

DOI:10.13228/j.boyuan.issn1000-7571.009805

标题: 二号黑体。其中化学分析方法通常采用三段式, 即“XX法测定XX中XX”。分析方法的名称要具体展开给出, 而非缩写。

X 射线荧光光谱法在线测定稀土冶炼分离过程中钪铈铈铈

作者姓名: 小四号字体。上标1,2,.....表示单位的序号; 上标*表示通讯联系人。作者最多保留6位。

单位名称: 六号字体。地址信息置于括号内, 顺序依次为: 单位序号、单位全称(至二级单位为宜)、省名市名相连、邮编。同时注意标点符号的使用。

梁元¹, 沈学静^{*1,2}, 易启辉³, 刘明博², 屈华阳², 胡学强²

(1. 钢铁研究总院, 北京 100081; 2. 钢研纳克检测技术有限公司, 北京 100094; 3. 广晟有色金属集团有限公司, 广东广州 510501)

摘要:我国稀土冶炼分离过程复杂, 但多数稀土企业仍依靠实验室离线分析指导工艺, 导致分析结果严重滞后, 因此现迫切需要一种高效稳定的稀土在线分析方法。实验应用稀土配分在线分析仪, 建立了中 Ho、Er、Tm、Yb 配分含量的方法。将采样管置于串级萃取器下将样品输送至分析区域, 通过 X 射线荧光光谱法(XRF)测试条件优化为电压 40 kV、电流 600 μ A、测试下优化蠕动泵泵速为 250 r/min, 并采用基本参数法消除元素间测定结果的相对标准偏差(RSD)小于 0.4%, 实验室模拟及现场在线测试结果与电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)的离线分析结果吻合较好, 测试结果滞后时间短, 完全能够满足稀土冶炼分离过程工艺动态控制的测定需要。

关键词:五号黑体标注, 内容五号楷体。关键词3-8个为宜, 各关键词之间用“;”分隔。

关键词: X 射线荧光光谱法(XRF); 钪; 铈; 铈; 铈; 基本参数法; 在线分析; 稀土冶炼分离

文献标志码: A 文章编号: 1000-7571(2016)08-0001-06

关键词的下一行增加文献分类信息(文献标志码)。

稀土元素因具有优异的磁、光、电性能已被广泛应用于各个领域, 其中重稀土元素是我国特有的战略型资源, 综合利用价值大, 因此非常珍贵^[1-2]。目前我国采用稀土串级萃取的方法分离单一稀土, 该分离过程复杂, 被控工艺参数较多, 重稀土的分离需要数百级萃取槽, 过程中需要消耗大量的有机相、碱液和酸液等物料。目前大多稀土企业主要依靠实验室离线分析待测稀土的配分含量来指导工艺, 取样分析周期长, 从而导致企业生产效率低、资源消耗大、产品质量不稳定^[3-5], 因此现迫切需要一种高效稳定的稀土在线分析。现有的可用于稀土在线分析的仪器有 X 射线荧光光谱仪、电感耦合等离子体原子发射光谱仪^[6-8]。但分光光度计和电感耦合等离子体原子发射光谱仪理论上只能对部分稀土元素进行检测。能量色散 X 射线荧光光谱法(XRF)因具有测试成本低、多元素同时分析等优点, 在选矿、稀土元素快速鉴别、废料回收等环节已

有部分应用^[9-12]。同位素激发的 XRF^[13-16]用于稀土萃取过程在线检测的报道较多, 但由于仪器使用放射性激发源, 因此应用不广泛。本文采用高能 X 射线光管激发的能量色散 XRF, 以南方中重稀土分离过程中 Ho、Er、Tm、Yb 配分的在线分析为目标, 通过优化测试条件、消除基体效应以及设计自动引入装置, 建立了一种快速高效、数据准确的稀土配分在线分析方法, 并在稀土企业冶炼工艺中实现了在线应用。

