PM 大气颗粒物分析操作流程 SOP

参考标准

HJ 830-2017《环境空气 颗粒物中无机元素的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法》

适应范围

本方法适用于利用滤膜采集的环境空气和无组织排放颗粒物中的：Na、Mg、Al、Si、P、S、Cl、K、Ca、Sc、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、As、Se、Sr、Br、Cd、Ba、Pb、Sn、Sb 等 28 个元素的测定。也适用于经方法验证能够达到准确度和精密度要求的其他无机元素。

方法原理

X 射线管产生的初级 X 射线照射到平整、均匀的颗粒物样品表面时，被测元素发射出特征的荧光 X 射线，经晶体分光后，探测器在所选择特征波长相对应的 2θ 角处测得 X 射线荧光强度。采用薄样品分析技术，当颗粒物负载量在一定范围内时，X 射线荧光强度与被测元素含量（附着量）成正比。

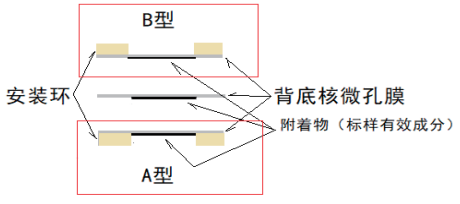
仪器及辅助设备

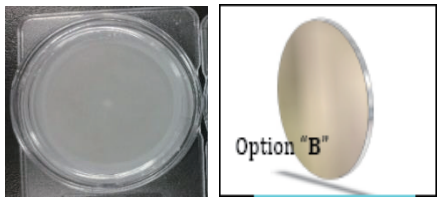
XRF-1800 波长色散 X 射线荧光光谱仪
环境采样器
可以确保有效直径的切刀

