DOI:10.19948/j.12-1471/P.2021.02.05

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

方蓬达1,2,张莉娟1,2*,王家松1,2,王力强1,2

(1.中国地质调查局天津地质调查中心,天津300170;2.华北地质科技创新中心,天津300170)

摘 要:目前,砂岩型铀矿成分的测定,一般主量元素采用常规化学法,铀、钍含量采用ICP-AES测定。本文采用熔 融制样,用Axjox max型波长色散X射线荧光光谱仪一次性测定砂岩型铀矿中主量及铀、针成分。利用玻璃熔片法 可以有效地消除砂岩型铀矿样品的非均匀性及颗粒度等矿物效应。采用混合熔剂Li₂B₄O₂-LiBO₂-LiI (m/m/m = 66.67 /32.83/ 0.50) 在1 050℃熔融制样,用铀矿石、岩石、砂岩等国家一级标准物质制成标准样片绘制工作曲线,用 理论α系数法校正基体效应。方法经与标准物质检验对照,结果与标样值符合,其准确度、精密度均达到地质行业

关键词:熔融制样;X射线荧光光谱仪;砂岩型铀矿;主量及铀、钍成分

中图分类号: 0657.3 文献标识码: A 文章编号: 1672-4135(2021)02-0035-05

砂岩型铀矿是一种赋存于沉积盆地中的核能源 矿产,以品位低、矿量大、可用低成本的原地地浸法 开采和对环境污染小为特征,是当前世界上最重要 的铀矿床类型之一。砂岩型铀矿的主量元素在地质 环境样品中含量不同,共生元素也不尽相同,因此洗 择合适的分析方法对结果的精密度和准确度具有重 要的意义。

X射线荧光光谱法是根据X射线管发出的高能 X射线照射样片,激发样片中的化学原子发射出不同 的特征 X 射线,从而进行定性、定量分析的方法。相 较于经典化学分析方法,该方法制样简单,分析速度 快,且分析精密度更好,更易于在实际工作中掌握和 推广,为砂岩型铀矿的品位计算及综合评价等工作 提供了更高效的科学支撑。

自1975年以来,随着分析方法与仪器的进展,国 外在铀矿普查、勘探和开采工作中大量使用X荧光 分析技术。国内分析领域也逐渐引进这些先进仪器 与分析技术[1-11],八十年代,就有张鸿文探索使用X荧 光法测定矿石中铀[12],并对测量时的灵敏度和检出限 方面进行了研究。2010年,青海省核工业地质局的 逯克思采用压片制样进行了X射线荧光光谱法对岩

石中铀和钍的测定[13],同年,核工业北京化工冶金研 究院的任定高,孙立梅等人也采用压片制样建立了 碳酸盐型铀矿石中铀元素的X射线荧光测定法[14]。 2015年,贾冰涛、谢冬香等人曾在第十三届华东六省 一市地学科技论坛上发表过一篇《熔融制样X荧光 光谱法测定铀矿地质样品中21种主次量元素》的论 文[15],文中详述了利用X射线荧光光谱仪,借助熔融 法测定了铀矿地质样品中21种元素含量的试验过 程。2016年,核工业230研究所的柳金良,张鑫等人 采用混合熔剂熔融制样[16],建立了同时测定铀钼矿中 U, Mo, SiO₂, Fe₂O₃, Al₂O₃等的 X 射线荧光光谱法。 2017年,自然资源部放射性与稀有稀散矿产综合利 用重点实验室的江玲,邓秀文等人对岩石矿物中铀 分析方法进展进行了研究[17],对各种分析方法的前景 讲行了展望。

本文通过实验,综合对比了大量X射线荧光光 谱法测定铀矿石的方法[18-33],在这些方法的基础上, 从实际工作的角度对实验条件进行了优化,在制作 工作曲线时,除了使用铀矿石国家一级标准物质外, 还使用了一部分岩石和砂岩的国家一级标准物质, 扩展了元素含量范围,使之更适用于砂岩型铀矿中

收稿日期:2020-12-28

资助项目:中国地质调查局项目"地质调查标准化与标准制修订(2019-2021)(DD20190472)"

作者简介:方蓬达(1989-),男,工程师,毕业于天津大学,主要从事岩石矿物分析研究,E-mail:562469833@qq.com;*通讯作 者:张莉娟(1978-),女,高级工程师,主要从事岩石矿物分析研究,E-mail:343391065@qq.com。

