

№. STS-XRF-17

© by SPECTRO T.S. 01.09.09

SPECTRO XEPOS

Рентгено-флуоресцентный спектрометр SPECTRO XEPOS великолепно подходит для быстрого, точного анализа природных минералов. Минимальная подготовка пробы, небольшое время анализа и очень низкая стоимость эксплуатации являются дополнительной характеристикой данного метода.

Анализ природных минералов

1. Введение

Рентгено-флуоресцентный метод анализа является распространенной технологией для анализа почв, природных минералов и различных промышленных материалов. В зависимости от выполняемой работы, анализ может быть выполнен с отсутствием или минимальной подготовкой проб.

Спектрометр SPECTRO XEPOS с современной Энерго-дисперсионной системой рентгено-флуоресцентного излучения получил новые возможности.

Спектрометр великолепно подходит для анализа сыпучих материалов спрессованных или сплавленных в таблетки или без подготовки напрямую в порошок.

2. Средство измерения

SPECTRO XEPOS

Образцы возбуждались в течение 1200 секунд охлаждаемой воздухом рентгеновской трубкой с Pd анодом, в комбинации со следующими мишенями представленными в таблице 1.



Рисунок 1. Энерго-дисперсионный рентгено-флуоресцентный спектрометр SPECTRO XEPOS

Таблица 1: Условия измерения.

Элементы	Напряжение/Ток кВ/мА	Мишень	Время измерения, с
Na – Cl	17,5 кВ/2,0м А	HOPG	300
K – Mn	35 кВ/1,0 мА	Co	300
Fe – Y Er – U	40 кВ/0,88 мА	Mo	300
Zr – Ce	49,5 кВ/0,7 мА	Al ₂ O ₃	300

Для регистрации флуоресцентного излучения от образца использовался кремниевый дрейфовый детектор (Si-drift detector – SDD). Разрешение детектора <160 эВ (для Mn K_α линии при скорости счета 10 000 импульсов в секунду).

Во время проведения измерения камера с пробой продувалась гелием.

Все параметры измерения контролируются с помощью программного обеспечения XLAB-PRO.

3. Подготовка проб

Для анализа были предоставлены следующие пробы природные минералы в виде порошков:

1. Белый порошок в пластиковом мешочке с клапаном. Мешочек пронумерован "0". Данной пробе порошка присвоено лабораторное имя "0".
2. Белый порошок в пластиковом мешочке с клапаном. Мешочек пронумерован "1". Данной пробе порошка присвоено лабораторное имя "1".
3. Белый порошок в пластиковом мешочке с клапаном. Мешочек пронумерован "2". Данной пробе порошка присвоено лабораторное имя "2".
4. Белый порошок в пластиковом мешочке с клапаном. Мешочек пронумерован "3". Данной пробе порошка присвоено лабораторное имя "3".

Каждая проба порошка для анализа помещалась в пластиковую кювету диаметром 28 мм без дополнительной подготовки.

4. Анализируемые элементы и Используемая калибровка

Для определения содержания химических элементов неизвестных проб в порошках используется заводская калибровка Turbo Quant Powders. При калибровке для широкого диапазона матриц/основных компонент, использовалась собственная процедура SPECTRO (комбинация Комптоновской корреляции и аппроксимация методом фундаментальных параметров).

Определяемые элементы и диапазоны калибровки приведены в таблице 2.

