.266	55.68	2.30	1.54	1.63	0.108					
ZBK 464	43.22	0.68	1.52	0.172	0.700	50.06	1.30	2.04	1.13	0.11			0.84		

由于含Cr、Zr、Nb的标准样品数量少,标准曲线偏差大,通过将上述标准样品按照一定比例混合,并加入纯物质ZrOCl₂、Nb₂O₅合成了6个样品作为标样的补充,使各元素含量范围都有梯度,然后采用这14个标准样品建立校准曲线,并得到较宽的校准曲线范围。合成的标准样品熔片方法见1.5。

2 结果与讨论

2.1 熔融制样条件

样品制备对X射线荧光光谱法的分析误差具有相当突出的影响,有时甚至起决定性作用。与压片制样方法相比,熔融制样法消除了矿物效应和粒度效应,并最终形成玻璃片,当样品和熔剂以大比例混合稀释后,大幅降低基体效应,吸收-增强效应也随之降低。钒钛高炉渣中Si、Al、Ca、Ti含量相对较高,属于较难熔的样品,因此,为了制备高品质的玻璃样片,对熔剂和脱膜剂的选择、样品和熔剂的稀释比进行了条件试验。

四硼酸锂属于弱酸性熔剂,适合用于分解碱性氧化物;偏硼酸锂属于碱性溶剂,有利于酸性样品的

分解。根据样品中主量元素氧化物的酸碱性,杨新能等^[7]采用四硼酸锂和碳酸锂混合熔剂溶解样品,在高温有氧状态下,可降低熔融体酸性,增加其流动性,提高玻璃化程度,而且碳酸锂还可将铁等金属单质预氧化。本文尝试在四硼酸锂-偏硼酸锂混合熔剂(67:33)中加入碱性熔剂Li₂CO₃助熔,以有效消除酸性熔融体中的不溶物,加强其流动性,预氧化金属单质。但加入Li₂CO₃后,样品的平均原子量降低,散射强度增大,不利于K、Na元素的分析。钒钛样品熔片时,熔融温度通常控制在1 050~1 150 ℃^[8-10],因此,分别选择温度1 050 ℃、1 100 ℃、1 150 ℃进行熔片试验。结果显示,由温度1 050 ℃实验得到的样品熔片均匀度和透明度欠佳,由温度1 100 ℃、1 150 ℃实验得到的样品质地均匀透明,熔融过程中流动性好。因此,为使样品充分熔解而又降低能耗,采用1 100 ℃为熔片熔融温度。

此外,加入碘化铵作为脱模剂可以使熔片从模具中顺利剥离。本文采用一次性加入浓度为50%的碘化铵溶液2 mL和少量多次加入固体碘化铵两种方法进行熔片试验。试验结果表明,由于碘化铵

在高温条件下具有很强的挥发性,且所用设备为高频熔样炉,熔片过程加快了碘化铵的分解;一次性加入 2 mL 液体碘化铵脱膜效果不好,熔片不容易脱模,边缘会出现锯齿,增大了裂片的概率;而采用少量多次加入碘化铵的方法,熔片可以顺利脱模。因此,结合熔样温度和时间,采用固体多次加入法,同时,为避免碘化铵残留对结果造成影响,控制最后一次加入碘化铵的时间为熔融结束前 150 s,脱膜剂用量一般为 20 ~ 50 mg。

