

爆炸物的 X 射线荧光定性 - 定量分析

EDX-044

摘要：通过 X 射线荧光快速无损地对爆炸物进行最早期的定性 - 定量分析，可以帮助公安司法机关初步快速查明爆炸物的来源提高了效率。而具有高灵敏度、高分辨率且采用了新型硅漂移检测器 (SDD) 的岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光光谱仪，非常适用于对爆炸物的早期定性 - 定量分析，操作简单，方便快捷，无需复杂的化学前处理。

关键词：爆炸物 X 射线荧光定性 - 定量分析

目前市面上爆炸物主要来源有下列几种：

- 1) 黑火药：硝酸钾、硫磺、炭粉
- 2) 烟花类：氯酸钾、高氯酸钾、硫磺及产生颜色的金属粉末 (Mg/Al/Cu/Ti 等)
- 3) 高锰酸盐：高锰酸钾、硫磺、炭粉
- 4) 灼热剂：黑铜矿、赤铁矿、金属铝
- 5) 肥料类易爆物：硝酸铵
- 6) 有机爆炸物：三硝基甲苯 (TNT)、戊硝酯 (PETN)、1.3.5 三氮杂苯 (RDX) 等

根据各类爆炸物的主量元素不同，通过 X 射线荧光的定性 - 定量分析即可初步筛查为何种爆炸物，这为公安司法机关的快速查明爆炸物的来源提高了效率。

岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光光谱仪，采用新型硅漂移检测器 (SDD)，实现了高灵敏度、高分辨率的分析要求，能够方便快速地对爆炸物进行定性 - 定量分析，无须化学前处理，操作简单，方便快捷。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线
荧光光谱



图 1 EDX-7000

1.2 分析条件

分析元素： $_{11}\text{Na}$ - $_{92}\text{U}$
氛围：真空
电压 (kV)：15, 50
电流 (uA)：自动

DT(%): 30
滤光片：无
分析时间 (s)：60

■ 样品的前处理

爆炸物样品直接装样品杯中轻轻压实后进行分析，无须化学前处理。



图 2 黑火药

■ 结果与讨论

3.1 使用定性 - 定量分析条件进行分析的结果。

样品:	2					
分析物	结果	[3-sigma]	处理-计算	线	强度	
K	83.469 %	[0.197]	定量-FP	K Ka	210.1742	
S	15.226 %	[0.043]	定量-FP	S Ka	144.9004	
Si	0.501 %	[0.018]	定量-FP	SiKa	1.3573	
Fe	0.374 %	[0.007]	定量-FP	FeKa	9.2221	
Cu	0.273 %	[0.005]	定量-FP	CuKa	11.8793	
Zn	0.157 %	[0.005]	定量-FP	ZnKa	8.0579	