1 实验部分

1.1 实验仪器

XOR-50 稀土配分在线分析仪(钢研纳克检测技术有限公司)。仪器类型及主要参数为: 能量色散型 X 射线荧光光谱仪; Mo 靶; 仪器功率为 50 W; SDD 探测器(对 5.9 keV 的能量, 分辨率为 128 eV)。仪器结构示意图如图 1 所示。

正文: 五号宋体, 段前缩进 2 个字符。

数字和计量单位之间半字符空格。

一级标题: 四号黑体

二级标题: 五号黑体

仪器表示方式: 仪器型号 + 名称(生产厂家)。

为便于编辑修改, 正文先不用分栏。

收稿日期: 2015-12-03

基金项目: 稀土冶炼分离先进工艺标准化示范

作者简介: 梁元(1989-), 女, 硕士, 研究方向为光谱分析、在线分析等; E-mail: 282685721@qq.com

* 通讯联系人: 沈学静(1974-), 女, 博士, 教授级高工, 研究方向为光谱分析、在线分析; E-mail: shenxuejing@ncschina.com

基金及作者简介: 如为基金项目, 列出项目名称, 并在括号内添加基金编号; 作者简介包括: 姓名, 出生年份, 性别, 学历, 学位, 职称, 研究方向, E-mail 等。如有通讯联系人, 请给出其个人信息。

以上这些信息一定置于论文第一页的最下方!

图引用：出现的图在文中都应该引用，可采用：如图1所示，见图1，图1为...，等方式。一般情况下，图引用在前，图在后。

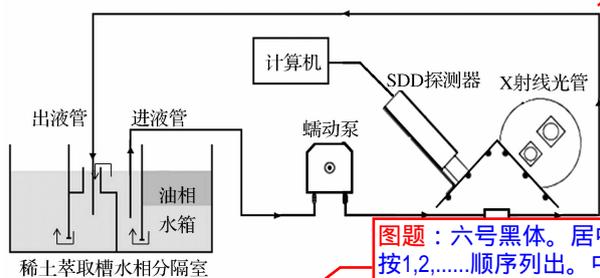


图1 仪器结构示意图

Fig. 1 Sketch of structure of instrument

仪器取样位置位于串级萃取槽水相分隔室内，将进液管与出液管分开放置的目的是为防止从出液管流出的液体再次进入进液管，从而形成重复检测。稀土串级萃取槽内的水相液体在蠕动泵的作用下进入检测池，X射线光管和SDD探测器位于检测池上方，光管对池内液体进行激发，产生特征X射线由SDD探测器接收，将脉冲信号转换为数字量，再经计算机对数据进行处理，给出分析结果，检测结束后的液体在蠕动泵的作用下重新流回萃取槽的水相分隔室并继续流入下一级。

1.2 实验样品

实验样品均来自某稀土冶炼厂，为稀土串级萃取过程中的液态水相样品，样品含量范围涵盖重稀土槽内一年的含量变化。将这些样品通过国标方法(ICP-AES)进行定值^[17]，测定结果作为标准含量对仪器进行校准。

2 结果与讨论

2.1 测试条件优化

测试条件的选择基于以下几点：(1)电压值要能够保证待测元素的有效激发；(2)待测元素的特征峰强度与信背比要足够大，保证测试结果的稳定性；(3)仪器死时间不能过大，保证探测器的接收效率；(4)测试时间能够满足数据稳定性要求。

2.1.1 测试电压

由于Ho、Er、Tm、Yb 4种元素谱线位置接近，激发条件相近，因此实验选择所需激发能量最高的Yb元素代替所有元素选择最佳实验条件。在固定电流为600 μA、测试时间为60 s时，仅改变电压的条件下使用XRF对同一实际样品进行测定，实验过程中记录Yb元素L_α线谱峰强度及信背比，图2是Yb元素L_α线谱峰强度及信背比随测试电压的变化情况。

