

土壤和沉积物无机元素波长色散 X 射线 荧光分析操作流程 SOP

■ 参考标准

《土壤沉积物无机元素的波长色散 X 射线荧光光谱分析法》HJ 780-2015

■ 适应范围

本方法适用于土壤和沉积物中 25 种无机元素和 7 种氧化物的测定，包含：

砷 (As)、钡 (Ba)、溴 (Br)、铈 (Ce)、氯 (Cl)、钴 (Co)、铬 (Cr)、铜 (Cu)、镓 (Ga)、铪 (Hf)、镧 (La)、锰 (Mn)、镍 (Ni)、磷 (P)、铅 (Pb)、铷 (Rb)、硫 (S)、钪 (Sc)、锶 (Sr)、钍 (Th)、钛 (Ti)、钒 (V)、钇 (Y)、锌 (Zn)、锆 (Zr)、二氧化硅 (SiO_2)、三氧化二铝 (Al_2O_3)、三氧化二铁 (Fe_2O_3)、氧化钾 (K_2O)、氧化钠 (Na_2O)、氧化钙 (CaO)、氧化镁 (MgO)。

■ 方法原理

土壤或沉积物样品经过压制后的平整试样，试样中的原子经 X 射线管产生的初级 X 射线照射时，被测元素释放出该原子特征 X 射线，经晶体分光后，探测器在选择的特征波长相对应 2θ 角处测得 X 射线荧光强度，其强度大小与被测元素质量分数成正比，通过测定特征波长强度来分析试样中各元素的质量分数。

■ 仪器及辅助设备

XRF-1800 波长色散 X 射线荧光光谱仪

行星式玛瑙碾磨机或土壤专用粉碎机（确保粉碎的颗粒值 $<74\ \mu\text{m}$ ）

粉末压样机（40-60 吨压力）

PVC 粉、硼酸、塑料环或铝环等辅助成型材料

■ 标准样品

标准样品：土壤、沉积物，含有测定标准中 25 个相关无机元素和 7 种氧化物的市售标准物质或标准样品。必要时可以考虑加入少数矿物标样用以拓展元素含量范围。

可以是国内有证标物 GSS、GSD 系列标样等，也可以是进口有证标物。由于近几年土壤检测的需求，不少标物已经缺货，已有一些新的标物上市，为了保证有效标样点数量足够，所以选购标物的数量不低于 20 个。