考察样品与熔剂质量比对熔片效果的影响,质

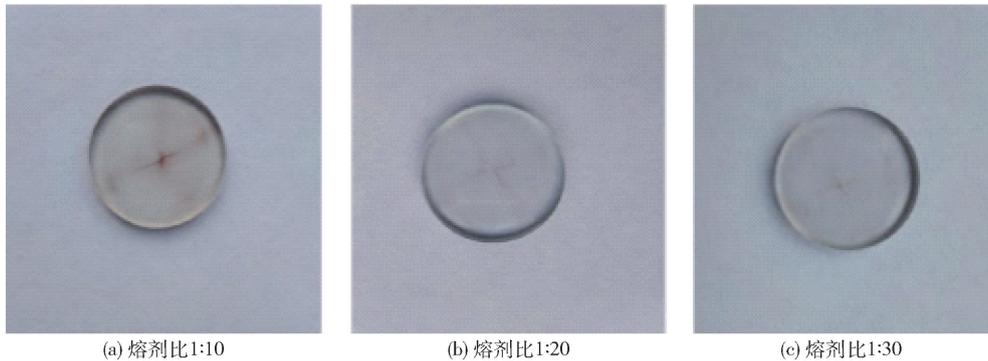


图 2 不同熔剂比熔片效果

2.2 样品烧失量的影响

进行高温熔融制样时存在烧失量,经过“烧增”或者“烧失”各元素的质量分数会发生变化,从而影响分析结果,因此,通常做熔融分析的样品需要预先做烧失量分析。样品中可能存在金属铁单质,高温使单质铁大部分氧化,所以熔片时无需对样品进行预氧化。由于本文选用的标准样品种类不同,烧失量差异较大,为了降低烧失量对分析结果的影响,统一对标准样品进行烧失量处理,将烧后的标准样品熔融制样。烧失后各组分含量见表 3。样品分析结果需要反算成未烧失含量。

2.3 基体效应及谱线重叠干扰校正

采用 1.5 的试验方法,测量全部标准样片,样品经过高温熔融,消除了颗粒效应和矿物效应,但存在基体干扰,钙、铝对硅存在基体干扰,硅、钛、铝对铁有基体干扰,使用变化理论 α 系数法进行谱线校正,同时使用仪器分析软件进行谱线重叠校正。校正前后分析元素标准偏差变化见表 4。

2.4 校准曲线

各元素的校准曲线如图 3 ~ 图 5 所示。校准曲线方程、含量范围及相关系数见表 5。

量比 1:10、1:20、1:30 的熔片效果如图 2 所示。由图 1 可知,熔剂质量比 1:10、1:20、1:30 都可以制成均匀的玻璃片,且质量比越大,制成的玻璃片越透明,但质量比例较大时不利于 P 等低含量元素的测定。为了既保证熔片效果又使分析元素具有一定的荧光强度,确保同时测定不同含量的元素,样品与熔剂质量比选择 1:10。

通过上述熔片方法制得的玻璃片透明、平整、均匀、无颗粒和气泡,满足 X 射线荧光光谱仪分析检测要求。

2.5 方法检出限

各主、次、微量元素的检出限可根据式(1)计算,结果见表 6。

$$LLD = \frac{3}{m} \times \sqrt{\frac{I_b}{T_b}} \quad (1)$$

式中:LLD 为检出限, $\mu\text{g/g}$; I_b 为背景强度, cps; T_b 为背景测量时间, s; m 表示各主次成分的测量灵敏度,是校准曲线斜率的倒数, cps/%。

3 样品分析

3.1 精密度试验

选取日常分析金红石样品 3 个,采用上述熔片方法反复熔片 10 个,并进行测定,结果见表 7。

由表 7 可知,3 个金红石样品的 RSD 为 0.21% ~ 4.20%,说明方法的精密度较好。

3.2 正确度试验

采用熔融制样-X 射线荧光光谱法法熔融 2 个日常样品,与容量法和电感耦合等离子体原子发射光谱法分析结果进行对比,结果见表 8。从表 8 可以看出,熔融制样-X 射线荧光光谱法与容量法和电感耦合等离子体原子发射光谱法得出的结果基本相符。

表3 烧失量后标准样品及合成样品含量

%

标准样品	组分														
	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	S	V ₂ O ₅	TiO ₂	Al ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	ZrO ₂	Nb ₂ O ₅	Cr ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂
YSBC 19815—2014	3.27	25.11	8.73	0.386	0.343	19.77	14.31	26.03	0.749	0.014				0.255	0.732
GSBH 42001-92	1.14	25.55	9.04	0.234	0.440	25.26	13.84	22.65	0.739						
YSBC 19816—2014	33.15	38.29	13.33	0.050	2.73	0.516	1.77	10.23	1.50	1.66					
YSBC 19814—2011	0.97	0.274	2.54	0.158		90.24	2.50	1.83	1.15						
SRM 670	0.859				0.659	95.97		0.509					0.230		
SX58-05	3.50	0.035		0.027	0.241	92.44	0.50	0.294	0.114	0.146	0.196	0.527	0.116		
ZBK 458	32.17	0.071	1.11	0.026	0.272	56.85	2.35	1.57	1.66	0.11			2.86		
ZBK 464	43.92	0.691	1.55	0.175	0.711	50.87	1.32	2.07	1.15	0.112			0.854		
混1	1.39	0.007		0.0054	0.575	95.26	0.10	0.466	0.023	0.029	0.709	0.106	0.207		
混2	8.73	1.44	5.01	0.11		73.69	2.51	5.22	1.02		1.42				
混3	8.15	1.35	4.68	0.105		68.82	2.34	4.87	0.96		5.90				
混4	3.44	0.034		0.026	0.237	90.90	0.487	0.289	0.112	0.143	0.193	0.518	0.114		
混5	0.857				0.657	95.70		0.508			0.836	0.286	0.229		
混6	0.853				0.654	95.29		0.505			0.832	0.714	0.228		

