

# Application News

## No. X267

### X 射线分析

## 溶液中轻元素的荧光 X 射线分析 - EDX-8100 · 氦气置换测定组件 -

EDX-8100 是可搭载氦气置换单元（选配品）的轻元素高灵敏度荧光 X 射线分析装置。通过使用本单元，可以对液体或者其它无法在真空下测试的试样中所含的轻元素进行高灵敏度分析。因此，使用 EDX-8100 可以测定过去使用 EDX-8000 无法分析的溶液中的氟（F）。

对溶液中 F ~ K 元素，在 He 氛围下的检出限和装载样品的薄膜对分析性能的影响进行了评价。

S. Yada, N. Ichimaru

### ■ 元素、试样

试样如表 1 所示。使用纯水样品计算背景强度。

表 1 元素、含量、溶液

元素	含有量 [ppm]	溶液
F	94,962	制备液
Na	20,000	制备液
Mg	20,000	制备液
Al	20,000	制备液
Si、P、S、Cl、K	1,000	原子吸收标准溶液
-	-	纯水

### ■ 预处理

在以薄膜为杯底的样杯中加入约 5mL 试样。表 2 列出了试验所用到的三种薄膜。

表 2 样杯薄膜

名称	厚度 (μm)	结构式
Prolene® (Chemplex)	4	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>
聚丙烯	5	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>
PET	6	C <sub>10</sub> H <sub>8</sub> O <sub>4</sub>

### ■ 检测下限

(1) 氛围：大气 / He

在样杯中使用聚丙烯薄膜的大气及 He 氛围下的测定谱图如图 1（下页）所示。根据强度、测定条件（电流值、积分时间）计算出的检测下限\*1 如表 3 所示。使用 He 氛围可以检测 F、Na、Mg 的检出限可以改善 40 倍、Al、Si 可以改善 8 倍、P、S 可以改善 2 倍左右。

表 3 检测下限 (1) 不同测试氛围下的差异 [ppm]

氛围	<sup>9</sup> F	<sup>11</sup> Na	<sup>12</sup> Mg	<sup>13</sup> Al	<sup>14</sup> Si	<sup>15</sup> P	<sup>16</sup> S	<sup>17</sup> Cl	<sup>19</sup> K
空气	-	-	3,300	210	91	25	16	23	6.3
He	41,000	680	84	26	11	11	7.8	15	5.1

表 4 检测下限 (2) 使用不同薄膜时的差异 [ppm]

薄膜	<sup>9</sup> F	<sup>11</sup> Na	<sup>12</sup> Mg	<sup>13</sup> Al	<sup>14</sup> Si	<sup>15</sup> P	<sup>16</sup> S	<sup>17</sup> Cl	<sup>19</sup> K
Prolene® (Chemplex)	18,000	480	72	22	10	9.7	7.5	14	4.7
聚丙烯	41,000	680	84	26	11	11	7.9	15	5.1
PET	-	5,400	340	55	54	25	24	18	5.8

(2) 薄膜的差异

在 He 氛围下使用三种薄膜进行了测定。谱图如图 2（下页）所示，检测下限如表 4 所示。使用 4μm 的 Prolene（Chemplex 公司生产）时灵敏度最好，原子序数越小，薄膜厚度和组成对测试强度的吸收影响越大。

### ■ 结论

使用 EDX 测试溶液样品，不受浓度高低、有机或无机成分以及悬浊或粘性溶液状态的影响。

除了溶液样品之外，EDX 也可以分析一些无法、或者难以在真空条件下测试的样品。

- 牙齿等活体试样（破损、变质）  
（操作时需要注意感染等问题）
- 沸石等多孔材质（需要更长的时间才能达到测定所需真空度）
- 纤维类、服装（多孔质、潮湿）
- 石墨粉末等超微颗粒（易飞散）
- 已密封物（易爆裂）

在需要快速了解上述试样中是否存在轻元素及其含量时，He 氛围下的测试十分有效。

### ■ 测定条件

装置	: EDX-8100
X 射线管	: Rh 靶
检测器	: SDD
管电压	: 50 [kV]
管电流	: 260 ~ 483 [μA] (Auto)
滤光片	: 无 (F ~ S) / #2 (Cl, K)
准直器	: 10 [mmφ]
测定气氛	: 大气 / He
积分时间	: 100 [秒]
死时间	: 最大 30 [%]