即使选择足够的标准样品数量，由于某些元素的含量梯度分布不合理，或者轻元素灵敏度差等原因，导致工作曲线的线性不是很好。例如：Th、La、Ce、Hf、Sc 等元素。

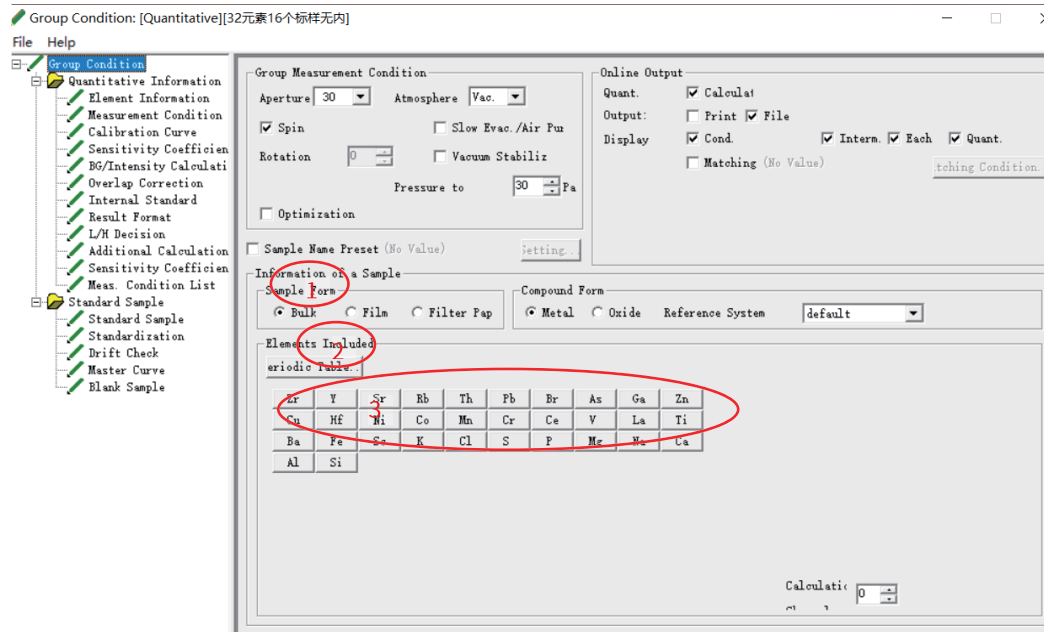
■ 分析方法的建立

6.1 检查仪器环境，确认各状态正常。进行 PHD 检查确认

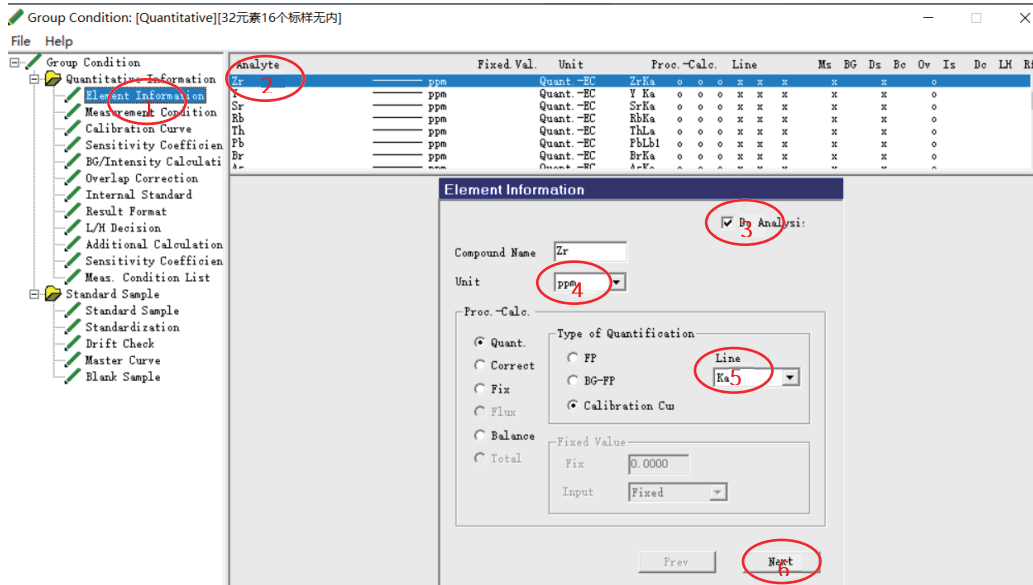
6.2 建立分析条件：命名程序

6.3 打开程序，依序设定下面各项。

6.3.1 元素的设置



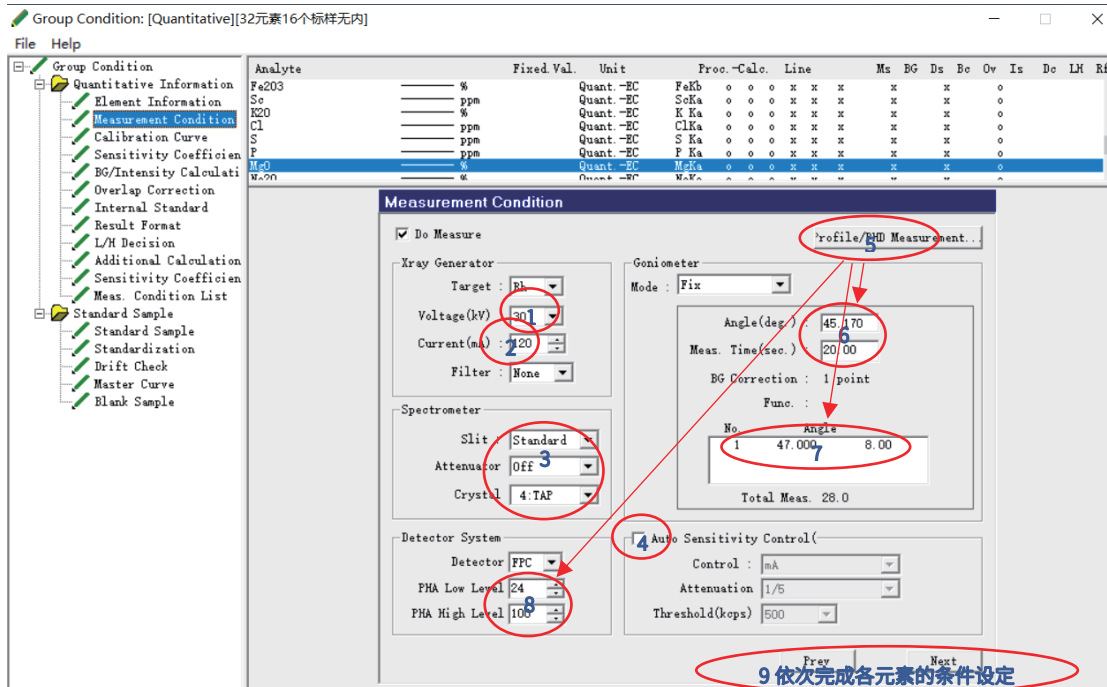
6.3.2 谱线的确认



选择谱线请参考下表：个别元素非默认条件

Analyte	Fixed Val.	Unit	Pr
Zr	_____	ppm	Quant. -EC ZrKa
Y	_____	ppm	Quant. -EC Y Ka
Sr	_____	ppm	Quant. -EC SrKa
Rb	_____	ppm	Quant. -EC RbKa
Th	_____	ppm	Quant. -EC ThLa
Pb	_____	ppm	Quant. -EC PbLb1
Br	_____	ppm	Quant. -EC BrKa
As	_____	ppm	Quant. -EC AsKa 1
Ga	_____	ppm	Quant. -EC GaKa
Zn	_____	ppm	Quant. -EC ZnKa
Cu	_____	ppm	Quant. -EC CuKa
Hf	_____	ppm	Quant. -EC HfLa
Ni	_____	ppm	Quant. -EC NiKa
Co	_____	ppm	Quant. -EC CoKa
Mn	_____	ppm	Quant. -EC MnKa
Cr	_____	ppm	Quant. -EC CrKa
Ce	_____	ppm	Quant. -EC CeLb1 2
V	_____	ppm	Quant. -EC V Ka