组分的测定。

1实验部分

1.1 仪器及试剂

X射线荧光光谱仪:荷兰帕纳科 Axios max 波长色散型,端窗铑靶 X射线管,功率4 Kw。

熔样机: Classise TheOx 型全自动电加热熔片机,加拿大Classise 公司。

熔样坩埚:铂-金合金坩埚(95% Pt + 5% Au), 铂-黄金合金铸模盘(95% Pt + 5% Au)(天津市耀安 金属制品有限公司)。

天平:感量:0.1 mg。

熔剂:四硼酸锂($Li_2B_4O_7$)、偏硼酸锂($LiBO_2$)、碘化锂(LiI)以质量比 66.67/32.83/0.50 混合熔剂。(加拿大 Classise 公司)。

硝酸铵(NH₄NO₃):分析纯,天津渤化化学试剂 有限公司。

标准物质: $GBW04101 \sim GBW04109$ (核工业北京化工冶金研究院); GBW04130(核工业北京地质研究院);

GBW03112~GBW03114(中材地质工程勘查研究院测试中心);

GBW07103~GBW07108; GBW07120~GBW 07122; GBW07725(中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所)。

1.2仪器工作条件及实验步骤

各元素的测量条件见表 1。实验步骤如下:准确称取 1.0 g 硝酸铵, 8.0 g 混合熔剂(四硼酸锂($Li_2B_4O_7$)、偏硼酸锂($LiBO_2$)、碘化锂(LiI)质量比为 66.67/32.83/0.50)和经 105 C 烘干的样品(加工样品

表 1 分析元素测量条件

Table 1 Determination conditions of analyzed elements

元素	分析线	晶体	准直器/μm	探测器	电压/Kv	电流/mA	谱峰2θ/°	背景2θ/⁰	PHA LL/UL	峰位测量 时间/S	干扰谱线
Si	Kα	PE002	550	Flow	30	120	109.122	2.432 4	24/78	30	
Al	K_{α}	PE002	550	Flow	30	120	144.989	2.445 4	22/78	20	CaK_{α}
Fe	K_{α}	LiF200	150	Dupl	60	60	57.526	0.9566	36/72	20	
Ca	K_{α}	LiF200	150	Flow	30	120	113.139	-0.9514	32/73	30	
Mg	K_{α}	PX1	550	Flow	30	120	23.098	1.222 6	19/78	30	CaK_{α}
K	K_{α}	LiF200	150	Flow	30	120	136.725	-1.004 4	31/74	30	
Na	K_{α}	PX1	550	Flow	30	120	27.924	2.371 2	16/78	40	ZnL_{α}
Ti	K_{α}	LiF200	150	Flow	40	90	86.177	-0.537 2	31/66	30	
P	K_{α}	Ge111	550	Flow	30	120	141.029	1.934 4	25/78	20	
Mn	K_{α}	LiF200	150	Dupl	60	60	62.978	-0.758 4	30/72	20	CrK_{α}
U	L_{α}	LiF200	150	Scint	60	60	27.337	0.4594	22/78	30	
Th	L_{α}	LiF200	150	Scint	60	60	27.342	0.9960	21/78	20	BiL_{α}
Br	K_{α}	LiF200	150	Scint	60	60	30.409	0.496 2	20/78	10	
Rh	$K_{\alpha c}$	LiF200	150	Scint	60	60	18.038		27/78	10	

注:Flow为流气正比计数器;Scint为闪烁计数器;Dupl为封闭正比计数器。

的粒径应小于74 μm)0.8 g,置于铂-黄金合金坩埚中,混合均匀,将合金坩埚及铂-黄金合金铸模盘置于TheOx型全自动电加热熔片机上,在设置好的熔片程序下进行熔融(650℃下预氧化15 min,1 050℃下熔融 8 min后,熔片机自动将熔融物倾入已经加热好的铂-黄金合金铸模盘中),冷却后,玻璃状样片与铸模自然剥离,取出样片,贴上标签,放于干燥器中,待测。

2结果与讨论

2.1 标准物质的选择

考虑到砂岩型铀矿中主、次成分的含量与铀矿石还是有很多差异,而砂岩型铀矿的国家一级标准物质GBW04130~GBW04136很难买到,因此在建

立工作曲线时增加了粘土成分标准物质GBW03101~GBW03103,砂岩成分标准物质GBW03112~GBW03114,岩石成分标准物质GBW07103~GBW07108,GBW07120~GBW07122和含铀砂岩GBW07725以扩展工作曲线的元素含量范围。

