文章编号: 0254-5357(2004)01-0019-06

国土资源地质大调查分析测试技术专栏

X射线荧光光谱法测定多目标地球化学调查样品中主次痕量组分

张 勤, 樊守忠, 潘宴山, 李国会
(中国地质科学院地球物理地球化学勘查技术研究所, 河北 廊坊 065000)

摘要: 采用低压聚乙烯镶边垫底的粉末样品压片制样, 用PW2440 X射线荧光光谱仪对多目标地球化学调查样品中Na_2O、MgO、Al_2O_3、SiO_2、P、K_2O、CaO、Ti、Mn、Fe_2O_3、Co、Nb、Zr、Y、Sr、Rb、Pb、Th、Zn、Cu、Ni、V、Cr、Ba、La等组分进行测定。重点讨论了微量元素的背景选择和谱线重叠校正问题。使用经验系数法和康普顿散射线作内标校正基体效应, 经标准物质分析检验, 结果与标准值吻合, 用GBW 07308和GBW 07310水系沉积物国家一级标准物质作精密度试验, 统计结果RSD($n=12$)除La、Cr、Co和Th< 14.00%以外, 其余各组分均小于6.00%。

关键词: 化探样品; X射线荧光光谱仪; 背景位置选择; 谱线重叠校正; 粉末样品压片
中图分类号: O657.34 **文献标识码**: B

X射线荧光光谱分析方法具有试样制备简单、分析速度快、重现性好和非破坏性测定的优点, 已成为区域化探样品的多元素同时测定的有效方法之一。在20世纪80年代1∶20万化探样品的39个元素分析中, 它独立分析24个元素[1~7], 形成了以X荧光光谱为主的化探样品分析系统, 产生了巨大的经济和社会效益。

但是由于受当时仪器条件和软件的限制, La、Th元素分析结果离散度大, 对于含量在百万分之几的Cu、Ni、Co、Cr等元素分析结果相对误差较大, 已不能满足现今多目标地球化学调查样品测试的质量要求。为此, 根据现在对多目标地球化学调查样品元素检出限、精密度和准确度的要求, 采用配备4.0 kW高功率、薄铍窗(75 μm), 超尖锐X光管的PW2440最新型的X射线荧光光谱仪和先进的superq软件对多目标地球化学调查样品中的25个主、次、痕量组分的分析方法进行了仔细的研究。如元素的激发条件、探测器、背景位置及干扰谱线进行了仔细地选择。所拟定的方法简便、快速、灵敏、准确, 分析结果的精密度和准确度能满足多目标地球化学调查样品测试的质量要求。

1 实验部分

1.1 仪器和测量条件

荷兰Phlips公司的PW2440 X射线荧光光谱仪, 4.0 kW高功率、薄铍窗(75 μm), 超尖锐端窗铑靶X光管, 奔腾Ⅳ550计算机, superq 3.0软件, PW2540 VRC样品交换器, 最多可放144个样品, 理学50 t油压机, 惠普990Cdi激光打印机。

在多目标地球化学调查样品中, 主元素含量(质量分数)变化范围大, 例如SiO_2为15.6%~90.36%, Fe_2O_3从0.21%~24.75%, 次、痕量元素间的含量差别也很大(10^{-6}~10^{-2})。为了进行样品中25个主、次、痕量元素的测量, 必须对各元素的分析条件(包括元素的激发、分析线、背景位置、干扰谱线、分析晶体、准直器、探测器、PHA等)仔细选择。特别是对痕量元素的测量采用了以下3条措施: ①对于无干扰的元素分析线, 采用粗准直

收稿日期: 2003-03-10; 修订日期: 2003-11-11
基金项目: 国土资源部地质大调查项目(DKD 9904017)
作者简介: 张勤(1962-), 四川省汉源县人, 教授级高工, 从事XRF、ICP-MS、OES、AAS、AFS等分析方法研究。

器和 Al(200 μm) X 光管过滤片，以增加痕量元素的谱线强度和峰背比值。②使用 superq 软件的角度校核中的扫描参数、背景和谱线重叠等子程序，采用多个标样，通过在屏幕上显示扫描图，仔细地选择无干扰的背景位置和对谱峰的干扰元素。③对痕量元素适当增加测量时间，各被分析元素的测量条件见表 1。

