

钼原矿多元素 X 射线荧光光谱快速分析技术

刘琪、刘英英

摘要：为解决传统钼原矿多元素分析方法流程繁琐、耗时较长、效率低下的问题，建立粉末压片制样-波长色散 X 射线荧光光谱快速分析技术，实现钼原矿中钼、钨、铜、铅、锌、砷、硫、铋、氟等多元素的同时测定。优化样品制备条件与仪器工作参数，采用经验系数法校正基体效应与谱线重叠干扰，选用钼矿石国家标准物质及自制梯度含量钼矿石样品建立校准曲线。实验结果表明，该方法相对标准偏差小于 2.1%，各元素检出限优于传统分析方法，其中钼检出限低至 $3.67 \mu\text{g/g}$ ，分析结果与电感耦合等离子体发射光谱法测定值高度吻合。该技术样品预处理简单、分析速度快、精密度高、准确性好，可满足钼原矿勘探、生产检测及质量控制中的快速分析需求，为钼原矿多元素高效检测提供技术支撑。

关键词：钼原矿；X 射线荧光光谱；快速分析；粉末压片；多元素测定

1 引言

钼作为一种重要的战略性稀有金属，广泛应用于冶金、化工、电子、航空航天等领域，其资源的勘探与合理开发利用具有重要的工业价值和战略意义。钼原矿成分复杂，除主元素钼外，常伴生钨、铜、铅、锌、砷等有益及有害元素，这些元素的含量直接决定钼原矿的开采价值、分选工艺及产品质量。因此，快速、准确测定钼原矿中多元素含量，对钼矿资源评价、生产流程控制及产品质量检验具有重要现实意义。

传统钼原矿多元素分析方法主要包括重量法、滴定法、原子吸收光谱法及电感耦合等离子体发射光谱法等。这些方法普遍存在样品预处理复杂、分析周期长、操作繁琐等不足，且难以实现多元素同时测定，无法满足大规模样品快速检测的需求。

X 射线荧光光谱分析技术具有样品预处理简单、分析速度快、多元素同时测定、无损检测、精密度高及准确性好等优势，已广泛应用于地质、冶金、环保等领域的矿物分析。波长色散 X 射线荧光光谱法相较于能量色散型，具有分辨率高、干扰易排除、检出限低等特点，更适用于成分复杂的钼原矿多元素精准测定。本文基于粉末压片制样技术，优化仪器工作参数与干扰校正方法，建立钼原矿多元素 X 射线荧光光谱快速分析方法，实现主伴生元素的高效、精准检测，为钼原矿分析提供一种高效可行的技术方案。

2 实验部分

实验采用 PANalytical Axios 型波长色散 X 射线荧光光谱仪，配备铑靶 X 射线管，最大功率 4kW，检测范围覆盖轻、中、重元素，具备自动谱线选择、背景校正及干扰校正功能。配套设备包括压片机、玛瑙研钵、标准检验筛、鼓风干燥箱等。

试剂选用低压聚乙烯粉，作为样品压片的衬垫镶边材料，具有价格低廉、吸潮性小、化学性质稳定等特点；实验所用钼矿石、钨矿石、铜矿石等国家标准物质，均为国家一级标准物质，用于校准曲线建立与方法验证；实验用水为二次纯化水，电阻率 $\geq 18\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

选取具有代表性的钼原矿样品，去除杂质后粉碎，经玛瑙研钵研磨均匀，通过 200 目标标准检验筛，确保样品粒度均匀一致，减少粒度效应对分析结果的影响。将过筛后的样品置于鼓风干燥箱中，在 105℃ 条件下烘干至恒重，冷却至室温后备用。

采用粉末压片法制备样片，以低压聚乙烯粉作为衬垫镶边材料，称取一定量烘干后的样品，放入压片机模具中，在 35t 压力下压制 30s，制备得到坚固光滑、表面平整的样片。制备好的样片置于干燥器中保存，避免吸潮变形，确保分析过程中样品稳定性。

结合钼原矿中各待测定元素的特性，优化仪器工作参数，确保各元素特征谱线强度稳定、干扰最小。优化后的主要参数如下：X 射线管电压根据元素种类调整为 20-60kV，电流为 20-100mA；分光晶体选用合适的晶体类型，匹配各元素特征谱线；探测器采用流光正比探测器与闪烁探测器组合，提高轻、重元