La	_____	ppm	Quant. -EC LaLa
Ti	_____	ppm	Quant. -EC TiKa
Ba	_____	ppm	Quant. -EC BaLa
Fe203	_____	%	Quant. -EC FeKb 3
Sc	_____	ppm	Quant. -EC ScKa
K2O	_____	%	Quant. -EC K Ka
Cl	_____	ppm	Quant. -EC ClKa
S	_____	ppm	Quant. -EC S Ka
P	_____	ppm	Quant. -EC P Ka
MgO	_____	%	Quant. -EC MgKa
Na2O	_____	%	Quant. -EC NaKa
CaO	_____	%	Quant. -EC CaKa
Al2O3	_____	%	Quant. -EC AlKa
SiO2	_____	%	Quant. -EC SiKa

6.3.3 测量条件——确认



Group Condition: [Quantitative][32元素16个标样无内]

File Help

Group Condition

- Quantitative Information
- Element Information
- Measurement Condition
- Calibration Curve
- Sensitivity Coefficient
- BG/Intensity Calculation
- Overlap Correction
- Internal Standard
- Result Format
- L/H Decision
- Additional Calculation
- Sensitivity Coefficient
- Meas. Condition List
- Standard Sample
- Standard Sample
- Standardization
- Drift Check
- Master Curve
- Blank Sample