标准样品

滤膜标样现在主要由美国 MICROMATTER ™公司生产的单元素标样 ，国内有少量的单元素或几个元素的标样。也可以使用有准确定值的其他薄膜标准样品。

标样形状见图，尺寸应选有效直径大于 30 mm 的标准片，涂敷面分为正向和反向。岛津 X 射线仪器选择 B 型环（涂敷在外侧）。

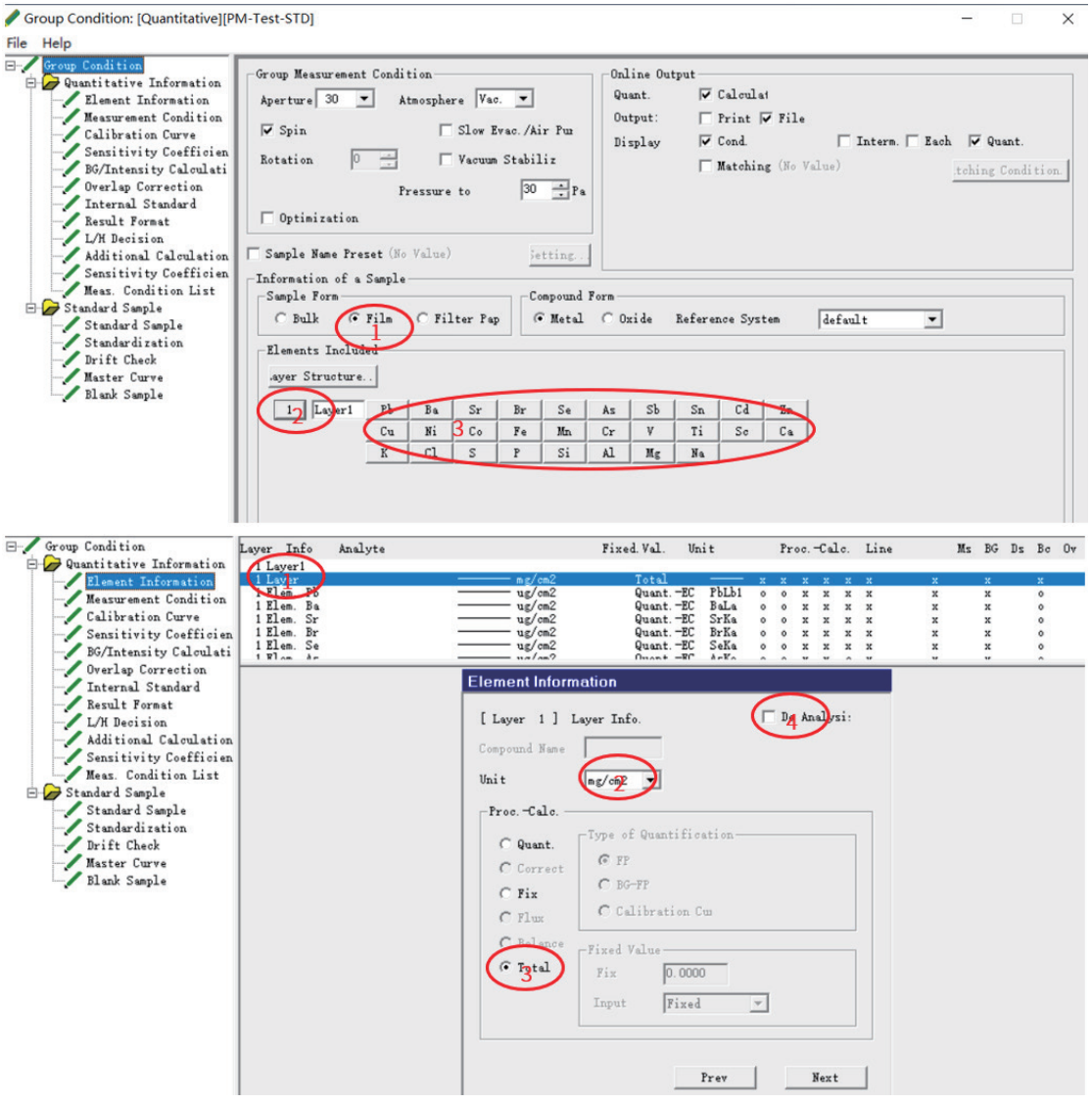




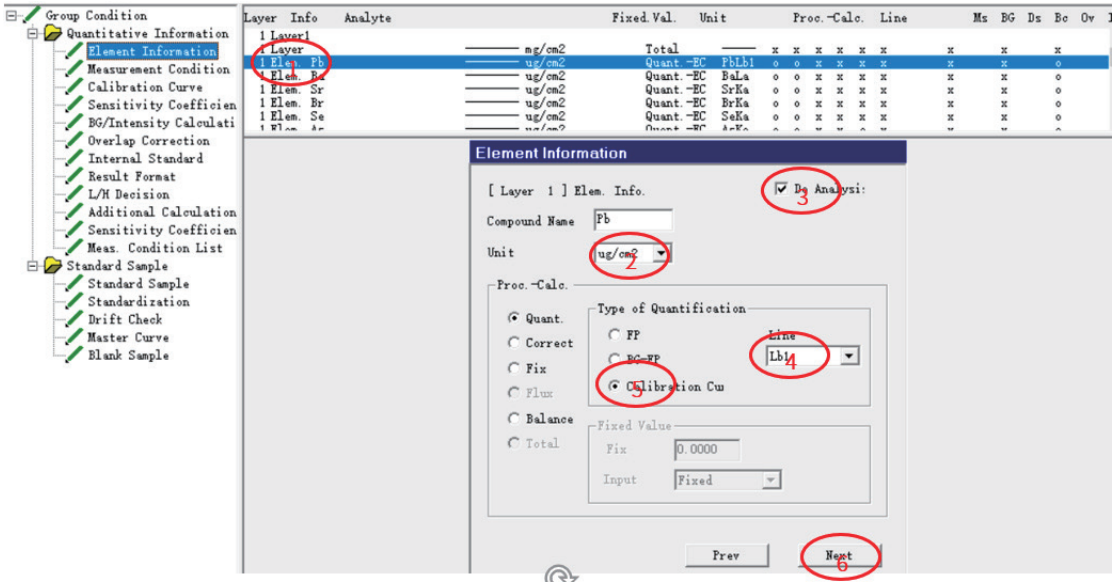
标准样品的附着量一般有：0.5 ~2 μg/cm^2 、3~8μg/cm^2 、15~25μg/cm^2 、40~60μg/cm^2 多个规格。按照工作曲线的基本要求，一般不少于 3 点（含空白点）。不建议选用高点。