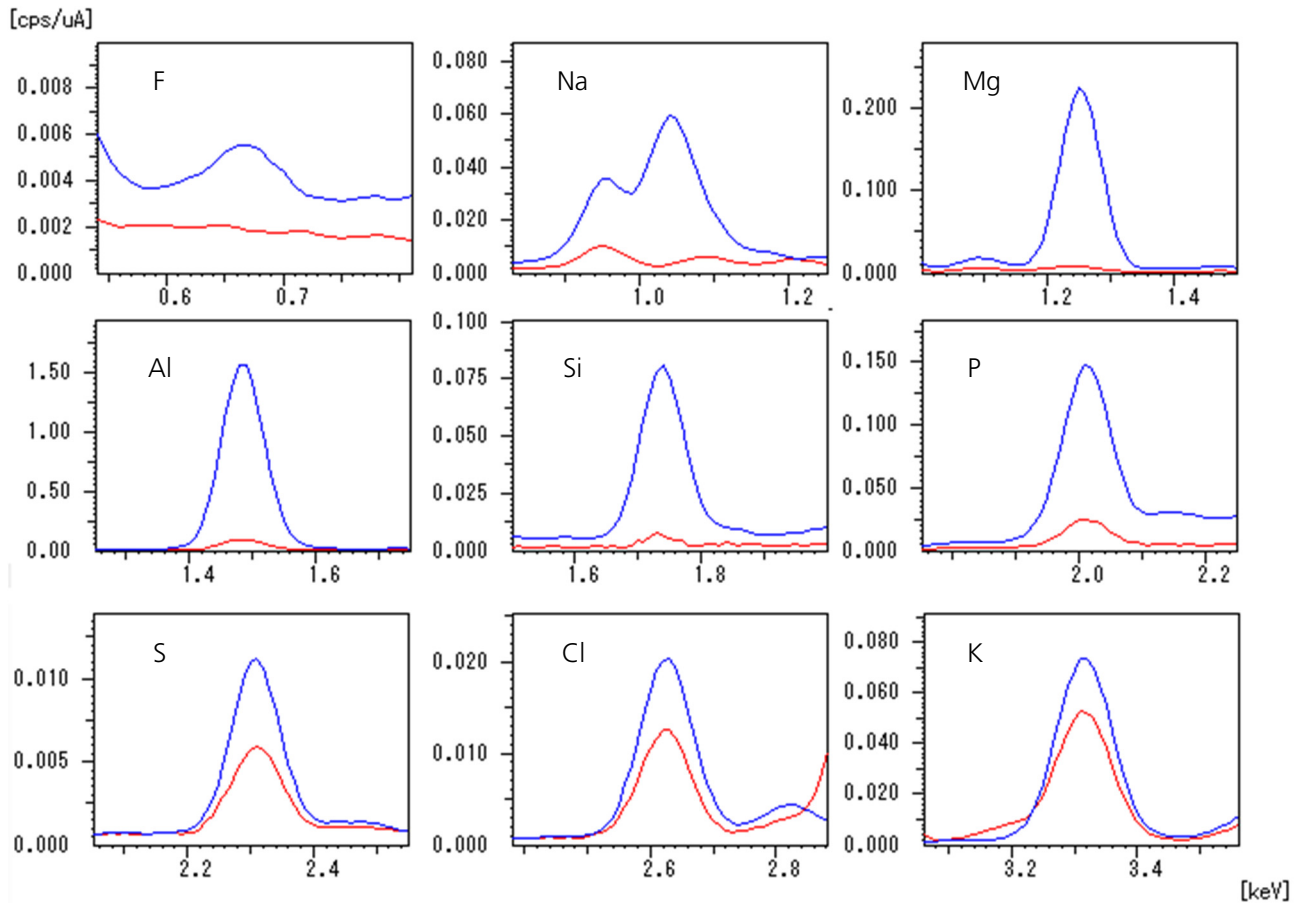


图1 F~K元素的荧光X射线谱图 [蓝: He 氛围 红: 大气]

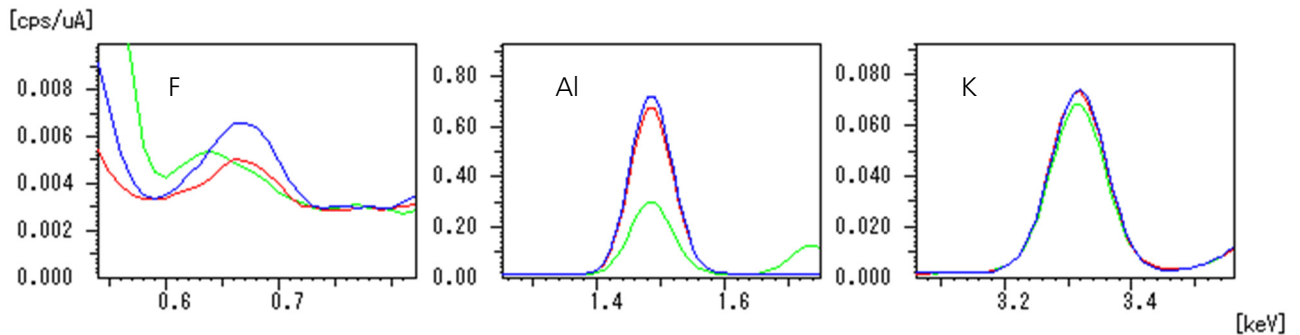


图2 F、Al、K元素的荧光X射线谱图 [蓝: Prolene (Chemplex公司生产) 红: 聚丙烯 绿: PET]

\*1 检测下限的计算

$$\text{检测下限} = 3 \times \frac{\text{含量}}{\text{荧光X射线强度}} \times \sqrt{\frac{\text{背景强度} \times \text{积分时间} \times \text{电流值}}{\text{积分时间} \times \text{电流值}}}$$

$$(\text{例: 表3中P在He氛围下的检出下限}) = 3 \times \frac{1,000_{[ppm]}}{1.217437_{[\frac{cps}{\mu A}]}} \times \sqrt{\frac{0.536691_{[\frac{cps}{\mu A}]}}{100_{[sec]}} \times 283_{[\mu A]}}{100_{[sec]} \times 283_{[\mu A]}}} = 10.73_{[ppm]} \approx 11_{[ppm]}$$

Prolene 为 Chemplex 公司的注册商标。本文中涉及的注册商标和商品名称指对应的公司或其提供的产品和服务。  
此外，本文中可能对“TM”和“®”进行了省略。



岛津企业管理(中国)有限公司  
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明:

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;  
\* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。  
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2018年4月