说明：归一法定性 - 定量分析结果中不包括仪器不能测试的 Na 以前的元素（如 C 等）。

3.2 分析结果谱图

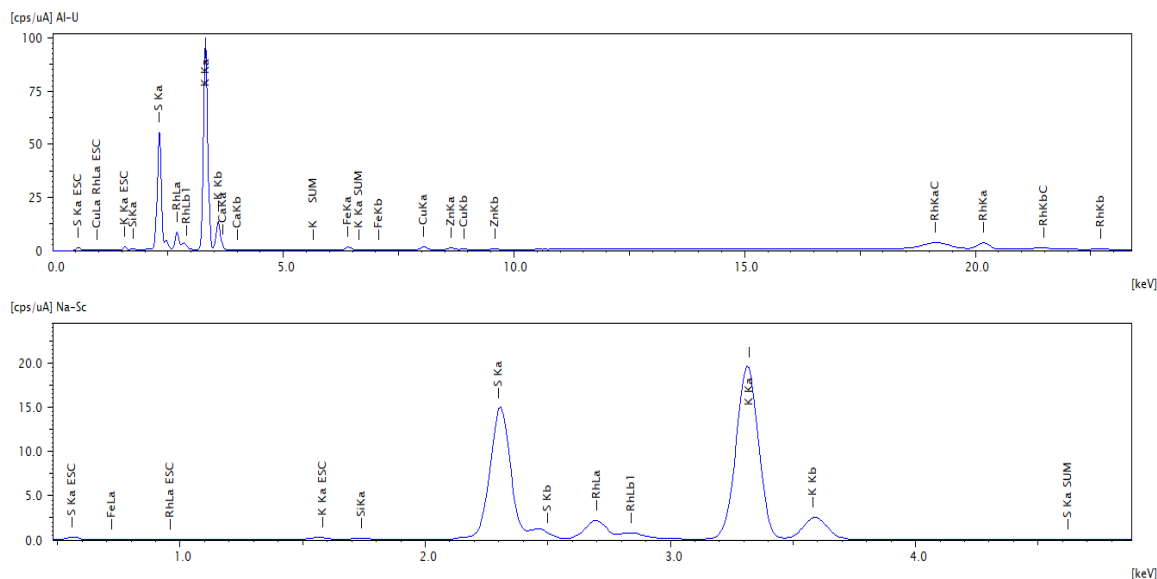


图3 分析结果谱图

3.3 分析结果初步判定

3.3.1 根据目前爆炸物来源的主要成分及其含有元素进行定性 - 定量分析。

表1 爆炸物主要成分及元素

爆炸物来源	主要成分	含有主要元素	EDX-7000 能分析元素
黑火药	硝酸钾、硫磺、炭粉	K, S, C, O, N	K, S
烟花类	氯酸钾、高氯酸钾、硫磺及产生颜色的金属粉末 (Mg/Al/Cu/Ti 等)	K, S, C, Cl, O Mg, Al, Cu, Ti	K, S, Cl Mg, Al, Cu, Ti
高锰酸盐	高锰酸钾、硫磺、炭粉	Mn, K, S, C, O	Mn, K, S,
灼热剂	黑铜矿、赤铁矿、金属铝	Cu, Fe, Al	Cu, Fe, Al
肥料类易爆物	硝酸铵	N, O, H	无
有机爆炸物	三硝基甲苯 (TNT)、戊硝酯 (PETN)、1.3.5 三氮杂苯 (RDX) 等	N, C, O, H	无

3.3.2 根据爆炸物定性主要元素进行爆炸物来源的初步判定。

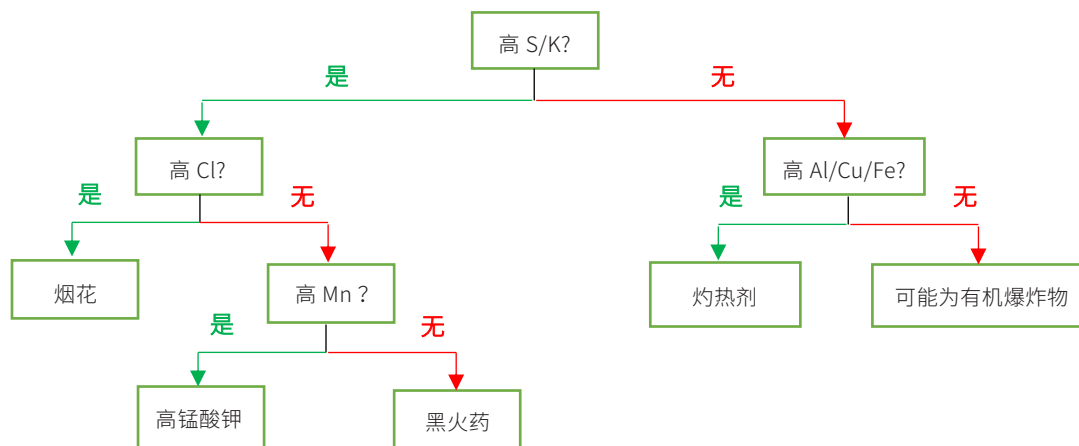


图 4 爆炸物来源初步判定程序

说明：1) 主要针对表 1 中爆炸物主要成分及元素而进行表 1 中所罗列爆炸物种类的初步判定；

2) 有机爆炸物如三硝基甲苯 (TNT)、戊硝酯 (PETN)、1.3.5 三氮杂苯 (RDX) 等的最终精确判定需要傅里叶变换红外光谱 (FTIR 系列) 的定性分析及确认以后的 GC-MS 进一步的定量分析。

3.3.3 根据爆炸物定性主要元素进行爆炸物来源的初步判定程序得出, 上述样品定性-定量结果中主要元素为 S/K, 无高 Cl, 无高 Mn, 无高 Al/Cu/Fe, 故样品可初步判定为黑火药类爆炸物。进行以 C (炭) 作平衡、K 以 KNO_3 的形式表示的数据重新归一法处理后结果如下图 5。

样品: 分析物	2-1	结果	[3-sigma]	处理-计算	线	强度
KNO3		22.019 %	[0.052]	定量-FP	K Ka	210.1742
S		2.980 %	[0.008]	定量-FP	S Ka	144.9004
Si		0.116 %	[0.004]	定量-FP	SiKa	1.3573
Fe		0.022 %	[0.000]	定量-FP	FeKa	9.2221
Cu		0.015 %	[0.000]	定量-FP	CuKa	11.8793
Zn		0.009 %	[0.000]	定量-FP	ZnKa	8.0579
C		74.839 %	[-----]	平衡	-----	-----

图 5 定性分析处理后结果

如果需要更进一步确认爆炸物为黑火药中硝酸钾、硫磺、炭粉的含量及物相, 也可使用岛津电子探针显微镜分析仪 (EPMA 系列)、X 射线衍射仪 (XRD 系列)、原子光谱 (AAS/ICP 系列)、傅里叶变换红外光谱 (FTIR 系列) 等仪器配套完成。

■ 结论

岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光光谱仪非常适合公安司法机关对爆炸物进行快速定性 - 定量分析, 来初步确认爆炸物的来源。操作简单, 方便快捷, 无需化学前处理。

岛津应用云