表 1 被分析元素的测量条件①

Table 1 Measuring condition of elements

元素 El.	分析线 line	晶体 crystal	准直器 collimator	探测器 detector	X 光管过滤器 tube filter	电压 kV	电流 mA	2θ/(°) peak	2θ/(°) back.	t/s t_p	t/s t_b	PHA② LL	PHA② UL
Ba	$L\alpha_1$	LiF 200	550 μm	F- PC	无	40	90	87.182 2	88.630 8	40	20	33	71
Co	Kα	LiF 200	550 μm	Duplex	Al(200 μm)	60	60	52.774 6	53.641 4	50	10	16	75
Cr	Kα	LiF 200	550 μm	Duplex	无	50	70	69.348 4	70.498 6	30	10	14	78
Cu	Kα	LiF 200	550 μm	Duplex	Al(200 μm)	60	60	44.998 4	46.715 4	50	10	20	73
La	$L\alpha_1$	LiF 200	550 μm	F- PC	无	40	90	82.948 8	84.473 6	50	10	30	70
Mn	Kα	LiF 200	150 μm	Duplex	无	60	60	62.993 4	64.800 8	10	4	15	77
Nb	Kα	PX 9	150 μm	SC	无	60	60	21.358 4	21.848 6	20	4	24	78
Ni	Kα	LiF 200	550 μm	Duplex	Al(200 μm)	60	60	48.640 4	49.721 2	40	10	18	74
P	Kα	Ge 111	550 μm	F- PC	无	30	120	141.001 8	143.260 2	20	10	25	78
Pb	$L\beta_1$	LiF 200	150 μm	SC	无	60	60	28.210 8	28.788 6	30	10	21	74
Rb	Kα	LiF 200	150 μm	SC	无	60	60	26.584 4	25.750 0	8	4	22	78
Sr	Kα	LiF 200	150 μm	SC	无	60	60	25.114 2	24.500 0	8	4	22	78
Th	$L\alpha_1$	LiF 200	150 μm	SC	无	60	60	27.432 2	27.670 0	30	10	21	78
Ti	Kα	LiF 200	150 μm	F- PC	无	40	90	86.177 8	85.000 0	16	4	31	71
V	Kα	LiF 200	550 μm	Duplex	无	40	90	77.015 0	78.097 6	16	8	31	78
Y	Kα	PX 9	150 μm	SC	无	60	60	23.761 0	24.439 6	16	8	23	78
Zn	Kα	LiF 200	150 μm	SC	无	60	60	41.781 6	42.634 2	16	4	15	78
Zr	Kα	PX 9	150 μm	SC	无	60	60	22.505 0	23.105 2	20	10	24	78
Si	Kα	PE 002	550 μm	F- PC	无	30	120	109.123 6	111.479 6	8	4	24	78
Al	Kα	PE 002	550 μm	F- PC	无	30	120	144.901 8	147.617 8	8	4	22	78
Fe	Kα	LiF 200	150 μm	Duplex	无	60	60	57.527 6	58.403 2	8	4	15	76
Ca	Kα	LiF 200	150 μm	F- PC	无	30	100	113.148 6	112.184 2	8	4	32	73
Na	Kα	PX 1	550 μm	F- PC	无	30	120	27.248 6	29.336 8	20	10	31	78
Mg	Kα	PX 1	550 μm	F- PC	无	30	120	22.975 4	25.244 8	20	10	31	78
K	Kα	LiF 200	550 μm	F- PC	无	30	120	136.708 6	135.638 4	8	4	31	74
As	Kα	LiF 200	150 μm	SC	无	60	60	33.948 2	35.239 8	20	8	18	78
Bi	$L\alpha_1$	PX 9	150 μm	SC	无	60	60	32.977 6	31.830 0	20	8	19	78
Ce	$L\beta_1$	LiF 220	550 μm	Duplex	无	50	70	111.702 6	110.040 6	20	10	14	78
Ga	Kα	LiF 200	150 μm	SC	无	60	60	38.898 6	39.713 8	20	10	16	78
Hf	$L\alpha_1$	LiF 200	150 μm	Duplex	无	60	60	45.889 2	46.541 0	30	10	19	78
Nd	$L\alpha_1$	LiF 200	550 μm	Duplex	无	50	70	72.149 8	70.602 2	30	10	13	78
Sn	Kα	LiF 200	150 μm	Sc	无	60	60	13.997 8	14.469 6	30	10	29	76
U	$L\alpha_1$	LiF 200	150 μm	Sc	无	60	60	26.138 2	28.853 4	30	10	27	78
Sc	Kα	LiF 200	550 μm	F- PC	无	30	120	97.641 4	96.884 2	30	10	31	74
Rh	Kα.c	LiF 200	150 μm	Sc	无	60	60	18.458 0	19.283 8	10	10	19	78