方法的建立步骤

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 元素条件选择和设定



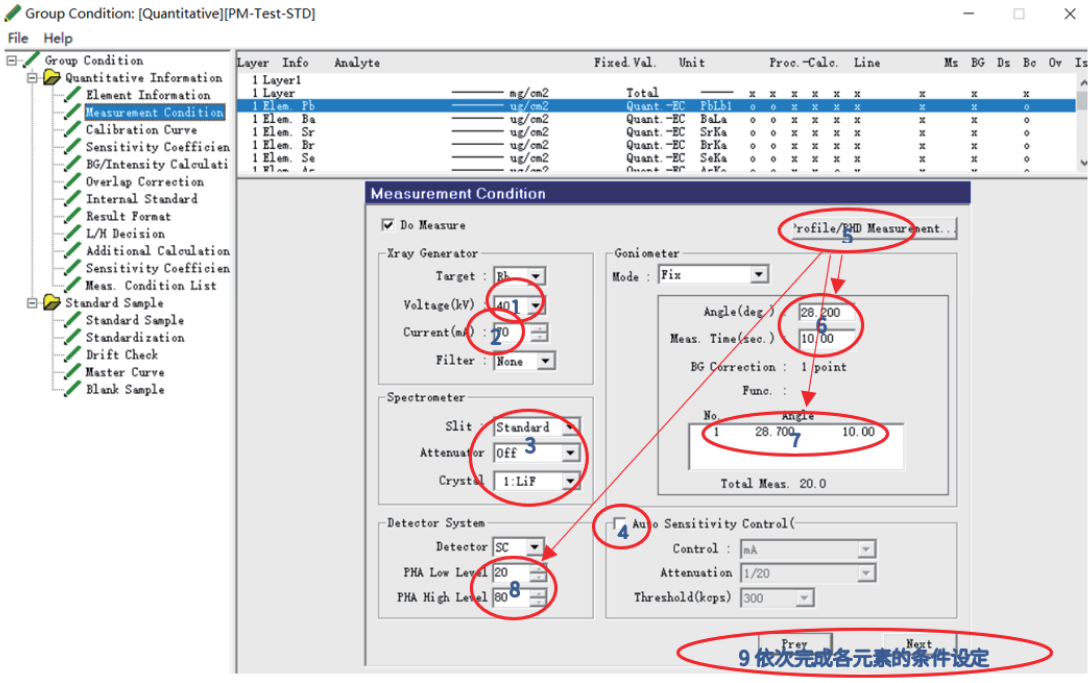
6.3.2 谱线的选择和确认



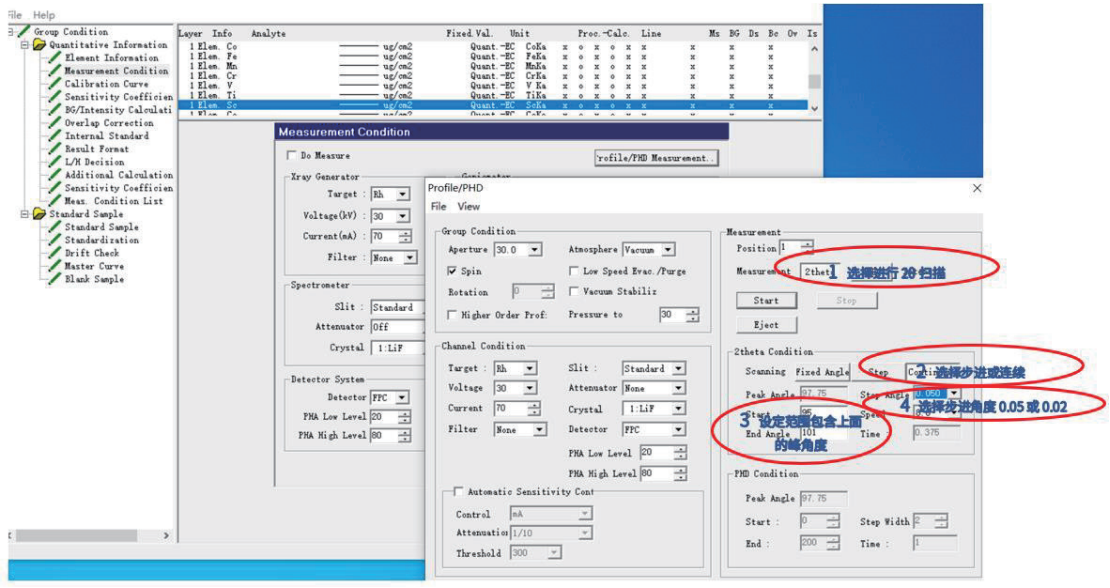
选择谱线请参考下表：个别元素非默认条件

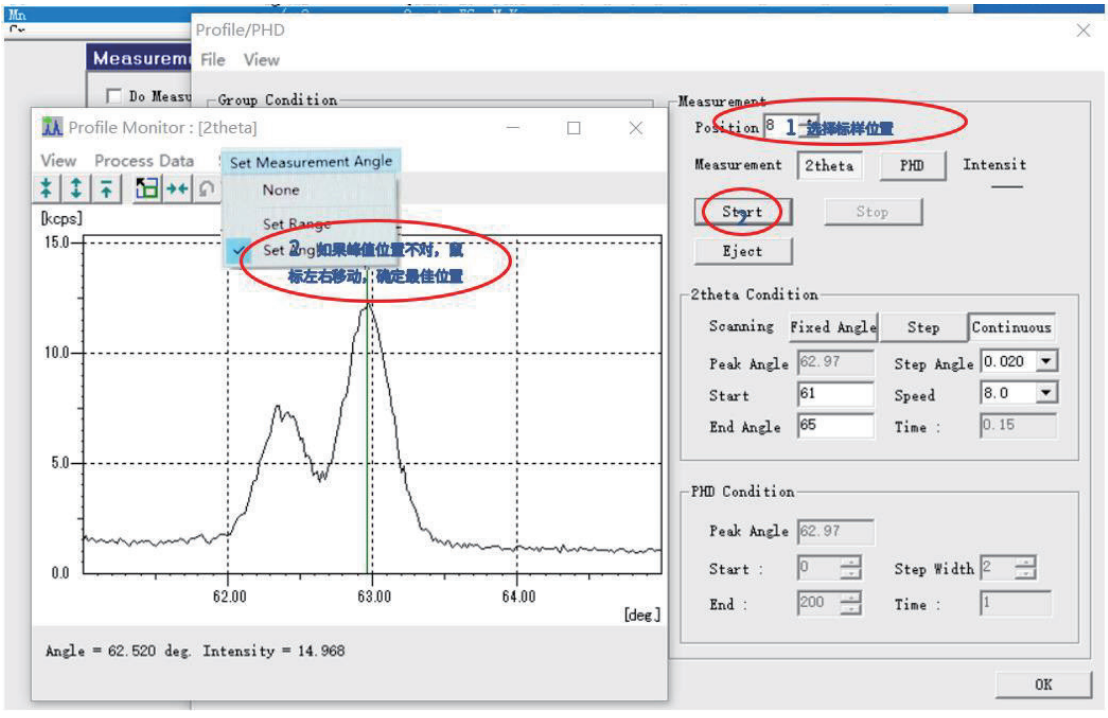
1 Elem.	Pb	———	Quant.-EC	PbLb1
1 Elem.	Ba	———	Quant.-EC	BaLa
1 Elem.	Sr	———	Quant.-EC	SrKa
1 Elem.	Br	———	Quant.-EC	BrKa
1 Elem.	Se	———	Quant.-EC	SeKa
1 Elem.	As	———	Quant.-EC	AsKa
1 Elem.	Sb	———	Quant.-EC	SbLb1
1 Elem.	Sn	———	Quant.-EC	SnLa
1 Elem.	Cd	———	Quant.-EC	CdLa
1 Elem.	Zn	———	Quant.-EC	ZnKa
1 Elem.	Cu	———	Quant.-EC	CuKa
1 Elem.	Ni	———	Quant.-EC	NiKa
1 Elem.	Co	———	Quant.-EC	CoKa
1 Elem.	Fe	———	Quant.-EC	FeKa
1 Elem.	Mn	———	Quant.-EC	MnKa
1 Elem.	Cr	———	Quant.-EC	CrKa
1 Elem.	V	———	Quant.-EC	V Ka
1 Elem.	Ti	———	Quant.-EC	TiKa
1 Elem.	Sc	———	Quant.-EC	ScKa
1 Elem.	Ca	———	Quant.-EC	CaKa
1 Elem.	K	———	Quant.-EC	K Ka
1 Elem.	Cl	———	Quant.-EC	ClKa
1 Elem.	S	———	Quant.-EC	S Ka
1 Elem.	P	———	Quant.-EC	P Ka
1 Elem.	Si	———	Quant.-EC	SiKa
1 Elem.	Al	———	Quant.-EC	AlKa
1 Elem.	Mg	———	Quant.-EC	MgKa
1 Elem.	Na	———	Quant.-EC	NaKa