标准样片采用 1.1 中选取的国家一级标准物质 按上述方法制备,工作曲线中各成分的含量范围见 表 2。

2.2 校准与校正

通过测量校准系列样片,基体效应校正和谱线 重叠干扰校正采用数学方法进行回归,计算公式为:

$$W_{i} = (aI_{i}^{2} + bI_{i} + c)(1 + \sum a_{ij}W_{j}) + \sum B_{ik}W_{k}$$

式中:

表2 校准样品各成分的含量范围

Table 2 Content of components in calibration standard samples

组分	含量范围/%	组分	含量范围/%
SiO ₂	5.01 ~ 98.51	Na_2O	0.021 ~ 8.53
Al_2O_3	$0.68 \sim 18.82$	TiO_2	$0.020 \sim 2.37$
TFe_2O_3	$0.093 \sim 14.80$	P_2O_5	0.004 1 ~ 4.13
CaO	$0.054 \sim 51.10$	MnO	$0.001\ 6 \sim 0.21$
MgO	$0.046 \sim 18.74$	U	$0.14 \times 10^{-6} \sim 3.29$
K_2O	$0.061 \sim 5.01$	Th	$0.34 \times 10^{-6} \sim 0.15$

W一校准物质中分析元素 i 的认定值(或未知样品中分析元素 i 基体校正后的含量);

a,b,c—分析元素 i 的校准曲线常数;

I一校准物质(或未知样品中)分析元素 i 的 X 射 线强度(或内标强度比);

 a_{ij} 一共存元素 j 对分析元素 i 的影响系数(理论 a 系数):

W—共存元素 i 的含量;

 B_{ik} 一干扰元素 k 对分析元素 i 的谱线重叠干扰校正系数;

 W_k —干扰元素 k 的含量(或 X 射线强度)。

校准物质分析元素 i 的推荐值经理论 a 系数校正基体校正得表观含量。分析元素的测量强度和表观含量,用公式(3)回归计算求得校准曲线常数 a、b、c。

铀、钍元素则以强度与Rh、Ka线康普顿散射强度之比值与推荐值回归分析进行校准。

对有谱线重叠干扰的元素,则需进行谱线重叠 干扰校正。

2.3 方法检出限

根据分析元素的测量时间,按下列公式计算各元素检出限*D.L.*,计算结果见表3。

表3 方法检出限
Table 3 Detection Limit of the method

组分	方法检出限/%	组分	方法检出限/%
SiO_2	0.91	Na_2O	0.019
Al_2O_3	0.24	TiO_2	0.018
TFe_2O_3	0.083	P_2O_5	0.003 2
CaO	0.072	MnO	0.001 5
MgO	0.061	U	0.002 5
K_2O	0.053	Th	0.002 8

$$D.L = \frac{3\sqrt{2}}{m} \sqrt{\frac{I_B}{T}}$$

式中:

I_B一背景的计数率;

m─1 *ug*/g元素含量的计数率;

T—计数时间。

2.4 方法精密度

基于国家标准物质GBW04105、GBW04106,采用本方法制备12个熔融片,分别进行测定,依照GB/T6379.2-2004《测定方法与结果的准确度(正确度和精密度)第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》和GB/T6379.4-2006《测定方法与结果的准确度(正确度和精密度)第4部分:确定标准测量方法正确度的基本方法》的要求,将检测结果进行统计(表3),按确定的制样条件和测量条件进行独立测定,计算精密度,精密度测定结果详见表4,与《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/T0130.3-2006)中规定的允许误差相比,都在允许误差范围内,表明此方法精密度较好。