**Таблица 2 – Определяемые элементы, Диапазон калибровки
и количество стандартов используемых для калибровки**

Атомный номер, Z	Символ	Элемент	Диапазон калибровки	
			Предел обнаружения, µg/g	Максимальная концентрация, %
11	Na	Натрий	1000	39,40
12	Mg	Магний	100	60,30
13	Al	Алюминий	20	33,30
14	Si	Кремний	5	42,20
15	P	Фосфор	3	14,50
16	S	Сера	2	23,10
17	Cl	Хлор	2	60,70
19	K	Калий	10	6,40
20	Ca	Кальций	10	46,70
22	Ti	Титан	5	60,00
23	V	Ванадий	5	60,00
24	Cr	Хром	5	33,50
25	Mn	Марганец	5	49,20
26	Fe	Железо	5	66,60
27	Co	Кобальт	3	73,40
28	Ni	Никель	1	77,80
29	Cu	Медь	1	79,90
30	Zn	Цинк	1	80,30
31	Ga	Галлий	1	0,01
32	Ge	Германий	1	0,01
33	As	Мышьяк	1	0,40
34	Se	Селен	1	0,08
35	Br	Бром	1	0,08
37	Rb	Рубидий	3	0,85
38	Sr	Стронций	5	0,87
39	Y	Иттрий	7	0,07
40	Zr	Цирконий	500	47,40
41	Nb	Ниобий	10	0,02
42	Mo	Молибден	10	12,50
47	Ag	Серебро	5	0,02
48	Cd	Кадмий	5	87,60
50	Sn	Олово	5	0,00
51	Sb	Сурьма	6	78,70
52	Te	Теллур	6	0,08
53	I	Иод	7	0,08
55	Cs	Цезий	8	0,03
56	Ba	Барий	8	43,00
57	La	Лантан	10	0,13
58	Ce	Церий	12	0,22
72	Hf	Гафний	2	1,10
73	Ta	Тантал	2	81,90
74	W	Вольфрам	2	0,05
80	Hg	Ртуть	2	0,01
81	Tl	Таллий	2	0,08
82	Pb	Свинец	2	92,80
83	Bi	Висмут	2	0,02
90	Th	Торий	3	0,01
92	U	Уран	3	0,07

5. Аналитические результаты

Результаты измерений представлены в сводной таблице 3. В данной сводной таблице присутствуют химические элементы, присутствующие в пробах, концентрации которых соответствуют высоким уровням – основные элементы, и примесные элементы. Химические элементы со следовыми и нулевыми концентрациями исключены из сводной таблицы. В приложении 1 приведены полные протоколы испытаний проб порошков "0", "1", "2" и "3".

Таблица 3 – Аналитические результаты проб порошков "0", "1", "2" и "3".

Атомный номер, Z	Символ	Элемент	Проба "0"	Проба "1"	Проба "2"	Проба "3"	Единицы измерения*
11	Na	Натрий	0,246	0,306	0,308	0,322	%
12	Mg	Магний	31,28	26,55	27,65	33,3	%
13	Al	Алюминий	0,4127	0,455	0,4803	0,4892	%
14	Si	Кремний	27,78	28,21	29,13	27,49	%
15	P	Фосфор	< 3,0	< 3,0	< 3,0	23,9	µg/g
16	S	Сера	< 0,00020	< 0,00020	< 0,00020	0,02921	%
17	Cl	Хлор	169,6	211,4	312,9	312,3	µg/g
20	Ca	Кальций	2,993	3,178	3,162	2,319	%
22	Ti	Титан	0,02102	0,02525	0,02319	0,0429	%
23	V	Ванадий	103,1	123,8	132,1	128,3	µg/g
24	Cr	Хром	1094	1373	1386	1040	µg/g
25	Mn	Марганец	1182	1175	1159	848,8	µg/g
26	Fe	Железо	3,134	3,448	3,429	2,759	%
27	Co	Кобальт	217	215	222	215	µg/g
28	Ni	Никель	2445	3136	3152	2728	µg/g
29	Cu	Медь	21,6	23,8	30,1	16,1	µg/g
30	Zn	Цинк	73,3	71,5	73,7	2877	µg/g
38	Sr	Стронций	46,5	47,7	52,1	174,9	µg/g
40	Zr	Цирконий	1126	1179	1223	1096	µg/g
72	Hf	Гафний	16,9	23,6	23,9	23,9	µg/g
73	Ta	Тантал	17	17,6	14,8	14,8	µg/g
82	Pb	Свинец	17,7	12,4	21,4	1454	µg/g

* Для справки – $1 \mu\text{g/g} = 1 \cdot 10^{-4}\%$

Список приложений:

1. Приложение 1: протоколы испытаний проб порошков "0", "1", "2" и "3" на 4^{-х} листах.
2. Приложение 2: Сертификат об утверждении типа средств измерений на 1^{-ном} листе.