6.4 测量条件——确认

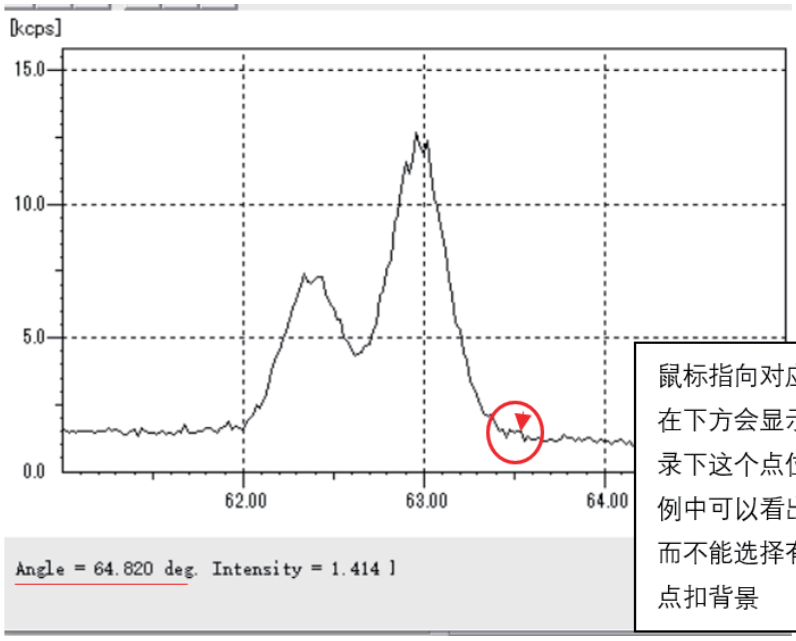


6.5 分析角度的确认


Measurement Condition
Profile/PHD
File View
Group Condition
Measurement
Position
Measurement 2theta
1 选择进行 2θ 扫描
Start
Stop
Eject
2theta Condition
Scanning Fixed Angle Step Continuous
2 选择步进或连续
Peak Angle 97.75
Step Angle 0.050
4 选择步进角度 0.05 或 0.02
Start 95
Speed 8.0
3 设定范围包含上面的峰角度
End Angle 101
Time 0.375
PHD Condition
Peak Angle 97.75
Start : 0
Step Width 2
End : 200
Time : 1