2.5 样品分析

为了更好地验证方法的准确度和可行性,本文

表4 方法精密度试验结果 Table 4 Results of test for precision

						G	BW041	.05(单	泣:%)						
组分						12次	则定值						平均值	SD	RSD
SiO ₂	56.96	56.91	56.88	56.97	56.82	56.86	56.85	56.76	56.79	56.87	56.94	56.85	56.87	0.065	0.11
Al_2O_3	16.96	16.89	16.88	16.84	17.11	16.85	16.86	16.96	16.98	16.95	17.12	16.96	16.95	0.093	0.55
Fe_2O_3	3.65	3.59	3.68	3.69	3.81	3.63	3.73	3.67	3.69	3.71	3.75	3.69	3.69	0.057	1.54
CaO	4.84	4.81	4.87	4.89	4.91	4.87	4.89	4.92	4.93	4.88	4.89	4.94	4.89	0.037	0.76
MgO	1.21	1.19	1.23	1.22	1.19	1.17	1.21	1.22	1.17	1.23	1.19	1.21	1.2	0.021	1.75
K_2O	0.14	0.13	0.15	0.14	0.14	0.15	0.13	0.15	0.14	0.16	0.13	0.14	0.14	0.009	6.62
Na_2O	8.54	8.54	8.49	8.63	8.62	8.46	8.35	8.36	8.61	8.51	8.55	8.64	8.52	0.098	1.15
TiO_2	0.735	0.741	0.738	0.741	0.748	0.751	0.745	0.741	0.748	0.754	0.749	0.752	0.75	0.006	0.81
P_2O_5	0.755	0.751	0.758	0.764	0.759	0.765	0.745	0.751	0.748	0.751	0.758	0.761	0.76	0.006	0.84
MnO	0.081	0.079	0.079	0.083	0.085	0.078	0.079	0.081	0.082	0.082	0.085	0.084	0.08	0.002	2.98
U	0.426	0.427	0.43	0.435	0.43	0.432	0.429	0.433	0.435	0.432	0.429	0.438	0.43	0.003	0.79
	GBW04106(单位:%)														
Th	0.156	0.157	0.157	0.158	0.156	0.157	0.157	0.158	0.158	0.157	0.157	0.159	0.16	0.001	0.54

采用铀矿石国家标准物质 GBW04101~GBW04106 进行测定并与标准值进行对比,采用本文方法分析 的结果见表5。数据表明, 六个样品的主量及铀、针 元素测定结果与标准值基本一致,能够满足《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)中规定的允许误 差要求。

3结论

质及辅助矿物(如氧化物、硫化物或碳酸盐),因此在 进行样品熔融时,最好加入一些硝酸铵来防止硫化 物对铂-黄金合金坩埚的腐蚀。方法经一级国家标

GBW04101

表5 有证标准物质分析结果比较

参考文献: [1] 钱皮恩,杨君豪.用X射线荧光法测定矿石中的铀[J].国外 大多数砂岩型铀矿的主要成分是石英、粘土基 放射性地质,1976,(02):77-80+85. [2] 张鸿文.X 荧光法测定矿石中铀的灵敏度和检出限[J]. 放

GBW04102

效的科学支撑。

射性地质,1980,(05):474-477+402. [3] 沃德, 靳香林. 对铀矿勘探中所用分析方法的评价[J]. 放

(02):184-188.

准物质验证,符合DZ/T 0130《地质矿产实验室测试

质量管理规范》的相关要求。此方法结合ICP-MS,

基本就覆盖了砂岩型铀矿的主量和微量元素,在实

际生产中,不但提高了对砂岩型铀矿的检测效率、也

减少化学试剂的使用量,在源头上减少了环境污染,

为砂岩型铀矿的品位计算及综合评价等提供了更高

- 射性地质,1982,(04):380-384+307. [4] 王锡銮.X射线荧光分析中背景-峰值 法的研究[J]. 核科学与工程, 1983,
 - [5] 肖德明,甘璇玑,张鸿文.X 射线荧光 光谱法测定地质样品中的铀和钍[J]. 分析化学,1983,(10):750-753.
 - [6] Galson D A, Atkin B P, Harvey P K, 等. 低含量铀、钍和钾的 X 射线荧光 光谱法测定[J]. 国外铀矿地质, 1984, (02):97-101.
 - [7] 李记欣:X 射线荧光光谱法测定铀矿 石中的铁、钛、钙、硫、磷、硅、铝和铀 一两步校正程序初探[J].分析化学, 1984, (03):194–197.
 - [8] 李记欣.X 射线荧光光谱法在铀矿冶 分析中的应用[J]. 铀矿冶, 1986, (02): 25-29.
 - [9] 张鸿文,甘璇玑,肖德明.低含量铀, 钍的X射线荧光光谱法测定[J].分析 测试通报,1986,(05):19-23.
 - [10] 肖德明,刘飞跃.岩石样品中某些微 量元素的X射线荧光光谱测定[J]. 铀 矿地质,1987,(03):170-174+169.
 - [11] 杨乡珍. 铀和钍的连续测定[J]. 国外 铀金地质,1988,(04):70-75.
 - [12] 张鸿文. 地质样品中低量铀的 X 射 线荧光光谱法测定[J].放射性地质, 1980, (01):81-84.
 - [13] 逯克思.X射线荧光光谱法测定岩石 中铀和钍[J]. 分析试验室, 2010, 29 (S1):33-35.
 - [14]任定高,孙立梅,谢树军,等.碳酸盐 型铀矿石中铀的 X-射线荧光法测 定[J]. 湿法冶金, 2010, 29(03):206-