表4 变化理论α系数校正及重叠校正对校准曲线标准偏差的影响

组分	校准前标准偏差/%	校准后标准偏差/%	组分	校准前标准偏差/%	校准后标准偏差/%
Al ₂ O ₃	0.350	0.170	MnO	0.0008	0.0007
CaO	0.280	0.106	SiO ₂	0.200	0.120
MgO	0.350	0.180	ZrO ₂	0.010	0.009
P ₂ O ₅	0.0016	0.0015	Nb ₂ O ₅	0.005	0.003
Fe ₂ O ₃	0.310	0.200	V ₂ O ₅	0.050	0.012
TiO ₂	0.015	0.010	Cr ₂ O ₃	0.060	0.030

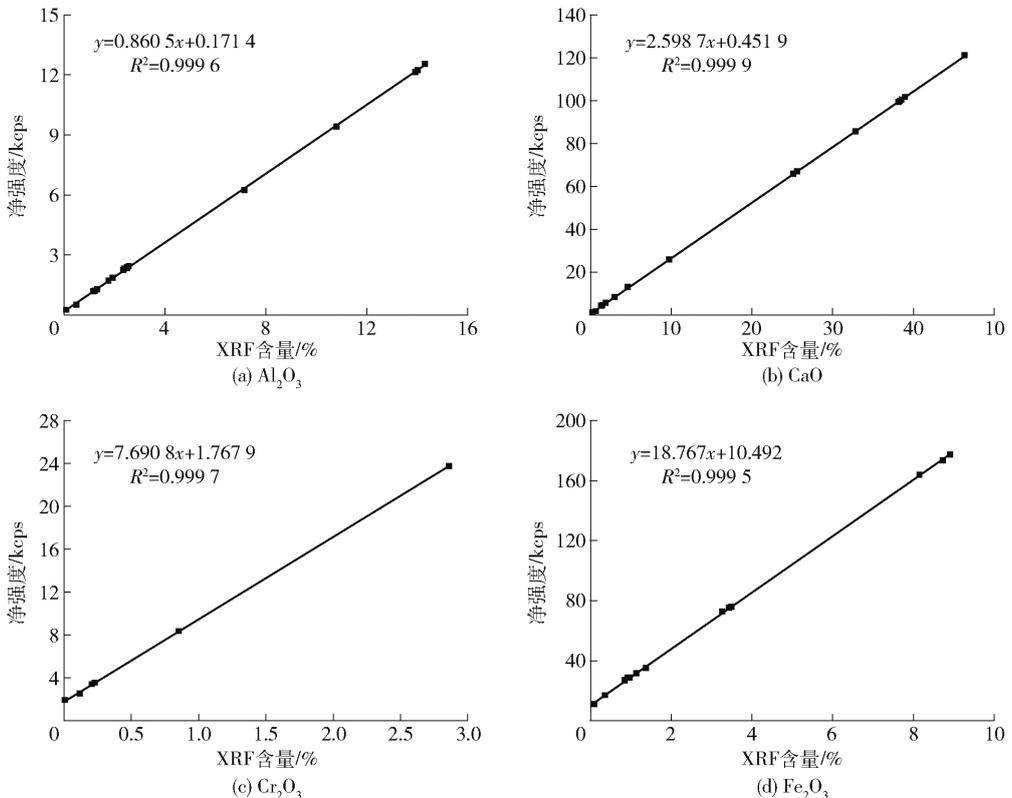


图3 校准曲线 (Al₂O₃、CaO、Cr₂O₃、Fe₂O₃)