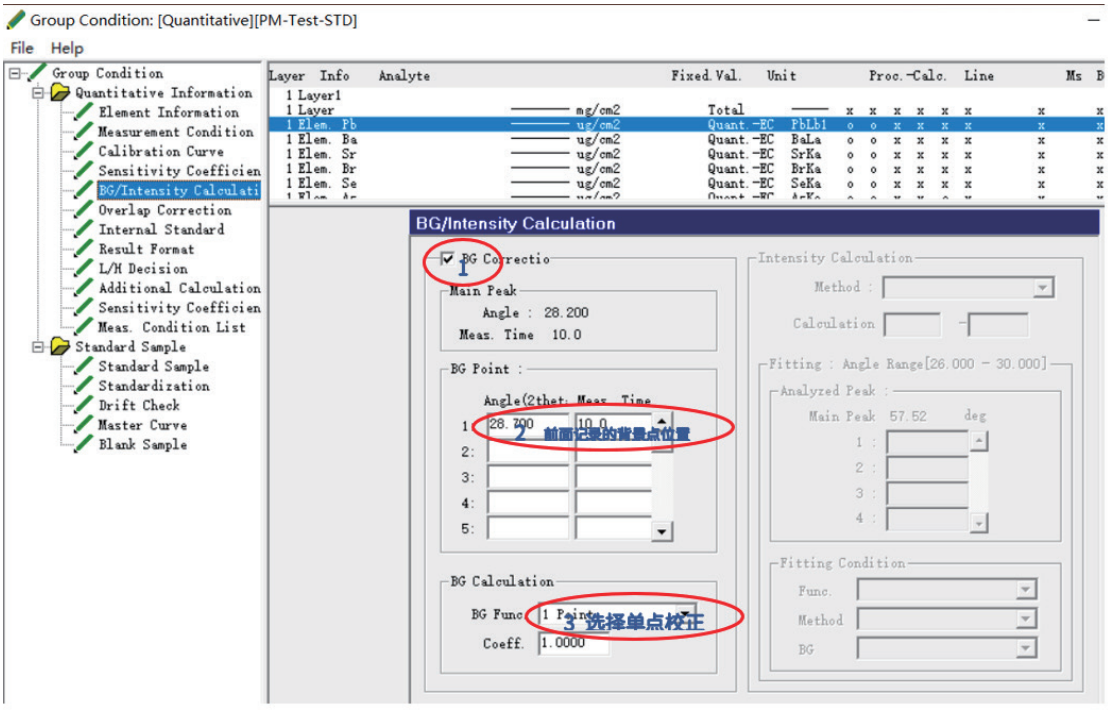

Profile/PHD
File View
Group Condition
Measurement
Profile Monitor : [2theta]
View Process Data
Set Measurement Angle
None
Set Range
Set Angle
2 如果峰值位置不对，鼠标左右移动，确定最佳位置
[kcps]
15.0
10.0
5.0
0.0
62.00
63.00
64.00
[deg.]
Angle = 62.520 deg. Intensity = 14.968
Position 8 1 选择标样位置
Measurement 2theta PHD Intensit
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

