

稀土快速鉴别仪在重晶石背景下轻稀土原矿测定中的应用

前言

稀土有工业“黄金”之称，已经广泛应用于发光材料、冶金产品、催化、能源、环境等领域。稀土元素具有优良的光电磁等物理特性，能与其他材料组成性能各异的新型材料，大幅度提高其他产品的质量和性能。稀土是中国最丰富的战略资源，是国家的宝贵财富。近年来，由于稀土价格的增长，稀土走私也日益猖獗，为了打击稀土走私，便携式的稀土快速鉴别仪应运而生。稀土快速鉴别仪是一款快速鉴别稀土元素的分析仪器，操作简单，鉴别快速准确，适合稀土鉴别、稀土矿产探测、稀土成品检验。稀土快速鉴别仪可以快速检测稀土元素的含量，让勘探人员迅速做出反应，节省大量的时间、人力和资源成本。相比于老式找矿设备的笨重和繁琐的化学总量测定，稀土快速鉴别仪在地质、稀土、矿产探测上的应用更加具有针对性，更能满足矿区的需要。

稀土元素可以分为轻稀土元素和重稀土元素，轻稀土元素包括镧、铈、镨、钕、钐、铕、钆、铽、镱、铕。除放射性元素钷外，其他元素为轻稀土矿的主要稀土元素，含量占稀土总量的 90%以上。近些年稀土 XRF 分析也取得了一系列进展，但总体来讲，还缺少快速的现场检测设备。稀土快速鉴别仪基于能量色散——X 射线荧光光谱原理，对稀土元素特征 X 射线进行分析判断。由于 Ba 元素在元素周期表中位于稀土元素 La 的前一个位置，如果稀土矿伴生高含量重晶石（BaSO₄）就会对稀土元素产生了非常大的干扰作用，使测定结果产生偏差。通过一定的方法，实现了重晶石背景下对轻稀土原矿中 La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Y 以及稀土总量的定量分析，结果准确度高，重现性好，能够满足重晶石背景下轻稀土原矿选矿的需要。

仪器简介

采用 PORT-X300 型稀土快速鉴别仪(钢研纳克检测技术有限公司),真空 Rh 靶 X 射线光管, SDD 检测器。仪器的具体状态和参数如下所示:

分析仪器: PORT - X300 型手持式稀土快速鉴别仪(钢研纳克检测技术有限公司);

激发源: 侧窗 X 射线管, 50 KeV, Rh 靶; 探测器: SDD 探测器; 电源: 锂电池; 仪器质量: 1.5 kg; 使用时间: 单块电池 6~8 小时; 分析软件: NCS 专用稀土快速鉴别仪软件; 分析时间: 稀土鉴别 6 s; 稀土定量分析: 18 S。

实验方法

X 射线荧光光谱是通过样品被 X 射线激发后发射的特征 X 射线来进行定性，定量分析的。特征 X 射线的能量位置反映元素种类信息，计数率大小反映含量信息。轻稀土矿伴生的高含量重晶石（BaSO₄）对稀土元素产生了非常大的干扰作用，因为 Ba 在元素周期表中位于 La 的前一位，其谱线严重干扰轻稀土元素的测定。目前所有的基于 X 射线能谱原理的便携式矿石分析仪都不能避免这种干扰，需要用一定方法对稀土元素进行校准，以满足稀土定量分析的需要。

由于稀土快速鉴别仪用于稀土矿现场测定，所以本实验未采用熔片和压片制样的方法，采用直接粉末法。该方法准确度没有熔片和压片制样法高，但是可以满足实际生产需要，符合矿山现场的使用习惯。

分析结果与讨论

稀土元素信号与重晶石（BaSO₄）基体信号对比

Ba, La, Ce, Pr, Nd, Sm 为周期表相邻元素，其谱线非常复杂，在 2.07% 的稀土总量下仅 La, Ce, Pr, Nd 四个稀土元素的谱线叠加就已经非常复杂了（如图 1）。