素的检测灵敏度；背景校正采用多点背景扣除法，减少背景干扰对测定结果的影响；每个元素的测定时间控制在 10-30s，兼顾分析速度与检测精度。

选用钼矿石国家标准物质及自制的钼含量呈梯度变化的钼矿石样品作为校准样品，校准样品的元素含量覆盖实际钼原矿中各元素的常见含量范围。按照与待测试样相同的制备方法，将校准样品制成样片，在优化后的仪器工作参数下进行测定，记录各元素的特征 X 射线荧光强度。

3 结果与讨论

粉末压片制样过程中，样品粒度、压制压力及压制时间是影响样片质量与分析结果的关键因素。实验表明，样品粒度通过 200 目筛后，粒度效应对钼、铜、铅等中重元素的影响可忽略不计，仅对钠、钙等轻元素有轻微影响，而本方法主要针对钼原矿中主伴生中重元素测定，因此该粒度条件可满足分析要求。

压制压力过低，样片松散易破损，无法进行正常检测；压力过高，可能导致样品颗粒变形，影响元素荧光强度测定。实验确定 35t 压制压力、30s 压制时间为最佳制样条件，此时制备的样片坚固光滑、吸潮性小，长期保存不发生形变，能够保证分析结果的稳定性。

钼原矿成分复杂，各元素之间易产生基体效应与谱线重叠干扰，影响测定结果的准确性。基体效应主要表现为元素间的吸收-增强效应，谱线重叠干扰主要来源于共存元素的特征谱线与待测定元素谱线重叠。

本方法采用经验系数法，通过对校准曲线进行修正，有效消除基体效应与谱线重叠干扰。例如，砷的特征谱线易受到铁、钙元素的干扰，通过引入经验校正系数，可显著降低干扰影响，提高砷元素测定的准确性；钼与钨元素谱线存在部分重叠，通过优化分光晶体与检测参数，结合经验系数校正，可实现两种元素的有效分离与精准测定。

精密度实验结果显示，3 个不同批次国家标准物质中各元素的相对标准偏差均小于 2.1%，其中钼元素的相对标准偏差为 0.8%-1.5%，表明该方法具有良好的精密度，测定结果稳定性强。

准确性实验结果表明, 本方法测定的各元素含量与国家标准物质认定值高度吻合, 与电感耦合等离子发射光谱法测定值的相对误差均小于 3.0%, 满足钼原矿多元素分析的准确性要求。两种方法测定结果的一致性, 验证了本方法的可靠性。

通过空白实验, 按照 3 倍背景信号波动的标准偏差计算各元素的检出限。结果显示, 本方法各元素检出限均低于传统粉末压片法与玻璃熔融法, 其中钼的检出限为 $3.67 \mu\text{g/g}$, 远低于玻璃熔融法的检出限; 砷的检出限为 $1.13 \mu\text{g/g}$, 低于其他粉末压片法的检出限, 表明该方法具有较高的检测灵敏度, 能够满足痕量元素测定需求。

4 结论

本文建立了粉末压片制样-波长色散 X 射线荧光光谱快速分析钼原矿多元素的技术方法, 通过优化样品制备条件、仪器工作参数及干扰校正方法, 实现了钼原矿中钼、钨、铜、铅、锌、砷等多元素的同时精准测定。

实验验证表明, 该方法样品预处理简单、分析速度快、精密度高、准确性好, 相对标准偏差小于 2.1%, 各元素检出限优于传统分析方法, 测定结果与电感耦合等离子发射光谱法高度吻合。该技术有效解决了传统分析方法流程繁琐、耗时较长的问题, 能够满足钼原矿勘探、生产检测及质量控制中的快速分析需求, 为钼原矿多元素高效检测提供了一种科学、可行的技术方案, 具有广阔的应用前景。

参考文献

[1]吴学伟.采用 X 射线荧光光谱仪快速测定选矿流程中矿样品中 Mo 与 Cu 含量的技术研究[J].山西冶金,2025,48(6):72-74