①As Kα 以后的谱线为干扰元素谱线或内标线；②脉冲高度分析器，LL 为下甄别阈，UL 为上甄别阈。

1.2 样品制备

区域化探样品数量大，要求制样方法简便、快速，元素的检出限要低，而且要尽量降低成本，因此，只能采用粉末压片法制样。称取颗粒径 ≤75 μm 的样品 4.0 g，放入模具内，拨平，用低压聚乙烯镶边垫底，在 35 t 压力下，压制成试样直径为 32

mm, 镶边外径为 40 mm 的圆片。

1.3　校准样品的选择与制备

校准样品应与待分析样品具有相似的类型, 即在结构、矿物组成、粒度和化学组成上要相似, 而且校准样品中各元素应具有足够宽的含量范围和适当的含量梯度。选用水系沉积物 GBW 07301~GBW 07312、土壤 GBW 07401~GBW 07408、硅酸盐岩石 GBW 07103~GBW 07114、超基性岩 GBW 07101~GBW 07102 和覆盖区土壤 GSS 10~GSS 16 为校准样品, 这套校准样品基本上覆盖了多目标地球化学调查样品各组分的含量范围(表 2)。

表 2　校准样品中各元素的含量范围

Table 2　Concentratron range for elements in calibration samples

组分 Comp.	$w_B/10^{-2}$	组分 Comp.	$w_B/10^{-6}$	组分 Comp.	$w_B/10^{-6}$
Na_2O	0.039~7.16	P	26.2~4 130	Zr	3.0~1 540
MgO	0.082~41.03	V	2.1~768	Y	1.4~67
Al_2O_3	0.10~29.26	Cr	2.6~410	Sr	24~1 198
SiO_2	0.62~90.34	Mn	77.4~2 500	Rb	2~490
K_2O	0.04~7.48	Co	2.4~99	Pb	4.4~640
CaO	0.089~35.69	Ni	2.7~2 500	Th	2.6~70
Ti	0.042~2.010	Cu	3.2~1 250	La	1.7~164
Fe_2O_3	0.21~24.75	Zn	11.7~745	Ba	44.3~3 340
		Nb	2.7~95		

1.4　基体效应及谱线重叠干扰校正

基体效应是 X 荧光分析中普遍存在的问题, 是元素分析的主要误差来源。因此, 如何消除或校正基体效应, 始终是 X 荧光分析领域中的重要研究课题。

1.4.1　校准与主、次量元素间基体效应的校正

对于 Na_2O、MgO、Al_2O_3、SiO_2、P、K_2O、CaO、Ti、Mn、Fe_2O_3、V、Cr、Ba 和 La 等组分, 采用经验系数法校正基体效应, 飞利浦公司 superq 软件所用的综合数学校正公式为:

$$C_i = D_i - \Sigma L_{im} \cdot Z_m + E_i R_i \left(1 + \sum_{j=1}^{N} \alpha_{ij} \cdot Z_j + \sum_{j=1}^{N} \frac{\beta_{ij}}{1 + \delta_{ij} \cdot C_i} \cdot Z_j + \sum_{j=1}^{N}\sum_{k=1}^{N} \gamma_{ijk} \cdot Z_j \cdot Z_k\right) \quad (1)$$

式中: C_i 为校准样品中分析元素 i 的含量(在未知样品分析中为基体校正后分析元素 i 的含量); D_i 为分析元素 i 的校准曲线的截距; L_{im} 为干扰元素 m 对分析元素 i 的谱线重叠干扰校正系数; Z_m 为谱线重叠干扰元素; E_i 为分析元素 i 校准曲线的斜率; R_i 为分析元素 i 的计数率(或与内标的强度比值); Z_j、Z_k 为共存元素的含量或计数率; N 为共存元素的数目; α、β、δ、γ 为校正基体效应的因子; i 为分析元素; j 和 k 为共存元素。