Отчет составлен на 9 листах.

Протоколы испытаний пробы "0"

Название	0	Название	08/24/2009 ::				
Описание		Метод	TurboQuant-Powders				
Z	Символ	Элемент	Интенсивн. Норм.	Концентрация		Ошибка	
11	Na	Натрий	16,9576	0,246	%	0,011	%
12	Mg	Магний	3803,1541	31,28	%	0,03	%
13	Al	Алюминий	138,9907	0,4127	%	0,0033	%
14	Si	Кремний	20636,848	27,78	%	0,02	%
15	P	Фосфор	0	< 3,0	µg/g	0	µg/g
16	S	Сера	14,184	< 0,00020	%	0	%
17	Cl	Хлор	142,0803	169,6	µg/g	0,8	µg/g
19	K	Калий	0	< 0,0010	%	0	%
20	Ca	Кальций	794,331	2,993	%	0,006	%
22	Ti	Титан	9,0089	0,02102	%	0,0009	%
23	V	Ванадий	5,6563	103,1	µg/g	6,7	µg/g
24	Cr	Хром	183,3385	1094	µg/g	6	µg/g
25	Mn	Марганец	238,0827	1182	µg/g	7	µg/g
26	Fe	Железо	9685,3874	3,134	%	0,003	%
27	Co	Кобальт	18,3706	217	µg/g	19	µg/g
28	Ni	Никель	1592,013	2445	µg/g	5	µg/g
29	Cu	Медь	18,7431	21,6	µg/g	0,7	µg/g
30	Zn	Цинк	83,0745	73,3	µg/g	0,6	µg/g
31	Ga	Галлий	0	< 0,5	µg/g	0	µg/g
32	Ge	Германий	0	< 0,5	µg/g	0	µg/g
33	As	Мышьяк	10,3567	4	µg/g	0,3	µg/g
34	Se	Селен	2,7987	1	µg/g	0,1	µg/g
35	Br	Бром	3,1908	1	µg/g	0,1	µg/g
37	Rb	Рубидий	3,6516	0,7	µg/g	0,1	µg/g
38	Sr	Стронций	278,7597	46,5	µg/g	0,2	µg/g
39	Y	Иттрий	8,7785	1,4	µg/g	0,2	µg/g
40	Zr	Цирконий	460,2146	1126	µg/g	3	µg/g
41	Nb	Ниобий	1,0149	1,9	µg/g	0,2	µg/g
42	Mo	Молибден	0	< 1,0	µg/g	0	µg/g
47	Ag	Серебро	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
48	Cd	Кадмий	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
50	Sn	Олово	6,7745	7,9	µg/g	0,5	µg/g
51	Sb	Сурьма	3,1581	2,5	µg/g	0,3	µg/g
52	Te	Теллур	3,7395	< 3,0	µg/g	0	µg/g
53	I	Иод	0	< 3,0	µg/g	0	µg/g
55	Cs	Цезий	0	< 4,0	µg/g	0	µg/g
56	Ba	Барий	2,1974	< 2,0	µg/g	0	µg/g
57	La	Лантан	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
58	Ce	Церий	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
72	Hf	Гафний	8,3668	16,9	µg/g	0,8	µg/g
73	Ta	Тантал	8,5187	17	µg/g	2,3	µg/g
74	W	Вольфрам	0	< 1,0	µg/g	0	µg/g
80	Hg	Ртуть	4,5976	3,1	µg/g	0,2	µg/g
81	Tl	Таллий	4,475	2,2	µg/g	0,2	µg/g
82	Pb	Свинец	24,9434	17,7	µg/g	0,4	µg/g
83	Bi	Висмут	2,7693	1,7	µg/g	0,2	µg/g
90	Th	Торий	0,4852	< 0,2	µg/g	-0,2	µg/g
92	U	Уран	9,6019	1	µg/g	0,1	µg/g