Table 5 Comparison of analytical results of certified reference materials

			JD W U41U1				JD W 04102	
待测元素	测定值	标准值	相对误差RE	RE允许差	测定值			RE允许差
	%	%	%	%	%	%	%	%
SiO ₂	81.35	81.31	0.05	0.41	89.82	89.75	0.08	0.34
Al_2O_3	6.26	6.29	-0.45	2.64	3.09	3.1	-0.24	3.39
Fe_2O_3	1.73	1.74	-0.43	4.06	2.11	2.1	0.36	3.84
CaO	0.84	0.81	3.19	5.02	0.40	0.38	5.92	6.07
MgO	0.32	0.31	3.76	6.37	0.16	0.16	2.60	7.39
K_2O	2.86	2.82	1.24	3.50	0.36	0.34	4.66	6.23
Na ₂ O	0.51	0.51	-0.98	5.65	0.026	0.024	7.99	10.86
TiO_2	0.17	0.16	6.77	7.39	0.12	0.11	7.58	8.01
P_2O_5	0.10	0.095	2.37	8.26	0.22	0.21	5.16	6.96
MnO	0.049	0.047	4.26	9.53	0.066	0.064	3.26	8.96
U	3.26	3.29	-0.99	3.33	0.070	0.068	2.82	8.85
			GBW04103				BW04104	
待测元素	测定值	标准值	相对误差RE	RE允许差	测定值	标准值	相对误差RE	RE允许差
	%	%	%	%	%	%	%	%
SiO ₂	50.52	50.42	0.20	0.78	5.12	5.01	2.11	2.87
Al_2O_3	13.36	13.39	-0.26	1.91	1.47	1.5	-2.00	4.24
Fe_2O_3	1.92	1.89	1.72	3.96	2.95	2.94	0.17	3.45
CaO	13.81	13.75	0.44	1.88	27.98	27.92	0.22	1.26
MgO	0.58	0.56	4.32	5.52	19.79	19.74	0.27	1.56
K_2O	0.12	0.11	7.58	8.01	0.28	0.26	6.09	6.63
Na ₂ O	7.21	7.22	-0.08	2.50	0.03	0.024	5.56	10.86
TiO_2	0.12	0.12	0.69	7.87	0.07	0.067	7.09	8.88
P_2O_5	4.15	4.13	0.50	3.08	0.04	0.04	7.50	9.84
MnO	0.14	0.13	7.69	7.73	0.04	0.036	2.55	10.05
U	0.22	0.22	0.64	6.89	0.07	0.073	-4.11	8.73
		(3BW04105			(BW04106	
待测元素	测定值	标准值	相对误差RE	RE允许差	测定值	标准值	相对误差RE	RE允许差
	%	%	%	%	%	%	%	%
SiO ₂	56.93	56.84	0.15	0.68				
Al_2O_3	16.90	17	-0.60	1.69				
Fe_2O_3	3.70	3.67	0.82	3.21				
CaO	4.93	4.86	1.34	2.91				
MgO	1.22	1.18	3.18	4.54				
K_2O	0.14	0.13	3.85	7.73				
Na_2O	8.56	8.53	0.29	2.34				
TiO_2	0.78	0.75	3.67	5.12				
P_2O_5	0.78	0.76	2.63	5.10				
MnO	0.081	0.080	1.25	8.56				
U	0.434	0.430	0.87	5.89				
Th					0.157	0.156	0.80	7.43

210.