1.4.2　痕量元素基体效应校正

对于痕量元素 Cu、Ni、Nb、Zr、Y、Sr、Rb、Pb、Th、Zn 和 Co, 采用经验系数法和康普顿散射线内标法校正基体效应。

1.4.3　谱线重叠干扰的校正

谱线重叠干扰的校正, 使用多个校准样品, 由方程(1)通过线性回归求得。各分析元素的干扰谱线见表 3。

表 3　干扰谱线表①

Table 3　Interfering lines

元素 element	分析谱线 line used	干扰谱线 inferfering line
Ba	$L\alpha_1$	Ti Kα, Sc $K\beta_1$
Co	Kα	Fe $K\beta_1$, Er $L\alpha_1$
Cr	Kα	V $K\beta_1$, Ce $L\beta_3$, La $L\beta_2$
Cu	Kα	Sr $K\beta_{2II}$, Ta $L\alpha_1$, Hf $L\alpha_1$
La	$L\alpha_1$	Cs $L\beta_4$, Hf $L\beta_{2II}$, Ga $K\alpha_{II}$
Mn	Kα	Cr $K\beta_1$, Nd $L\beta_3$
Nb	Kα	Y $K\beta_1$, Th $L\beta_3$, U $L\beta_2$
Ni	Kα	Y $K\alpha_{II}$, Yb $L\alpha_1$, Rb $K\beta_{1II}$
P	Kα	Y $L\beta_1$, Ca $K\beta_{1II}$
Pb	$L\beta_1$	Sn $K\alpha_{II}$, Bi $L\beta_4$, Th $L\alpha_1$
Rb	Kα	Bi $L\beta_3$, U $L\alpha_2$
Th	$L\alpha_1$	Bi $L\beta_1$, Pb $L\beta_3$
Ti	Kα	Ba $L\alpha_1$
V	Kα	Ti $K\beta_1$, Ba $L\beta_3$
Y	Kα	Rb $K\beta_1$, Bi $L\gamma_1$, Pb $L\gamma_1$
Zr	Kα	Sr $K\beta_1$, Th $L\beta_1$, U $L\beta_2$
Si	Kα	Rb $L\alpha_1$
Na	Kα	Zn $L\beta_1$
As	Kα	Pb $L\alpha_1$, Bi $L\alpha_2$
Bi	$L\alpha_1$	As Kα, Pb $L\alpha_1$
Ce	$L\beta_1$	Nd $L\alpha_1$, As $K\alpha_{II}$, Pb $L\alpha_{1II}$
Ga	Kα	Nb $K\beta_{II}$, Hf $L\beta_2$
Hf	$L\alpha_1$	Cu Kα, Zr $K\alpha_{II}$, Sr $K\beta_{1II}$
Nd	$L\alpha_1$	Ba $L\beta_1$
Sn	Kα	Cd $K\beta_1$, Ag $K\beta_1$, Gd $K\beta_{2II}$
U	$L\alpha_1$	Rb Kα
Sc	Kα	Ca $K\beta_1$

①As Kα 以后的谱线为干扰元素分析线。

2 结果和讨论

2.1 检出限

简单地套用 X 射线的理论检出限的公式 $\left(L_D=\frac{3\sqrt{2}}{m}\sqrt{\frac{I_b}{T}}\right)$，使计算出来的检出限偏低，与实际能报出结果有较大差别，故本法采用下面的方法来计算检出限。

2.1.1 理论检出限

使用几个低含量的同类标样(GBW 07318、GBW 07319 和 GBW 07310)，各制备一个样片，按表 1 的测量条件重复测量 12 次，将结果进行统计，计算出各元素含量相对应的标准偏差 σ，然后以纵座标为标准偏差 σ，横座标为含量，求出含量为零时的 σ_0，将其值乘以 3 即为检出限。各元素的理论检出限见表 4。

表 4 元素的检出限

Table 4 Detection limits of elements

元素 El.	L_D/(μg·g^{-1}) 理论	本法	规定①	元素 El.	L_D/(μg·g^{-1}) 理论	本法	规定①
Na	37.1	37.1	1 000	Zn	1.8	1.9	4
Mg	30.0	30.0	500	V	4.8	4.8	5
Al	37.0	95.0	500	Cr	3.3	3.3	5
Si	50.0	94.0	1 000	Ba	4.8	9.0	10
P	2.7	3.3	10	La	6.0	7.1	5
K	33.0	60.0	500	Nb	0.8	1.0	2
Ca	35.7	42.0	500	Zr	2.7	3.8	2
Ti	10.0	12.0	10	Y	0.7	0.9	1
Mn	3.9	6.1	10	Sr	1.0	1.2	5
Fe	21.0	21.0	500	Rb	1.1	1.4	10
Co	1.0	1.2	1	Pb	1.2	1.8	2
Ni	0.9	1.0	2	Th	1.5	2.4	2
Cu	1.1	1.2	1				