Протокол испытаний для пробы "1"

Название	1	Название	08/24/2009 ::				
Описание		Метод	TurboQuant-Powders				
Z	Символ	Элемент	Интенсивн. Норм.	Концентрация		Ошибка	
11	Na	Натрий	18,021	0,306	%	0,013	%
12	Mg	Магний	3850,853	26,55	%	0,03	%
13	Al	Алюминий	159,9771	0,455	%	0,0033	%
14	Si	Кремний	20707,23	28,21	%	0,02	%
15	P	Фосфор	0	< 3,0	µg/g	0	µg/g
16	S	Сера	13,9895	< 0,00020	%	0	%
17	Cl	Хлор	155,751	211,4	µg/g	1	µg/g
19	K	Калий	0	< 0,0010	%	0	%
20	Ca	Кальций	745,3383	3,178	%	0,006	%
22	Ti	Титан	9,5597	0,02525	%	0,00098	%
23	V	Ванадий	6,0402	123,8	µg/g	7,4	µg/g
24	Cr	Хром	201,5436	1373	µg/g	8	µg/g
25	Mn	Марганец	207,2842	1175	µg/g	7	µg/g
26	Fe	Железо	9318,1	3,448	%	0,003	%
27	Co	Кобальт	16,1231	215	µg/g	22	µg/g
28	Ni	Никель	1792,162	3136	µg/g	6	µg/g
29	Cu	Медь	18,1064	23,8	µg/g	0,8	µg/g
30	Zn	Цинк	71,0844	71,5	µg/g	0,7	µg/g
31	Ga	Галлий	0	< 0,5	µg/g	0	µg/g
32	Ge	Германий	0,6896	< 0,4	µg/g	-0,4	µg/g
33	As	Мышьяк	11,5287	5,1	µg/g	0,3	µg/g
34	Se	Селен	3,9428	1,5	µg/g	0,1	µg/g
35	Br	Бром	3,3863	1,2	µg/g	0,2	µg/g
37	Rb	Рубидий	5,246	1,1	µg/g	0,1	µg/g
38	Sr	Стронций	253,675	47,7	µg/g	0,2	µg/g
39	Y	Иттрий	9,8023	1,8	µg/g	0,2	µg/g
40	Zr	Цирконий	434,1953	1179	µg/g	3	µg/g
41	Nb	Ниобий	1,2389	2,6	µg/g	0,3	µg/g
42	Mo	Молибден	3,4169	6,6	µg/g	0,7	µg/g
47	Ag	Серебро	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
48	Cd	Кадмий	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
50	Sn	Олово	4,6312	3,1	µg/g	0,2	µg/g
51	Sb	Сурьма	1,7945	< 3,0	µg/g	0	µg/g
52	Te	Теллур	2,0747	< 3,0	µg/g	0	µg/g
53	I	Иод	0	< 3,0	µg/g	0	µg/g
55	Cs	Цезий	0	< 4,0	µg/g	0	µg/g
56	Ba	Барий	1,5978	< 2,0	µg/g	0	µg/g
57	La	Лантан	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
58	Ce	Церий	2,0255	< 2,0	µg/g	0	µg/g
72	Hf	Гафний	9,8165	23,6	µg/g	0,9	µg/g
73	Ta	Тантал	7,8998	17,6	µg/g	2,7	µg/g
74	W	Вольфрам	0	< 1,0	µg/g	0	µg/g
80	Hg	Ртуть	4,7846	3,8	µg/g	0,3	µg/g
81	Tl	Таллий	4,5753	2,5	µg/g	0,2	µg/g
82	Pb	Свинец	15,424	12,4	µg/g	0,5	µg/g
83	Bi	Висмут	4,8988	3,9	µg/g	0,3	µg/g
90	Th	Торий	0,1998	< 0,1	µg/g	-0,1	µg/g
92	U	Уран	9,6881	1,2	µg/g	0,1	µg/g