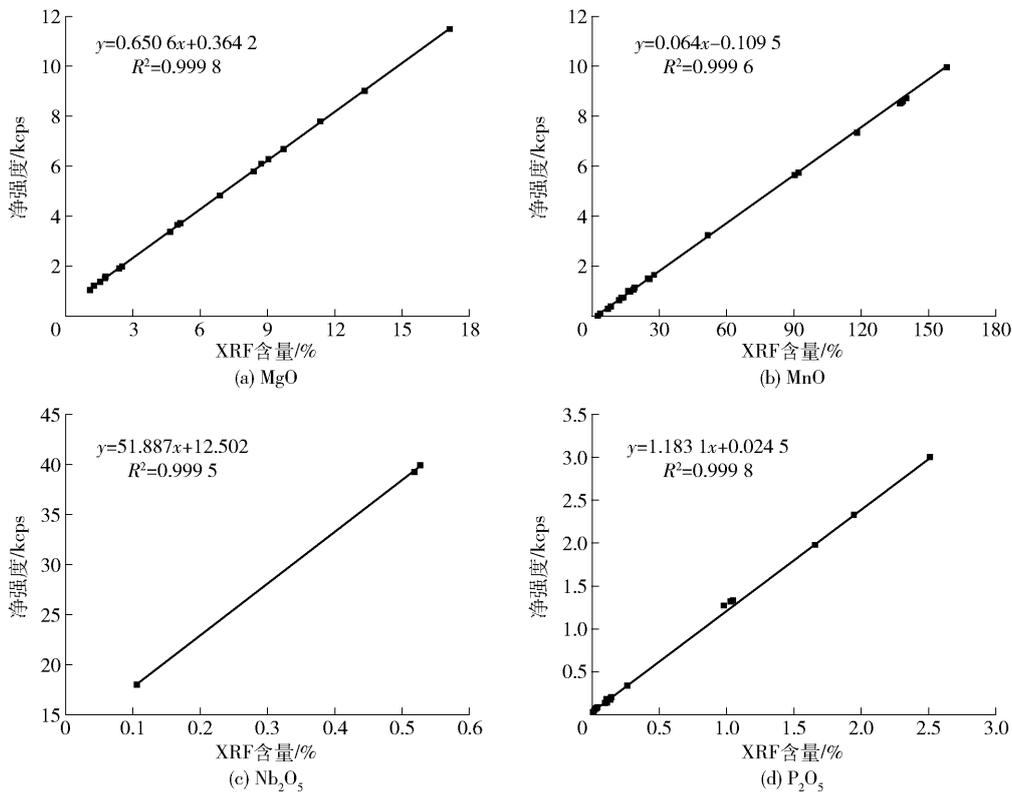


图4 校准曲线(MgO、MnO、Nb₂O₅、P₂O₅)