① 中国地质调查局. 覆盖区多目标地球化学调查样品测试及质量监控暂行规定. 2000 年。

2.1.2 本方法检出限

因为很难找到所有元素含量都接近于检出限的一个标样，故选择几个含量接近于检出限的同类标样，各制备一个样片，按表 1 的测量条件重复测量 12 次，然后进行统计计算，计算出每个标样中含量最低的元素所对应的 σ，将其值乘以 3 即为本方法的检出限(表 4)。

采用此法计算出来的检出限与实际能报出的结果较接近。

2.2 方法的精密度

采用粉末压片法，对 GBW 07309 标样重复制备 12 个样片，按表 1 的测量条件，分别对 12 个样片进行测量；用水系沉积物 GBW 07308 一个样片重复测定 12 次，将所得的结果进行统计。由表 5 中的数据可知，绝大多数主、次、痕量组分的 RSD< 6.00%。

表 5 方法的精密度试验结果①

Table 5 The resules of precision test

组分 Comp.	GBW 07309 方法精密度 $\bar{x}$	RSD/%	GBW 07308 仪器精密度 $\bar{x}$	RSD/%
Na_2O	1.53	1.13	0.51	0.20
MgO	2.34	0.71	0.28	0.39
Al_2O_3	10.70	0.81	7.56	0.08
SiO_2	64.25	0.67	80.52	0.08
K_2O	1.90	0.53	2.86	0.27
CaO	5.36	0.28	0.28	0.39
Ti	0.548	0.65	0.348	0.30
Fe_2O_3	4.94	0.66	2.28	0.34
P	644.0	1.37	170.0	0.90
V	102.0	1.76	25.5	5.95
Cr	84.0	2.63	4.1	13.5
Mn	606.0	0.47	324.5	0.61
Nb	16.5	1.59	32.9	3.28
Co	13.6	3.42	3.1	13.4
Ni	32.0	1.26	3.6	5.12
Cu	32.9	1.94	4.5	5.92
Zn	75.0	1.66	46.3	1.19
Rb	79.6	1.43	130.3	0.71
Sr	164.3	0.96	50.9	0.71
Y	25.6	1.62	19.4	1.50
Zr	364.1	1.73	481.8	0.42
Th	12.0	3.37	13.9	7.02
Ba	414.0	0.92	462.6	0.60
La	36.3	4.73	29.7	7.15
Pb	22.5	2.90	21.8	2.69

① $\bar{x}$ 为 12 次测定平均值，其质量分数单位 Na_2O~ Fe_2O_3 为 10^{-2}，P~ Pb 为 10^{-6}。

2.3 方法的准确度

方法经 GBW 07301a、GBW 07317 水系沉积物、GBW 07423 湖积物等标准样品验证, 结果与标准值符合(见表 6)。

表 6 分析结果对照①

Table 6 A comparison of analytical results

组分 Comp.	GBW 07301a		GBW 07317		GBW 07423	
	标准值 certified value	本法 this method	标准值 certified value	本法 this method	标准值 certified value	本法 this method
Na_2O	3.4 ±0.1	3.69	2.35 ±0.05	2.81	1.28 ±0.04	1.24
MgO	3.30 ±0.12	2.96	0.24 ±0.03	0.21	1.52 ±0.13	1.64
Al_2O_3	15.4 ±0.1	14.7	9.7 ±0.2	9.17	13.3 ±0.1	13.4
SiO_2	59.2 ±0.2	61.1	80.6 ±0.2	78.84	61.7 ±0.3	59.6
K_2O	2.8 ±0.1	2.73	3.9 ±0.1	3.93	1.98 ±0.04	2.02
CaO	4.0 ±0.1	3.78	0.34 ±0.03	0.28	5.0 ±0.1	4.80
Fe_2O_3	6.50 ±0.12	6.30	1.46 ±0.05	1.40	4.8 ±0.1	4.79
Ti	0.537 ±0.022	0.527	0.137 ±0.013	0.144	0.424 ±0.024	0.405
Ba	920 ±70	908.9	690 ±50	662.9	520 ±40	508.5
Co	20 ±2	17.9	3.6 ±0.5	3.8	14 ±3	12.4
Cr	126 ±6	128.2	(12)	14.0	75 ±4	80.5
Cu	29 ±2	27.6	11 ±2	9.5	26 ±4	24.5
La	41 ±2	41.0	24 ±4	21.3	38 ±3	33.6
Mn	910 ±30	875.0	218 ±30	217.6	520 ±30	501
Nb	31 ±1	30.8	8.9 ±1.3	10.0	14.4 ±1.7	17.5
Ni	56 ±7	56.8	(3)	2.3	33 ±3	32.1
P	1 250 ±70	1 441	167 ±11	163.7	490 ±40	490
Pb	31 ±4	29.8	13 ±3	14.1	25 ±5	26.2
Rb	126 ±6	126.6	70 ±6	69.9	102 ±8	102.0
Sr	480 ±40	479.5	86 ±5	89.9	165 ±13	170.6
Th	27 ±3	26.7	5.4 ±0.6	7.0	12.8 ±1.3	14.0
V	115 ±9	113.8	20 ±5	18.3	90 ±10	92.5
Y	22 ±2	22.9	8.3 ±1.6	8.0	25 ±2	25.3
Zn	90 ±7	94.9	16 ±3	19.3	61 ±6	59.3
Zr	320 ±15	311.1	188 ±14	197.8	234 ±7	240.9