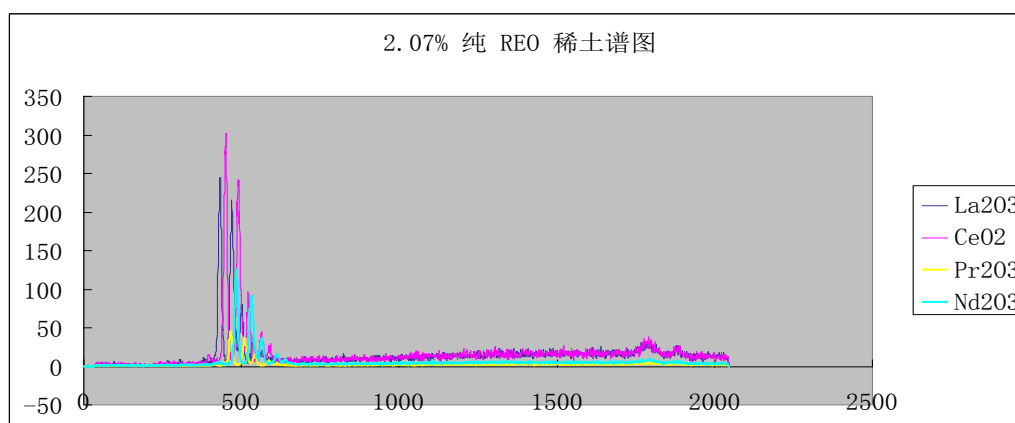


图 1 稀土总量 2.07 % 的样品中 La, Ce, Pr, Nd 的 L 系谱线叠加

稀土元素之间的相互影响已经使稀土定量变的十分复杂，其伴生的重晶石又使稀土元素定量更加困难。Ba 元素位于 La 的前一位，严重干扰轻稀土元素的测定。在高含量的重晶石背景下，其影响会更大。图 3 为采集到的含 BaSO₄ 稀土矿石（总量为 2.07%）图谱，提取出其中的稀土信号并和该谱图叠加，可以看到稀土元素对整体谱图的贡献微乎其微。高 BaSO₄ 背景下，稀土元素的信号几乎完全被覆盖。

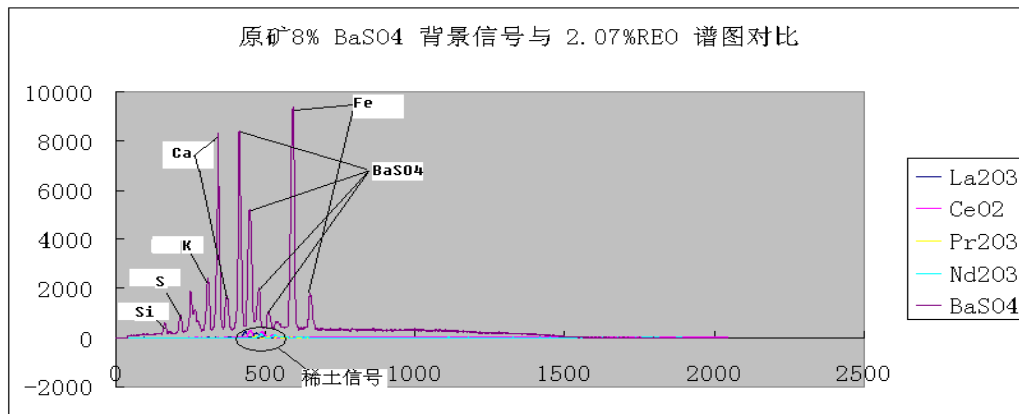


图 3 稀土总量 2.07 % 的样品中 BaSO4 信号与稀土信号对比

实验室样品的分析结果

通过稀土快速鉴别仪软件的模糊识别功能剥离出稀土元素的强度数据, 校准后对实验室样品进行检测, 结果如下:

表 2 校准样品的检测数据对照

样品编号	测定方法	La2O3	CeO2	Pr6011	Nd2O3	Sm2O3	Eu2O3	Gd2O3	Y2O3	REO
稀土 01	ICP 值	0.575	0.771	0.062	0.174	0.014	0.002	0.026	0.004	1.640
稀土 01	手持 XRF 值	0.623	0.844	0.068	0.194	0.014	0.003	0.030	0.008	1.802
稀土 02	ICP 值	0.527	0.707	0.058	0.156	0.014	0.002	0.024	0.005	1.500
稀土 02	手持 XRF 值	0.562	0.735	0.056	0.162	0.014	0.003	0.028	0.008	1.584

由上述结果可以看出, 直接粉末法对校准样品的检测结果比较满意。稀土快速鉴别仪可以用于高硫酸钡背景下的稀土含量测定。

现场实测结果

用直接粉末法对现场样品进行检测, 检测结果如下:

表 3 直接粉末法现场样品检测结果

稀土原矿	ICP 测定值	XRF 值	偏差
样品 2#	0.19	0.21	0.02
样品 3#	2.44	2.76	0.32
2012101201	0.27	0.41	0.14
2012101202	2.22	2.38	0.16

2012101206	2.02	1.79	-0.23
2012101207	1.05	0.97	-0.08

结论

使用钢研纳克稀土快速鉴别仪对重晶石背景下的轻稀土元素以及稀土总量进行了测定。直接粉末法的准确度可以满足现场测定的需要，并且免去了制样，压片或者熔片等步骤，方便快速，符合矿山的使用习惯。稀土快速鉴别仪能够用于稀土矿山现场测定，对重晶石背景下的稀土含量也能够准确定量分析。