Analyte	Fixed Val.	Unit	Proc.	Calc.	Line	Ms	BG	Ds	Bo	Ov	Is	Do	LH	Rf
Fe203	_____	%	Quant.	-EC	FeKb	0	0	0	x	x	x	x	x	0
Sc	_____	ppm	Quant.	-EC	ScKa	0	0	0	x	x	x	x	x	0
K2O	_____	%	Quant.	-EC	K Ka	0	0	0	x	x	x	x	x	0
Cl	_____	ppm	Quant.	-EC	ClKa	0	0	0	x	x	x	x	x	0
S	_____	ppm	Quant.	-EC	S Ka	0	0	0	x	x	x	x	x	0
P	_____	ppm	Quant.	-EC	P Ka	0	0	0	x	x	x	x	x	0
MgO	_____	%	Quant.	-EC	MgKa	0	0	0	x	x	x	x	x	0
MgO	_____	%	Quant.	-EC	MgKa	0	0	0	x	x	x	x	x	0

Measurement Condition

Do Measure

X-ray Generator

Target: [Pb]

Voltage (kV): [30]

Current (mA): [20]

Filter: [None]

Spectrometer

Slit: [Standard]

Attenuator: [Off]

Crystal: [4-TAP]

Detector System

Detector: [FPC]

PHA Low Level: [24]

PHA High Level: [100]

Goniometer

Mode: [Fix]

Angle (deg.): [45.170]

Meas. Time (sec.): [20:00]

BG Correction: [1 point]

Func.: []

No.	Angle
1	47.000
7	8.00

Total Meas. 28.0

Auto Sensitivity Control

Control: [mA]

Attenuation: [1/5]

Threshold (kops): [500]

9 依次完成各元素的条件设定

6.3.4 分析角度的确认

Measurement Condition

Do Measure [Profile/PHD Measurement...]

X-ray Generator
Target: Rh
Voltage (kV): 30
Current (mA): 70
Filter: None

Spectrometer
Slit: Standard
Attenuator: Off
Crystal: 1-LiF

Detector System
Detector: PFC
PHA Low Level: 20
PHA High Level: 80

Profile/PHD
File View

Group Condition
Aperture: 30.0
Atmosphere: Vacuum
 Spin
Rotation: 0
 Low Speed Evac./Purge
 Vacuum Stabiliz.
 Higher Order Prof.: Pressure to 30

Channel Condition
Target: Rh
Voltage: 30
Current: 70
Filter: None
Slit: Standard
Attenuator: None
Crystal: 1-LiF
Detector: PFC
PHA Low Level: 20
PHA High Level: 80

Measurement
Position: 1
Measurement: 2theta
Start Stop
Eject

2theta Condition
Scanning: Fixed Angle Step
Peak Angle: 97.75 Step Angle: 0.050
Start: 65 Speed: 8.0
End Angle: 101 Time: 0.375

PHD Condition
Peak Angle: 97.75
Start: 0 Step Width: 2
End: 200 Time: 1

Profile Monitor: [2theta]

View Process Data Set Measurement Angle

None
Set Range
Set Angle: 62.520 (如果峰值位置不对, 鼠标左右移动, 确定最佳位置)

[kcps]

15.0
10.0
5.0
0.0

62.00 63.00 64.00 [deg]