① 组分 Na_2O~ Ti 的质量分数单位为 10^{-2}, Ba~ Zr 的质量分数单位为 10^{-6}。

3 结语

采用粉末压片制样, 用经验系数法和散射线内标法校正基体效应, 使用 PW2440 X 射线荧光光谱仪测定多目标地球化学调查样品中 25 个主、次、痕量元素, 方法简便、灵敏、准确, 特别是对含量为百万分之几的元素, 结果的准确度有所改进。

全部组分均采用线性回归, 对于未知样品中稍超过校准曲线范围的个别元素, 能够给出准确的结果。

从报出的 25 个元素所用的测量时间较以前发表的文章[1~3]并没减少, 但给出的元素测定下限更低, 扣除的干扰谱线较以前增多, 因而分析结果的精密度和准确度有所提高。

4 参考文献

[1] 李国会, 许力, 张运国. 化探样品中 25 个主元素和微量元素的 X 射线荧光光谱法测定[J]. 岩矿测试. 1987, 6(1): 15—23.

[2] 才书林, 李洁, 逯义. X 射线荧光光谱法在区域化探中的应用[J]. 分析试验室. 1986, 5(12): 5—13.

[3] 李国会. X 射线荧光光谱法测定海洋沉积物中 35 种元素[J]. 地质实验室. 1997, 13(4): 225—229.

[4] 李国会, 王晓红, 王毅民. X 射线荧光光谱法测定大洋多金属结核中多种元素[J]. 岩矿测试. 1998, 17(3): 197—201.

[5] 岩石矿物分析编写小组. 岩石矿物分析(第二分册)[M]. 第 3 版. 北京: 地质出版社, 1991. 338—352.

[6] Lee R F, Mcconchie D R. Comprehensive Major and Trace Elements Analysis of Geological Material by X-Ray Fluorescence Using Low Dilution Fusion [J]. *X-Ray Spectrometry*. 1982, 11(2): 55—63.

[7] Kikkert J. Practical Geochemical Analysis of Samples of Variable Composion Using X-Ray Fluorescence Spectrometry [J]. *Spectrochimica Acta*. 1983, 33B(56): 809—820.

Determination of 25 Major, Minor and Trace Elements in Geochemical Exploration Samples by X-Ray Fluorescence Spectrometry

ZHANG Qin, FAN Shou-zhong, PAN Yan-shan, LI Guo-hui
(Institute of Geophysical and Geochemical Exploration, Chinese Academy of Geological Sciences, Langfang Hebei 065000, China)

Abstract: A method for direct determination of Na_2O, MgO, Al_2O_3, SiO_2, P, K_2O, CaO, Ti, V, Cr, Mn, Fe_2O_3, Co, Ni, Cu, Pb, Zn, Nb, Zr, Y, Sr, Rb, Th, Ba and La in geochemical exploration samples by XRF with sample preparation of pressed powder pellets was developed. The interference from background and spectra overlap was discussed. The matrix effect was corrected by experience coefficients and using scattered radiation as internal standard (for trace elements). The accuracy of the method was evaluated by analysis of certified reference materials of GBW 07301a, GBW 07317 and GBW 07423. The results are in agreement with certified values with precision of less than 6.0% RSD (n = 12) expect for La, Cr, Co and Th (RSD< 14.00%).

Key words: geochemical exploration sample; PW2440 X-ray fluorescence spectrometer; selected background position; spectra overlap correction; pressed powder pellet