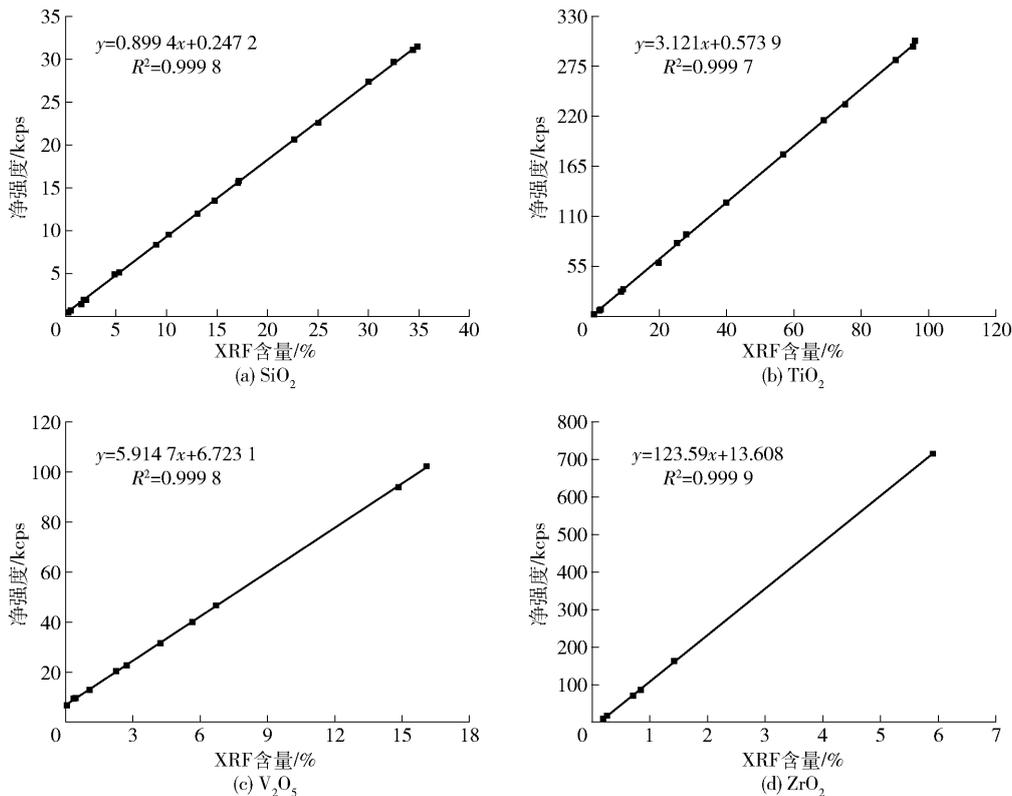


图5 校准曲线(SiO₂、TiO₂、V₂O₅、ZrO₂)

表5 各成分的校准曲线

成分	含量范围/%	校准曲线	相关系数(R^2)	成分	含量范围/%	校准曲线	相关系数(R^2)
Al ₂ O ₃	0.10 ~ 14.31	$y = 0.8605x + 0.1714$	0.9996	MnO	0.023 ~ 1.15	$y = 0.064x - 0.1095$	0.9996
CaO	0.007 ~ 38.29	$y = 2.5987x + 0.4519$	0.9999	SiO ₂	0.289 ~ 26.03	$y = 0.8994x + 0.2472$	0.9998
MgO	1.11 ~ 13.33	$y = 0.6506x + 0.3642$	0.9998	ZrO ₂	0.193 ~ 5.90	$y = 123.59x - 13.608$	0.9999
P ₂ O ₅	0.014 ~ 1.66	$y = 1.1831x + 0.0245$	0.9998	Nb ₂ O ₅	0.106 ~ 0.714	$y = 51.887x + 12.502$	0.9995
Fe ₂ O ₃	0.853 ~ 43.92	$y = 18.767x + 10.492$	0.9995	V ₂ O ₅	0.237 ~ 2.73	$y = 5.9147x + 6.7231$	0.9998
TiO ₂	0.516 ~ 95.57	$y = 3.121x + 0.5739$	0.9997	Cr ₂ O ₃	0.114 ~ 2.86	$y = 7.6908x + 1.7679$	0.9997

表6 方法检出限

成分	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	P ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MnO	SiO ₂	ZrO ₂	Nb ₂ O ₅	V ₂ O ₅	Cr ₂ O ₃	μg/g
检出限 LLD	58.4	74.1	117.4	61.2	63.7	97.7	42.4	112.4	13.4	33.1	90.2	66.8	

表7 金红石样品中各组分精密度结果($n=10$)

样品	指标	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	V ₂ O ₅	TiO ₂	Al ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	Nb ₂ O ₅	ZrO ₂	Cr ₂ O ₃
1#	平均值/%	1.05	0.071	0.059	0.399	90.51	0.750	2.77	0.041	0.066	0.278	1.91	0.316
	RSD/%	1.82	0.63	0.35	0.46	0.31	0.21	0.37	0.64	4.20	4.15	3.26	2.18
2#	平均值/%	3.73	0.136	0.686	0.271	90.70	4.74	1.23	2.09	0.002	-	0.682	0.347
	RSD/%	0.30	0.80	1.63	0.32	0.35	1.76	0.41	0.42	1.75	-	1.20	1.23
3#	平均值/%	4.53	0.034	0.109	0.312	85.49	0.818	2.18	0.468	0.099	0.352	2.19	0.314
	RSD/%	1.20	0.92	0.35	0.30	0.96	0.61	1.45	0.43	2.05	0.360	1.53	0.56

表8 试验结果对比

组分	样品1				样品2			
	分析方法	结果/%	分析方法	结果/%	分析方法	结果/%	分析方法	结果/%
Al ₂ O ₃	ICP	0.753		0.750	ICP	0.836		0.833
CaO	ICP	0.077		0.071	ICP	0.050		0.053
MgO	ICP	0.051		0.059	ICP	0.110		0.126
P ₂ O ₅	ICP	0.402		0.400	ICP	0.099		0.096
Fe ₂ O ₃	ICP	1.080		1.040	ICP	4.530		4.500
TiO ₂	容量法	90.46	XRF	90.510	容量法	85.50	XRF	85.32
MnO	ICP	0.045		0.040	ICP	0.480		0.468
SiO ₂	ICP	2.800		2.770	ICP	2.160		2.190
ZrO ₂	ICP	1.910		1.900	ICP	2.220		2.200
Nb ₂ O ₅	ICP	0.268		0.280	ICP	0.361		0.352
Cr ₂ O ₃	ICP	0.316		0.321	ICP	0.320		0.314
V ₂ O ₅	ICP	0.380		0.385	ICP	0.315		0.310