从图2可以看出：随着电压的增大，元素测试强

图题：六号黑体。居中，图号按1,2,.....顺序列出。中英文对照，英文为Times New Roman字体。

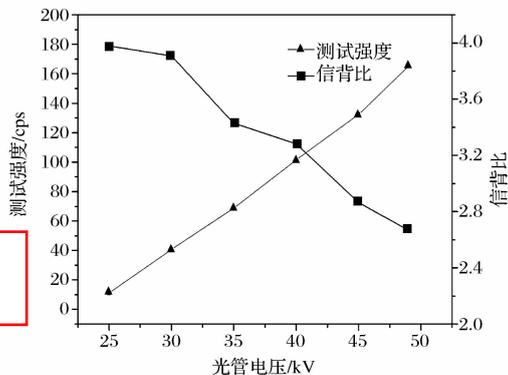


图2 电压-峰强度/电压-信背比关系

Fig. 2 The relationship between the voltage-intensity/voltage-signal to background ratio

度逐渐增大，但信背比却逐渐下降；当电压为40 kV时，测试元素信背比已大于3，可认为已有效检出，此时元素测试强度也较高。兼顾测试强度及信背比两因素，实验选择测试电压为40 kV。

2.1.2 测试电流

在固定电压为40 kV，测试时间为60 s时，仅改变电流条件下使用XRF对同一样品进行测定，实验过程中记录Yb元素L_α线谱峰强度及仪器死时间，图3是测试样品中Yb元素死时间随测试电流的变化情况。

图中，横纵坐标给出物理量及其计量单位。表示物理量的字母用斜体，注意符号的大小写！

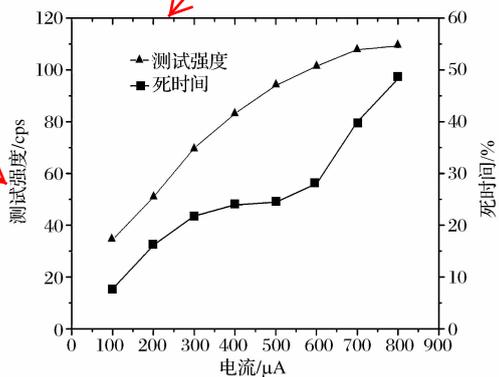


图3 电流-峰强度/电流-死时间关系

Fig. 3 The relationship between the electricity-intensity/electricity-dead time

从图3可以看出：随着电流的增加，元素测试强度逐渐增大，但仪器的死时间也逐渐增大，为保证有效的探测器接收效率，实验选择测试电流为600 μA。

2.1.3 测试时间

数据采集的时长能够保证数据的稳定性，但测试时间过长会降低光管使用寿命。在固定电压为40 kV，电流为600 μA时，仅改变测定时间的条件下使用XRF对同一样品连续测定6次，所得Ho、

使用方框坐标图，坐标图内的曲线使用细线。尺寸：宽50 mm × 高40 mm。曲线图尽可能用Metlab, Excel, Visio或Origin等软件制作。

三级标题：五号黑体

Er、Tm、Yb 元素 6 次强度值的相对标准偏差 (RSD) 如表 1 所示。从表 1 可以看出: 当测试时长为 60 s 时, 各元素强度值的相对标准偏差为 0.5%, 此时既可保证数据准确, 又能满足较短满足现场测定需要, 因此测试时间选择 60 s。

表 1 不同测试时间下各元素测定强度相对标准偏差
Table 1 Relative standard deviation of strength of each element at different test time

时间 Time/s	RSD/%			
	Ho	Er	Tm	Yb
30	0.806	0.471	0.487	0.751
45	0.486	0.269	0.292	0.514
60	0.375	0.164	0.231	0.432
75	0.288	0.318	0.229	0.439

2.1.4 蠕动泵泵速

在模拟实际现场工况条件下, 将蠕动泵泵速分别设置为 200、250、300 r/min, 记录不同条件下液体流动速度, 并在不同泵速条件下分别对样品连续测定 6 次, 计算得出相应 RSD, 所得结果见表 2。

表 2 不同泵速下液体流速及元素测试强度相对标准偏差
Table 2 Liquid velocity and relative standard deviation of strength of each element at different pump speed