Angle = 62.520 deg. Intensity = 14.968

Measurement

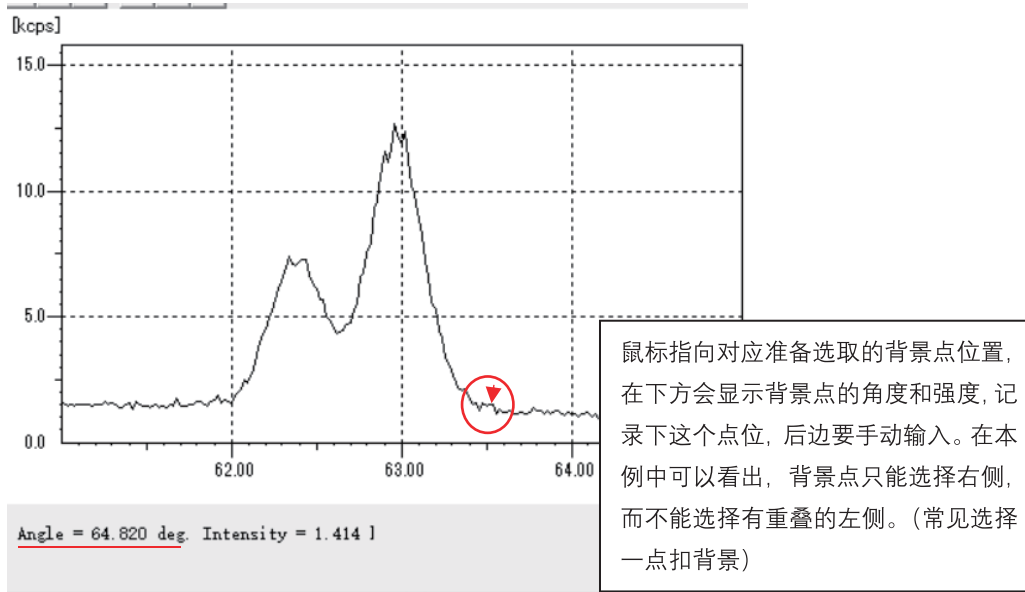
Position: 8
Measurement: 2theta PHD Intensit
Start Stop
Eject

2theta Condition
Scanning: Fixed Angle Step Continuous
Peak Angle: 62.97 Step Angle: 0.020
Start: 61 Speed: 8.0
End Angle: 65 Time: 0.15

PHD Condition
Peak Angle: 62.97
Start: 0 Step Width: 2
End: 200 Time: 1

OK

6.3.5 背景点的确认



6.3.6 背景点设定:

Group Condition: [Quantitative][32元素16个标样无内]

File Help

Analyte	Fixed Val.	Unit	Proc.	Calc.	Line	Ms	BG	Ds	Bo	Ov
Fe203	%	Quant.-EC	FeKb	o o o	x x x	x	x			o
Se	ppm	Quant.-EC	SeKa	o o o	x x x	x	x			o
K2O	%	Quant.-EC	K Ka	o o o	x x x	x	x			o
Cl	ppm	Quant.-EC	ClKa	o o o	x x x	x	x			o
S	ppm	Quant.-EC	S Ka	o o o	x x x	x	x			o
P	ppm	Quant.-EC	P Ka	o o o	x x x	x	x			o
MnO	%	Quant.-EC	MnKa	o o o	x x x	x	x			o
MgO	%	Quant.-EC	MgKa	o o o	x x x	x	x			o

BG/Intensity Calculation

BG Correction

Main Peak:
Angle: 45.170
Meas. Time: 20.0

BG Point:

Angle (Other: Meas. Time)	Intensity
1: 47.000	前面记录的背景点位置
2:	
3:	
4:	
5:	

BG Calculation

BG Func: 1 B: 选择单点校正

Coeff: 1.0000

Intensity Calculation

Method: []

Calculation: []

Fitting: Angle Range[35.000 - 55.000]

Analyzed Peak:

Main Peak: 57.52 deg

1:	
2:	
3:	
4:	