Протокол испытаний для пробы "2"

Название	2	Название	08/24/2009 ::				
Описание		Метод	TurboQuant-Powders				
Z	Символ	Элемент	Интенсивн. Норм.	Концентрация		Ошибка	
11	Na	Натрий	18,185	0,308	%	0,013	%
12	Mg	Магний	3989,532	27,65	%	0,03	%
13	Al	Алюминий	168,156	0,4803	%	0,0034	%
14	Si	Кремний	21486,57	29,13	%	0,02	%
15	P	Фосфор	0	< 3,0	µg/g	0	µg/g
16	S	Сера	13,4923	< 0,00020	%	0	%
17	Cl	Хлор	207,8598	312,9	µg/g	1,3	µg/g
19	K	Калий	0	< 0,0010	%	0	%
20	Ca	Кальций	749,4636	3,162	%	0,006	%
22	Ti	Титан	8,8722	0,02319	%	0,00099	%
23	V	Ванадий	6,6215	132,1	µg/g	7,4	µg/g
24	Cr	Хром	205,6349	1386	µg/g	8	µg/g
25	Mn	Марганец	206,8762	1159	µg/g	7	µg/g
26	Fe	Железо	9371,949	3,429	%	0,003	%
27	Co	Кобальт	16,7591	222	µg/g	22	µg/g
28	Ni	Никель	1821,234	3152	µg/g	6	µg/g
29	Cu	Медь	23,1344	30,1	µg/g	0,8	µg/g
30	Zn	Цинк	74,0927	73,7	µg/g	0,7	µg/g
31	Ga	Галлий	0	< 0,5	µg/g	0	µg/g
32	Ge	Германий	0	< 0,5	µg/g	0	µg/g
33	As	Мышьяк	2,4632	1,1	µg/g	0,3	µg/g
34	Se	Селен	4,2695	1,6	µg/g	0,1	µg/g
35	Br	Бром	2,0719	0,7	µg/g	0,2	µg/g
37	Rb	Рубидий	4,2646	0,9	µg/g	0,1	µg/g
38	Sr	Стронций	279,2785	52,1	µg/g	0,3	µg/g
39	Y	Иттрий	6,6071	1,2	µg/g	0,2	µg/g
40	Zr	Цирконий	453,0575	1223	µg/g	3	µg/g
41	Nb	Ниобий	1,1205	2,3	µg/g	0,3	µg/g
42	Mo	Молибден	0	< 1,0	µg/g	0	µg/g
47	Ag	Серебро	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
48	Cd	Кадмий	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
50	Sn	Олово	5,4945	5,2	µg/g	0,3	µg/g
51	Sb	Сурьма	3,1208	2,5	µg/g	0,3	µg/g
52	Te	Теллур	0	< 3,0	µg/g	0	µg/g
53	I	Иод	1,4007	1,6	µg/g	0,7	µg/g
55	Cs	Цезий	0	< 4,0	µg/g	0	µg/g
56	Ba	Барий	1,0763	< 2,0	µg/g	0	µg/g
57	La	Лантан	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
58	Ce	Церий	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
72	Hf	Гафний	10,0555	23,9	µg/g	1	µg/g
73	Ta	Тантал	7,1238	14,8	µg/g	2,6	µg/g
74	W	Вольфрам	0	< 1,0	µg/g	0	µg/g
80	Hg	Ртуть	6,3656	5,4	µg/g	0,3	µg/g
81	Tl	Таллий	5,4479	3	µg/g	0,2	µg/g
82	Pb	Свинец	26,8581	21,4	µg/g	0,4	µg/g
83	Bi	Висмут	5,3417	4	µg/g	0,3	µg/g
90	Th	Торий	0	< 1,0	µg/g	0	µg/g
92	U	Уран	9,1282	0,9	µg/g	0,1	µg/g