泵速 Pump speed/ (r/min)	液体流速 Liquid velocity/ (mL/min)	RSD/%			
		Ho	Er	Tm	Yb
200	36	1.10	0.40	0.59	0.37
250	46	1.10	0.17	0.56	0.45
300	55	0.78	0.24	0.46	0.36

从表 2 可以看出: 随着泵速的增大, 液体流速逐渐增大, 流速增大有利于降低结果滞后时间。在实验泵速条件下, 待测元素 6 次测定 RSD 值变化不大, 并且均小于 1.2%, 能够保证测试结果的稳定性。但实验过程发现当泵速达到 300 r/min 时, 由于蠕动泵的脉冲式进样造成测试窗口膜发生鼓胀, 易导致液体泄露, 因此实验选择蠕动泵泵速为 250 r/min。

2.2 计算方法

在稀土冶炼萃取分离过程中, 工艺人员主要应用稀土元素的配分含量指导工艺生产, 该含量是指待测元素质量分数在萃取过程中所有稀土总量的百分比。本方法采用基本参数法直接测得各稀土元素配分含量, 但由于各稀土元素间原子结构相近, 多条谱线之间存在重叠, 谱线不能很好的剥离; 再者, 各元素含量范围差别较大, 互相之间存在较严重的吸收增强效应, 使谱线强度与元素含量并不严格成线性关系。

针对元素间谱线重叠的问题, 本文采用纯元素谱线性叠加结合最小二乘法优化计算的方法进行解

谱, 得到样品中各元素相对强度测量值 R_{ims} 。按照式(1)将该值与各稀土元素总强度归一后作为各组分初始配分浓度值 C_i , 将 C_i 代入基本参数法公式 (Sherman 方程) 中计算出各组分的相对强度 R_{ical} ; 将理论计算的相对强度值 R_{ical} 与测得的相对强度值 R_{ims} 对比, 对前一次浓度估计值进行修正, 得到修正后的浓度值 C_i' 进行再比较, 再修正, 直到测试结果与理论值一致。基本参数法的引入可消除基体效应, 从而得到准确的分析数据。

$$C_i = \frac{R_{ims}}{\sum R_{ims}} \quad (1)$$

$$C_i' = \frac{R_{ims}}{R_{ical}} C_i \quad (2)$$

式中: C_i 为初始值; C_i' 为修正值。

2.3 实验室模拟实验

将样品倒入大烧杯中, 将烧杯放置于高度为 1.2 m 平台上, 仪器采用蠕动泵对样品进行抽取, 进样管路长度为 3 m, 测试完成后的样品重新流入大烧杯中, 实验仪器在取样管路进口处设有过滤网, 可防止颗粒物进入堵塞管路, 同时可使大气泡破碎。根据上述条件优化实验, 在最佳条件下对样品进行测试。

由于样品沿进样管路进入样品杯需要时间, 所以测试结果存在一定的滞后性, 本实验测试了进样管路 3 m 条件下的滞后时间。图 4 为测试元素的总峰强度随时间的变化图, 其中在测试时间为 3 s 时将待测样品更换为蒸馏水。发现当检测时间为 33 s 时, 检测结果已准确显示蒸馏水的测试强度, 即此条件下测试结果滞后时间为 30 s 左右, 能够满足在线监测的需要。此结果为现场应用采样点的选择提供了依据。

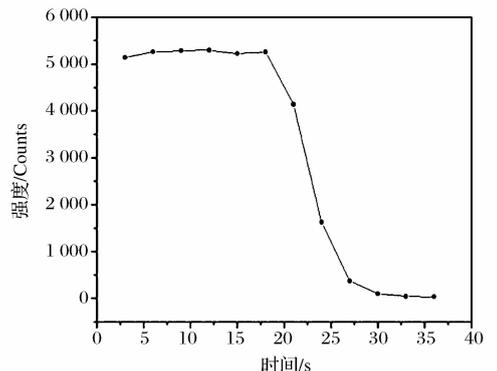


图 4 滞后时间试验
Fig. 4 Delay time test

用固体配制的溶液，其浓度用质量浓度 (ρ) 或摩尔浓度 (c) 表示， ρ 计量单位一般为 g/mL、mg/mL、g/L， c 计量单位为 mol/L.....；本身为气体或液体试剂，要说明是体积分数 (φ) 还是质量分数 (w)。例如，体积分数为 5% 的 HCl，HCl ($\varphi=5\%$)，或 5% HCl (V/V)。