Fitting Condition

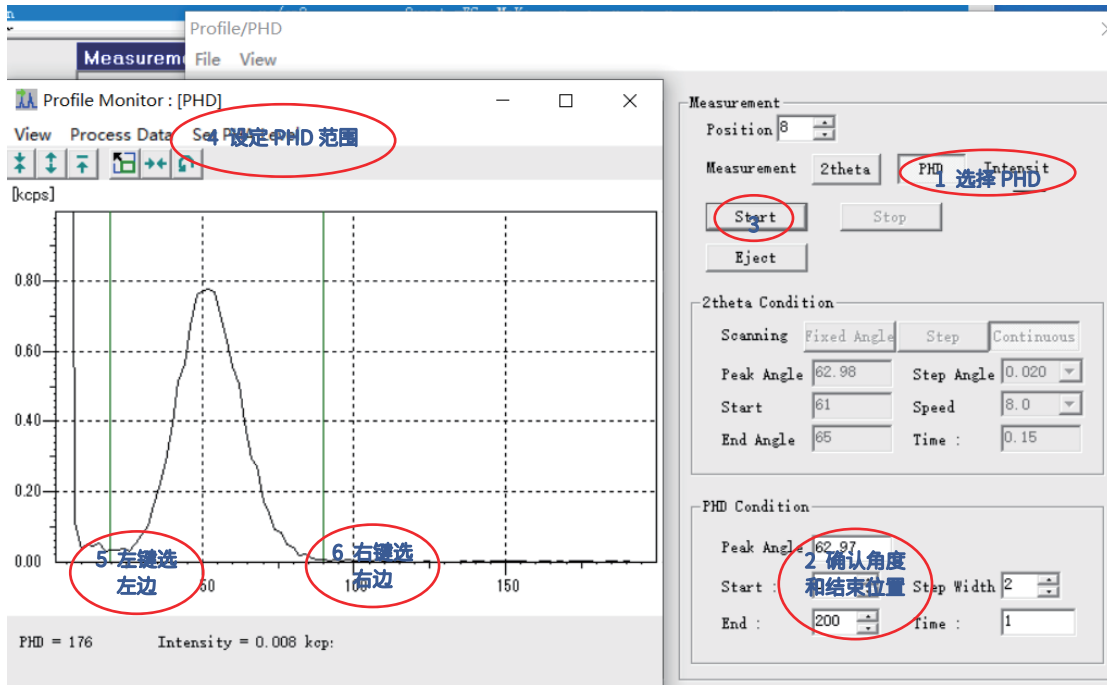
Func: []

Method: []

BG: []