4 结论

本文采用熔片法制得玻璃片,在标准样品数量少、元素含量不全的条件下,使用标准样品人工配制合成标样及加入多种类标准样品的方法,建立了金红石中Al、Si、Fe、Ca、Mg、P、Ti、Mn、V、Cr、Zr、Nb等12种元素同时测定的X射线荧光光谱分析法。对熔融制样熔剂选择、熔片温度、脱模剂选择及稀释比

等试验条件进行了考察,确定最佳试验方案。样品经烧失量处理,在氧化样品中金属单质的同时也降低了烧失量对分析结果的影响。标准曲线采用变化理论 α 系数校正和谱线重叠校正,有效克服了基体效应的影响。分析结果的精密度和准确度也得到了验证,该方法可应用于金红石样品的主、次、微量成分快速分析。

[参考文献]

- [1] 肖巍,杨娟,李和付,等. 氟硅酸钠对金红石和石榴石浮选分离的影响及作用机理[J]. 金属矿山,2023(8): 119 - 124.
- [2] 阎鑫宇,李博,黄润. 真空碳热预还原-盐酸浸出钛精矿制备人造金红石的研究[J]. 绿色矿冶,2023,39(2):24 - 29.
- [3] 张晓伟,张万益,童英,等. 全球钛矿资源现状与利用趋势[J]. 矿产保护与利用,2019,39(5):68 - 75.
- [4] 杨再江. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定金红石中12种杂质元素的含量[J]. 理化检验-化学分册,2022,58(4):476 - 480.
- [5] 闫月娥. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钒钛铁精矿中10种主次元素的含量[J]. 理化检验(化学分册),2018,54(9):1044 - 1048.
- [6] 张佑富. ICP-OES法同时测定金红石中Al、Si、Cr、Fe、Zr、Nb等杂质元素[J]. 冶金与材料,2021,41(2):35 - 36.
- [7] 杨新能,冯宗平. 熔融制样-X射线荧光光谱法测定钒钛渣中10种组分[J]. 冶金分析,2018,38(7):57 - 62.
- [8] 朱忠平,李国会. 熔融制样-X射线荧光光谱法测定钛铁矿中主次量组分[J]. 冶金分析,2013,33(6):32 - 46.
- [9] 张建波,林力,刘在美,等. X射线荧光光谱法同时测定钛精矿中主次量组分[J]. 岩矿测试,2009,28(2):188 - 190.
- [10] 罗明荣,陈文静. X射线荧光光谱法测定还原钛铁矿中11种组分[J]. 冶金分析,2012,36(6):24 - 29.

Simultaneous Determination of Major, Minor and Trace Elements in Rutile by Melting Sample Preparation-X-ray Fluorescence Spectrometry

XIAN Yun, MA Xiaohui

(CNMC Shenyang Research Institute of Nonferrous Metals Co., Ltd., Shenyang 110141, China)

Abstract: Glass flakes were prepared by melting method. Under the condition of small number of standard samples and incomplete element content, X-ray fluorescence spectrometry for simultaneous determination of 12 elements such as Al, Si, Fe, Ca, Mg, P, Ti, Mn, V, Cr, Zr and Nb in rutile was established by using standard samples to artificially prepare synthetic standard samples and adding various standard samples. The lithium tetraborate-lithium metaborate mixed flux (67:33) was used as the melting sample system. The effects of flux selection, melting temperature, dilution ratio and the amount of release agent on the melting effect were discussed. The standard curve was calibrated by the variation theory α coefficient and the spectral line overlap correction, and the relative standard deviation was 0.21% - 4.20% ($n = 10$). The results of melting sample preparation-X-ray fluorescence spectrometry were compared with those of volumetric method and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. The results were satisfactory, indicating that this method can be applied to the rapid analysis of major, minor and trace components in rutile.

Key words: rutile; melting sample preparation; X-ray fluorescence; capacity method; inductive coupling