2.4 精密度试验

在实验室模拟测量条件下，将某现场样品在同一条件下连续测定 11 次，11 次测定结果见表 3。从

表 3 可以看出：各稀土元素配分测试结果的 RSD 均在 0.4% 以下，完全能够满足现场测定的稳定性需要。

表 3 精密度试验结果
Table 3 The results of precision test

项目 Item	Ho	Er	Tm	Yb
测定值	12.51, 12.51, 12.52	27.02, 27.03, 27.02	57.82, 57.81, 57.82	2.63, 2.63, 2.62
$w/\%$	12.53, 12.53, 12.54	27.04, 27.04, 27.04	57.78, 57.80, 57.79	2.62, 2.61, 2.61
平均值 $w/\%$	12.56, 12.57, 12.56	27.02, 27.03, 27.04	57.79, 57.77, 57.79	2.61, 2.61, 2.59
标准偏差 SD $w/\%$	12.56, 12.60	27.04, 27.04	57.78, 57.75	2.59, 2.59
RSD/%	12.54	27.03	57.79	2.61
	0.03	0.01	0.02	0.01
	0.24	0.037	0.035	0.38

2.5 正确度试验

2.5.1 实验室模拟试验的正确度

为检验仪器测试结果的准确性，配置了不同含量的实验室样品，在实验室环境下使用在线仪器对其进行定值，并将测得的结果与 ICP-AES 测试结果进行对照，测试结果见表 4，可见结果的相对误差均在 5% 以下。

同时取出该槽体内的水相稀土样品用 ICP-AES 测定作为对照结果，部分测试数据见表 5。从表 5 可

表 4 模拟实验的正确度数据

Table 4 Accuracy of imitation results

样品编号 Sample No.	测试元素 Element	测定值 Found $w/\%$		相对误差 Relative error/%
		XRF	ICP-AES	
1#	Ho	14.47	14.46	0.07
	Er	33.52	33.40	0.36
	Tm	47.62	48.19	1.18
	Yb	4.09	3.95	3.54
2#	Ho	14.71	15.13	2.78
	Er	31.99	31.93	0.19
	Tm	21.31	20.95	1.72
3#	Yb	31.72	31.99	0.84
	Ho	12.33	12.45	0.96
	Er	25.56	25.20	1.43
4#	Tm	26.68	26.79	0.41
	Yb	35.41	35.55	0.39
	Ho	12.63	12.39	1.94
5#	Er	27.04	26.65	1.46
	Tm	57.75	58.32	0.98
	Yb	2.56	2.64	3.03
6#	Ho	12.54	12.47	0.56
	Er	26.53	26.27	0.99
	Tm	48.56	48.87	0.63
7#	Yb	12.35	12.38	0.24
	Ho	12.42	12.45	0.24
	Er	26.07	25.69	1.48
8#	Tm	36.29	36.46	0.47
	Yb	25.21	25.39	0.71