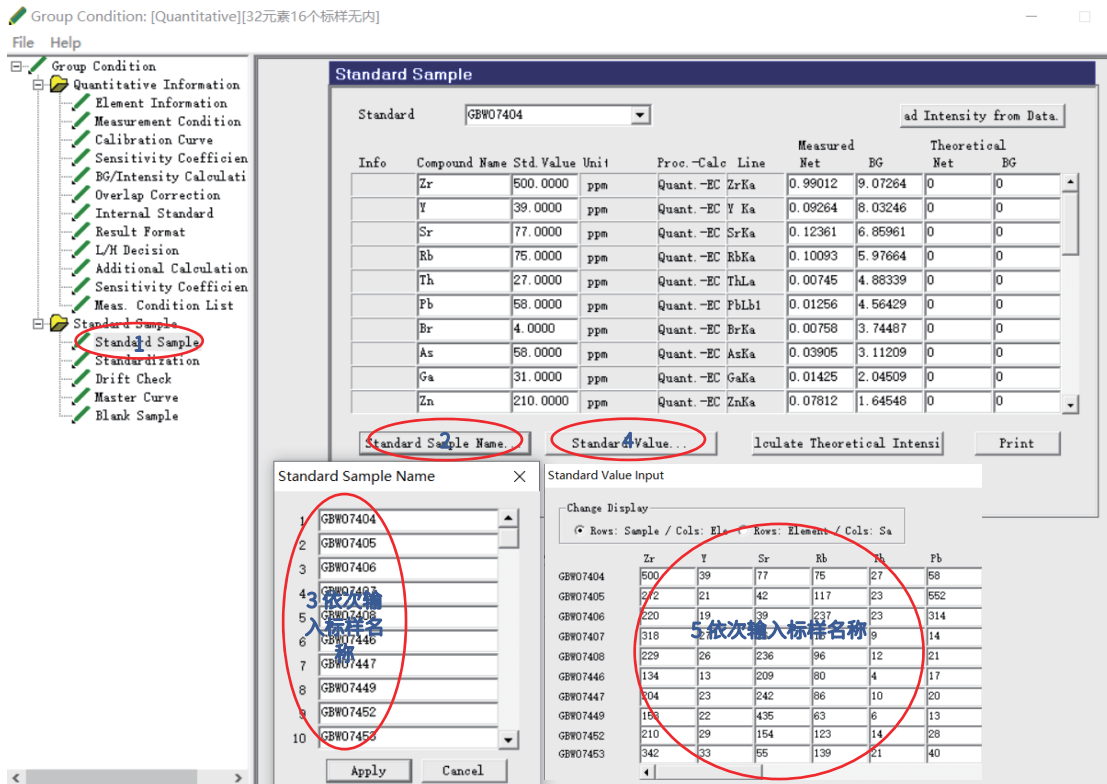
Prev Next

6.3.7 PHD 的确定



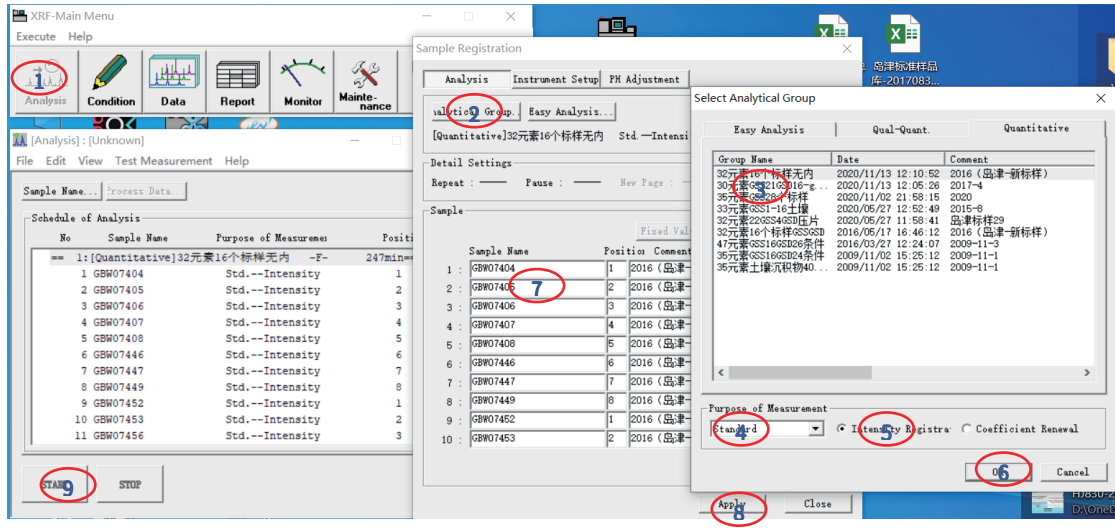
做完后退出样品：EJECT。依次做完每一个元素。

6.3.8 标准样品的设定及标样含量的输入：

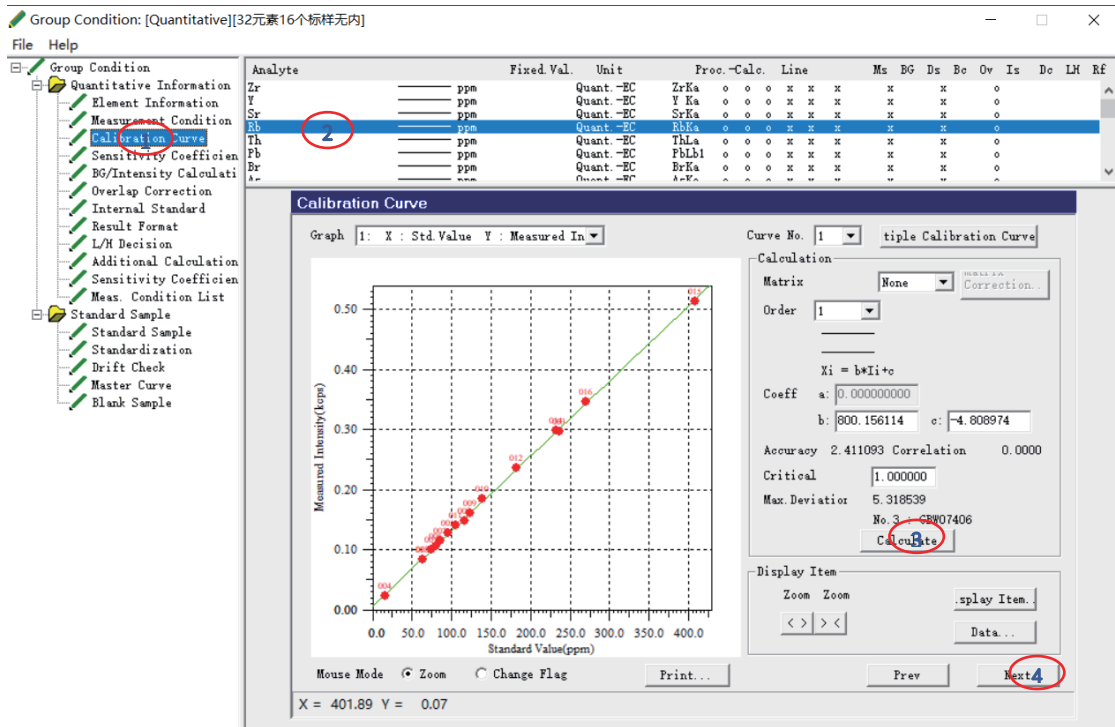


为了延长标样的使用寿命，请将标样放在干燥器里一个样放一个塑料自封袋（防止污染）。