- [15] 贾冰涛. 熔融制样 X 荧光光谱法测定铀矿地质样品中21 种主次量元素[C]//江西省地质学会.2015 地学新进展一第十三届华东六省一市地学科技论坛文集. 江西:江西省地质学会,2015:527-538.
- [16] 柳金良,张鑫,宋茂生.熔融制样-X射线荧光光谱法同时测定铀钼矿中主次成分[J]. 化学分析计量,2016,25(05):60-63.
- [17] 江玲,邓秀文,颜世栋,等.岩石矿物中的铀的分析方法研究进展[J].广东化工,2017,44(18):130+140.
- [18] 武朝晖,王鹤,朱宁,等.复杂地质样品中铀、钍等成分 X 射线荧光光谱分析[J].铀矿地质,1995,(03):177-184.
- [19] 刘江斌,赵峰,余宇,等.X射线荧光光谱法同时测定地质样品中铌钽锆铪铈镓钪铀等稀有元素[J]. 岩矿测试,2010,29(01):74-76.
- [20] 刘立坤,郭冬发,黄秋红.岩石矿物中铀钍的分析方法进展一非破坏分析法[J].中国无机分析化学,2012,2(04): 10-14.
- [21] 逯义.X 射线荧光光谱法测定稀土精矿中的稀土元素分量[J].岩矿测试,2012,31(02):277-281.
- [22] 刘俊,周四春,刘国安,等.多元素 X 荧光法在湖北某铀 矿区中的应用[J].现代矿业,2013,29(09):65-67+69.
- [23] 李福林,王建军,左天明.粉末压片制样—X射线荧光光谱法测定样品中铀钍[J]. 地球,2013,11:1000-405X.
- [24] 经辉.X射线荧光光谱法同时测定矿石中铀和钍[J]. 中国无机分析化学,2015,5(03):34-40.
- [25] 赵峰,廖志海,乔洪波,等.二元比例 X 射线荧光光谱法

- 测定铀锆体系中铀和锆[J]. 冶金分析, 2015, 35(07):44-47.
- [26] 张鑫,柳金良,刘朝,等.用X射线荧光光谱法同时测定 矿石中铀、银、汞[J].铀矿冶,2016,35(02):132-137.
- [27] 赵兴红,王琛,袁建,等.全反射 X 射线荧光光谱法测定 擦拭样品中铀的方法初探[J].中国原子能科学研究院年 报,2017,(00):207-208.
- [28] 赵峰,廖志海,乔洪波,等.均匀设计-X射线荧光光谱分析铀锆合金中铀和锆的方法探讨[J].冶金分析,2017,37 (07):11-16.
- [29] 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(05):362-367.
- [30] 郑瑞娟, 钟坚海, 张艳燕, 等. 熔融制样-波长色散 X 射线 荧光光谱法同时测定超基性岩中主、次及微量成分[J]. 分析试验室, 2018, 37(12):1411-1415.
- [31] Galson D A , Atkin B P , Harvey P K . The determination of low concentrations of U , Th and K by XRF spectrometry[J]. 1983,38(3-4).
- [32] Michael A, Evgeny L, Vladislav A. Multi-Wavelength Synchrotron RadiationXRF Determination of Uand Th in Sedimentary Cores from Lake Baikal [J]. Geostandards and Geoanalytical Research, 2000, 24(02):217-226, 0150-5505.
- [33] Abdulrahman A H, Wedad A Q, Enayat E Z. Determination of uranium, thorium and potassium contents of rock samples in Yemen[J]. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 2011, 290(02):261-266.

Simultaneous determination of major elements, uranium and thorium in sandstone type uranium deposits by melting sample preparation wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry

FANG Peng-da^{1,2}, ZHANG Li-juan^{1,2*}, WANG Jia-song^{1,2}, WANG Li-qiang^{1,2}

- (1. Tianjin Geological Survey Center, China Geological Survey, Tianjin 300170, China;
- 2. North China Geological Science and Technology Innovation Center, Tianjin 300170, China)

Abstract: At present, the main elements of sandstone-type uranium ores are determined by conventional chemical method, with the contents of uranium and thorium are determined by ICP-AES. In this paper, the major components of uranium and thorium in sandstone-type uranium ore were determined by using Axiox Max wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometer. The non-uniformity and grain size of sandstone type uranium samples can be effectively eliminated by glass melting method. The mixed $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{-LiBO}_2\text{-LiI}$ flux (m/m/m = 66.67/32.83/0.50) was used to melt the sample at 1 050 °C. The standard sample was made from uranium ore, rock, sandstone and other national first-class standard materials, and the working curve was drawn. The matrix effect was corrected by theoretical α coefficient method. The method is compared with the standard material, and the results are in good agreement with the standard sample. The accuracy and precision of the method meet the requirements of geological industry standards.

Key words: Melting sample preparation;X- ray fluorescence spectrometer;sandstone- type uranium ore; main quantity and composition of uranium and thorium