Протокол испытаний для пробы "3"

Название	3	Название	08/24/2009 ::				
Описание		Метод	TurboQuant-Powders				
Z	Символ	Элемент	Интенсивн. Норм.	Концентрация		Ошибка	
11	Na	Натрий	20,4432	0,322	%	0,012	%
12	Mg	Магний	4067,127	33,3	%	0,03	%
13	Al	Алюминий	165,3268	0,4892	%	0,0035	%
14	Si	Кремний	21377,92	27,49	%	0,02	%
15	P	Фосфор	3,3467	23,9	µg/g	3,6	µg/g
16	S	Сера	117,2974	0,02921	%	0,00015	%
17	Cl	Хлор	231,8211	312,3	µg/g	1,2	µg/g
19	K	Калий	0	< 0,0010	%	0	%
20	Ca	Кальций	676,8204	2,319	%	0,005	%
22	Ti	Титан	20,2171	0,0429	%	0,001	%
23	V	Ванадий	8,3042	128,3	µg/g	6,8	µg/g
24	Cr	Хром	191,6619	1040	µg/g	6	µg/g
25	Mn	Марганец	188,3222	848,8	µg/g	5,8	µg/g
26	Fe	Железо	9389,795	2,759	%	0,003	%
27	Co	Кобальт	19,8848	215	µg/g	20	µg/g
28	Ni	Никель	1962,698	2728	µg/g	5	µg/g
29	Cu	Медь	15,4266	16,1	µg/g	0,8	µg/g
30	Zn	Цинк	3589,571	2877	µg/g	4	µg/g
31	Ga	Галлий	0	< 0,5	µg/g	0	µg/g
32	Ge	Германий	1,7727	0,8	µg/g	0,3	µg/g
33	As	Мышьяк	21,5783	7,8	µg/g	1,8	µg/g
34	Se	Селен	6,3099	2	µg/g	0,2	µg/g
35	Br	Бром	7,6764	2,3	µg/g	0,2	µg/g
37	Rb	Рубидий	0	< 0,5	µg/g	0	µg/g
38	Sr	Стронций	1111,357	174,9	µg/g	0,4	µg/g
39	Y	Иттрий	0	< 0,5	µg/g	0	µg/g
40	Zr	Цирконий	469,5824	1096	µg/g	3	µg/g
41	Nb	Ниобий	0,751	1,3	µg/g	0,3	µg/g
42	Mo	Молибден	0	< 1,0	µg/g	0	µg/g
47	Ag	Серебро	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
48	Cd	Кадмий	0,1532	< 2,0	µg/g	0	µg/g
50	Sn	Олово	6,4628	7,1	µg/g	0,4	µg/g
51	Sb	Сурьма	2,3321	0,3	µg/g	0,1	µg/g
52	Te	Теллур	3,0634	< 3,0	µg/g	0	µg/g
53	I	Иод	0	< 3,0	µg/g	0	µg/g
55	Cs	Цезий	0	< 4,0	µg/g	0	µg/g
56	Ba	Барий	1,0722	< 2,0	µg/g	0	µg/g
57	La	Лантан	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
58	Ce	Церий	0	< 2,0	µg/g	0	µg/g
72	Hf	Гафний	10,9791	C	µg/g	1	µg/g
73	Ta	Тантал	17,0991	36,1	µg/g	2,8	µg/g
74	W	Вольфрам	0	< 1,0	µg/g	0	µg/g
80	Hg	Ртуть	3,6509	2,1	µg/g	0,3	µg/g
81	Tl	Таллий	8,2778	< 0,5	µg/g	-0,2	µg/g
82	Pb	Свинец	2208,037	1454	µg/g	2	µg/g
83	Bi	Висмут	30,5737	< 1,0	µg/g	0	µg/g
90	Th	Торий	0	< 1,0	µg/g	0	µg/g
92	U	Уран	11,1426	1,7	µg/g	0,1	µg/g

Приложение 2