表 5 现场测量的正确度

Table 5 Accuracy of on-line results

样品编号 Sample No.	元素 Element	测定值 Found $w/\%$		相对误差 Relative error/%
		XRF	ICP-AES	
1#	Ho	11.64	11.89	2.10
	Er	24.18	24.07	0.46
	Tm	28.70	28.04	2.35
	Yb	35.36	35.68	0.90
2#	Ho	11.98	12.00	0.17
	Er	24.84	24.96	0.48
	Tm	37.37	37.61	0.64
3#	Yb	25.68	25.11	2.27
	Ho	11.96	12.04	0.66
	Er	25.65	25.67	0.08
4#	Tm	50.27	50.10	0.34
	Yb	12.00	11.94	0.50
	Ho	12.12	12.10	0.17
5#	Er	25.76	25.47	1.14
	Tm	53.43	53.85	0.78
	Yb	8.57	8.33	2.88
6#	Ho	12.49	12.89	3.10
	Er	25.92	25.78	0.54
	Tm	38.99	38.37	1.62
7#	Yb	22.49	22.69	0.88
	Ho	12.44	12.74	2.35
	Er	26.00	25.50	1.96
8#	Tm	37.83	37.78	0.13
	Yb	23.64	23.72	0.34
	Ho	12.32	12.22	0.83
9#	Er	25.71	25.62	0.33
	Tm	34.76	34.56	0.57
	Yb	27.12	27.59	1.72
10#	Ho	12.07	11.75	2.70
	Er	25.82	25.71	0.41
	Tm	54.37	54.88	0.93
11#	Yb	7.64	7.65	0.20
	Ho	12.34	12.04	2.53
	Er	25.73	25.74	0.03
12#	Tm	44.50	44.58	0.17
	Yb	17.35	17.65	1.69
	Ho	12.86	12.53	2.66
13#	Er	26.97	27.15	0.66
	Tm	57.56	57.74	0.32
	Yb	2.59	2.58	0.43

2.5.2 现场测量的正确度

为检验仪器在现场应用的准确性，应用稀土配分在线分析仪对稀土冶炼分离现场进行监测，仪器外部使用防护等级为 IP65 的防酸机壳对内部器件进行保护。将仪器放置在外空地上，取样和出样管路置于稀土串级萃取槽水相分隔室内，进行监测，

以看出:应用稀土在线分析仪现场测得各元素结果相对误差均在5%以下。

2.6 仪器在线监测效果

图5为稀土配分在线分析仪对某南方稀土冶炼分离厂Tm/Yb段41级水相每隔2h进行的监测结果。从图5可以看出:水相中Yb含量随监测时间逐渐升高。结果说明该在线分析仪能够及时反映Yb从油相逐渐进入水相的工艺过程。在线分析的频率可以根据工艺需要调节至数分钟/次,同ICP-AES光谱离线分析相比,显著提高了实时性,为工艺的动态调整、产品质量的稳定以及物料消耗优化提供了重要的数据

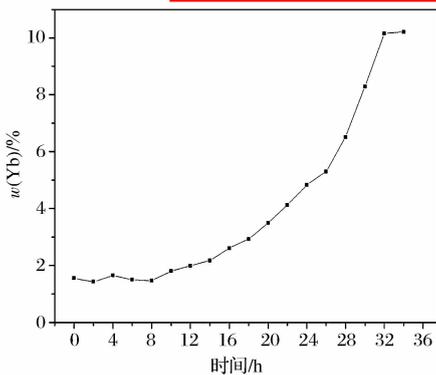


图5 Yb元素配分随监测时间变化曲线

Fig. 5 The individual content of Yb over monitoring time

3 结语

本实验应用稀土配分在线分析仪实现了对稀土冶炼分离过程中Ho、Er、Tm、Yb配分的在线、同时测定,解决了以往工艺中控样难以实时监测的问题。

测试结果能够及时反映工
提供可靠依据,对稀土冶炼

参考文献:

[1] 陈健,吴楠. 世界稀土资源现状分析与我国稀土资源可持续发展对策[J]. 农业现代化研究,2012,33(1):74-77. CHEN Jian, WU Nan. Analysis of status quo of global rare earth resources and China's sustainable development countermeasures [J]. Research of Agricultural Modernization,2012,33(1):74-77.

[2] Stegen Smith K. Heavy rare earths, permanent magnets, and renewable energies: An imminent crisis[J]. Energy Policy,2015,79:1-8.