6.3.9 测试标样：



6.3.10 绘制曲线

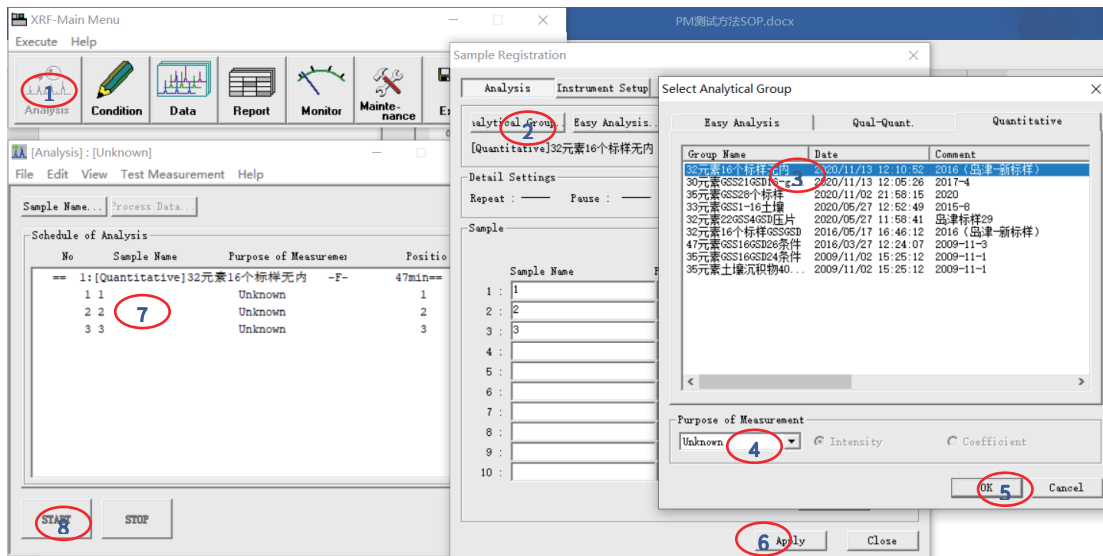


依次完成各元素的工作曲线制作。最后总检查，保存完整曲线。

及时将新建条件在非本机计算机上进行拷贝保存。

6.3.11 样品分析：

制备好的样品放入样品盒中，放置在相应位置上，待分析。按照以下步骤设置分析。



这样，一整套步骤：设定条件，建立曲线，未知样品含量分析整个流程完毕。

岛津应用云