[3] Xie F, Zhang T A, Dreisinger D, et al. Solvent extraction of rare earths from leached ores [J]. Minerals Engineering,2014,56:10-28.

[4] 朱林,刘叶芳,陈大力. 稀土萃取在线分析技术的发展[J]. 稀土(Chinese Rare Earths),2009,30(3):97-101.

[5] Yang H, Xu F P, Lu R X, et al. Component content distribution profile control in rare earth countercurrent extraction process[J]. Chinese Journal of Chemical Engineering,2015,23:192-198.

[6] 陈建利,宋小明,张太红. X射线吸收快速分析仪在铈/镨分组段控制中的应用[J]. 稀土,2002,23(6):31-35. CHEN Jian-li, SONG Xiao-ming, ZHANG Tai-hong. Application of X-Ray absorption analysis to the Ce/Pr counter-current extraction process [J]. Chinese Rare Earths,2002,23(6):31-35.

[7] 胡立设,杨辉. 一种新的稀土萃取分离在线分析装置-光纤分光光度在线分析仪[C]//全国第五届贵金属分析暨资源综合利用开发技术交流会论文摘要集. 峨嵋山:中国有色金属学会,1997.

[8] 柴天佑,杨辉. 稀土萃取分离过程自动控制研究现状及发展趋势[J]. 中国稀土学报,2004,22(4):427-432. CHAI Tian-you, YANG Hui. Situation and developing trend of rare earth countercurrent extraction processes control [J]. Journal of the Chinese Society of Rare Earths,2004,22(4):427-432.

[9] 唐先国,穆克亮,成毅,等. EDXRF法矿浆品位在线分析系统的探讨[J]. 金属矿山,2006(5):59-62. TUO Xian-guo, MU Ke-liang, CHENG Yi, et al. Discussion on EDXRF pulp grade on-line analysis system [J]. Metal Mine,2006(5):59-62.

[10] 吴文琪,许涛,郝茜,等. X射线荧光光谱分析稀土的研究进展[J]. 冶金分析,2011,31(3):33-41. WU Wen-qi, XU Tao, HAO Qian, et al. Research and progress on X-ray fluorescence analysis of rare earth [J]. Metallurgical Analysis,2011,31(3):33-41.

[11] 屈华阳,等. 稀土快速鉴别仪测定离子吸附型钇钪量[J]. 中国稀土学报,2015,33(4):494-497. Hua-yang, et al. Determination of Y_2O_3 in ion adsorption clay rare earth ore by fast identification of rare earth instrument [J]. Journal of the Chinese Society of Rare Earths,2015,33(4):494-497.

[12] 屈华阳,黄生福,霍巍恒,等. 手持式X射线荧光光谱仪在现场测定铅锌矿中的应用[J]. 冶金分析,2015,35(7):32-36. QU Hua-yang, HUANG Sheng-fu, HUO Wei-heng, et al. Application of hand-held X-ray fluorescence spectrometer in determination of lead-zinc ore on site [J]. Metallurgical Analysis,2015,35(7):32-36.

[13] 吴文琪,王强,赵增祺,等. 能谱解析法稀土萃取过程在

会议类:作者.题名[C]//论文集名称. 出版地:出版者,出版年:起止页码.

被引用文献的作者为3人以上只列出前3人,后加“等”或“et al”

参考文献这4个字四号黑体标注。内容为六号字体。按文内出现的先后次序编号,在文内相应引用位置注明序号。参考文献只要引用,在正文必须标注出来。

期刊类:作者.题目[J].期刊名称,年,卷(期):起止页码。中英文对照,英文对照部分请一定遵照论文原文英文部分,切忌自行翻译。

作者著录一律采用姓前名后法,西文作者的名字仅用首字母,名字间无“.”号。

文献类型其他补充：

学位论文：作者姓名.题名[D].保存地:保存者,年份.

专著：编者名称.书名[M].译者.版本(第1版不标注).出版地:出版社,出版时间.

专利：专利所有者.专利名:国别,专利号[P].公告日期.

线分析的研究[J]. 稀土, 2005, 26(1):1-4.

lytica Chimica Acta, 2000, 417:111-118.

WU Wen-qi, WANG Qiang, ZHAO Zeng-qi, et al. On-line analysis in extraction process of rare earths by energy spectrometry[J]. Chinese Rare Earths, 2005, 26(1):1-4.

[16] 王强, 吴文琪, 张志刚, 等. 轻稀土萃取分离中稀土总量和分量的同时在线测定[J]. 稀土, 2005, 26(4):36-45.

WANG Qiang, WU Wen-qi, ZHANG Zhi-gang, et al. Simultaneous on-line analysis of total and individual rare earth elements in light rare earth extraction process by multichannel energy dispersive X-ray fluorescence spectrometry[J]. Chinese Rare Earths, 2005, 26(4):36-45.

国家(行业)标准:责任者.标准编号,标准名称[S].出版地:出版者,出版年.

[14] Yan C H, Jia J T, Liao C S, et al. Application of ²⁴¹Am EDXRF to the determination of rare earth samples of solvent extraction processes[J]. Journal of Alloys and Compounds, 1998:940-943.

[17] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. GB/T 16484. 3—2009 氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法第3部分:15个稀土元素氧化物配分量的测定电感耦合等离子体发射光谱法[S]. 北京:中国标准出版社, 2009.

[15] Li W L, Ascenzo G D, Curini R, et al. Simulation of the development automatization controlsystem for rare earth extraction process combination of ESRECE simulation software and EDXRF analysis technique[J]. Analytica Chimica Acta, 2000, 417:111-118.

论文标题、作者信息、摘要及关键词的英文翻译部分置于文末。

On-line determination of holmium, erbium, thulium and ytterbium in rare earth smelting separation process by X-ray fluorescence spectrometry

英文题目：三号黑体。题目只有句首字母或专用名词大写。

LIANG Yuan¹, SHEN Xue-jing^{*1,2}, YI Qi-hui³, LIU Ming-bo²,

QU Hua-yang², HU Xue-qiang²

(1. Iron and Steel Research Institute Group, Beijing 100081, China; 2. NCS Testing Technology Co., Ltd., Beijing 100094, China; 3. Beijing Institute of Aeronautics and Astronautics, Beijing 100014, China)

英文摘要：对应中文摘要翻译。

作者单位：提供官网英文翻译，切忌自行翻译。另，地址信息删去省份，末尾处应增加国别信息：“,China”。

作者姓名拼音：姓大写，名第一个字母大写，双名以短线相连。姓、名间用空格分开。上标同中文部分。

Abstract: The smelting separation process of rare earths in China is complicated. In most enterprises still depend on laboratory off-line analysis to guide the process, leading to serious lagging of analytical results. Therefore, it is necessary to develop a high-efficiency and stable on-line analysis method for rare earths. In this paper, a kind of on-line determination method of holmium, erbium, thulium and ytterbium content in rare earth smelting separation process was established using rare earth distribution pattern on-line analyzer. The sampling tube was located in aqueous phase compartment of cascade-stage extraction tank. The sample was transported to the analysis area by peristaltic pump for X-ray fluorescence spectrometry (XRF) analysis and data record. The XRF testing conditions were optimized: the voltage was 40 kV, the current was 600 μ A, and the testing time was 60 s. The in-site conditions were simulated and the optimal peristaltic pump speed was 250 r/min. The absorption enhancement effect among elements was eliminated by fundamental parameter method. The relative standard deviation (RSD, $n=11$) was less than 0.4%. The laboratory simulation and in-site on-line measurement results were in good agreement with the off-line analytical results by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES). The lagging time of measurement results was short, which could meet the determination requirements of dynamic control in rare earth smelting separation process.

Key words: X-ray fluorescence spectrometry (XRF); holmium; erbium; thulium; ytterbium; fundamental parameter method; on-line analysis; rare earth smelting separation

英文关键词：对应中文关键词翻译。各关键词之间用“；”隔开。