6.6 背景点的确认

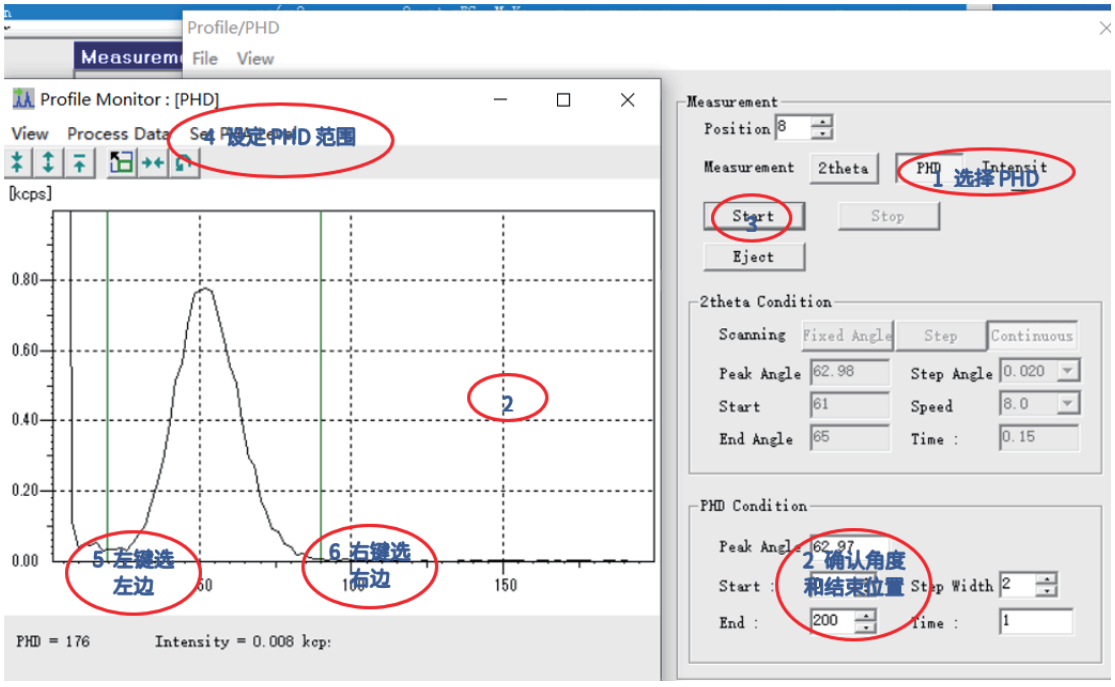


鼠标指向对应准备选取的背景点位置，在下方会显示背景点的角度和强度，记录下这个点位，后边要手动输入。在本例中可以看出，背景点只能选择右侧，而不能选择有重叠的左侧。常见选择一点扣背景

6.7 背景点设定：

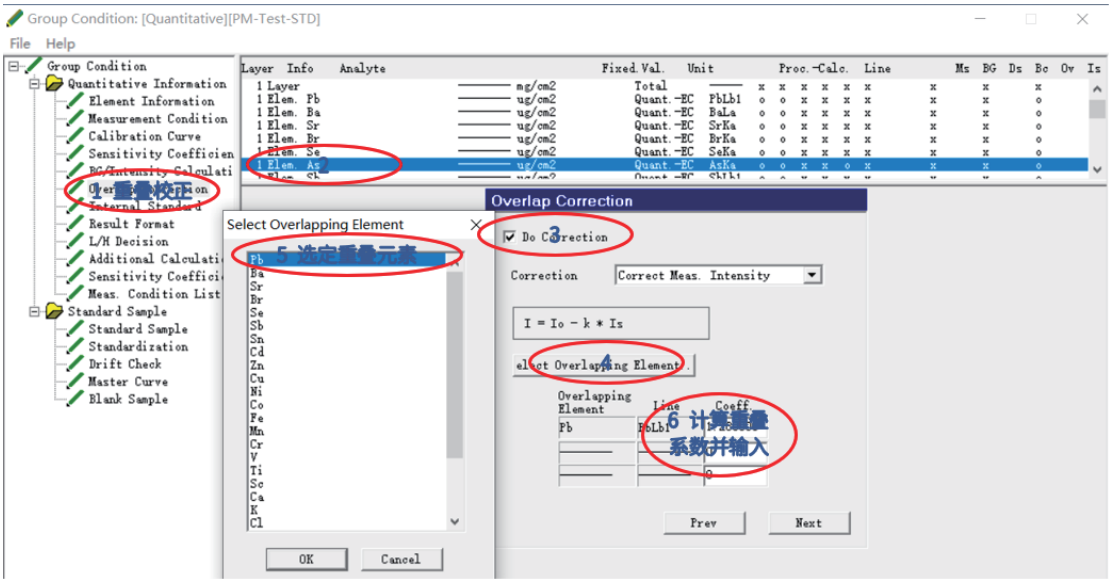


6.8 PHD 的确定



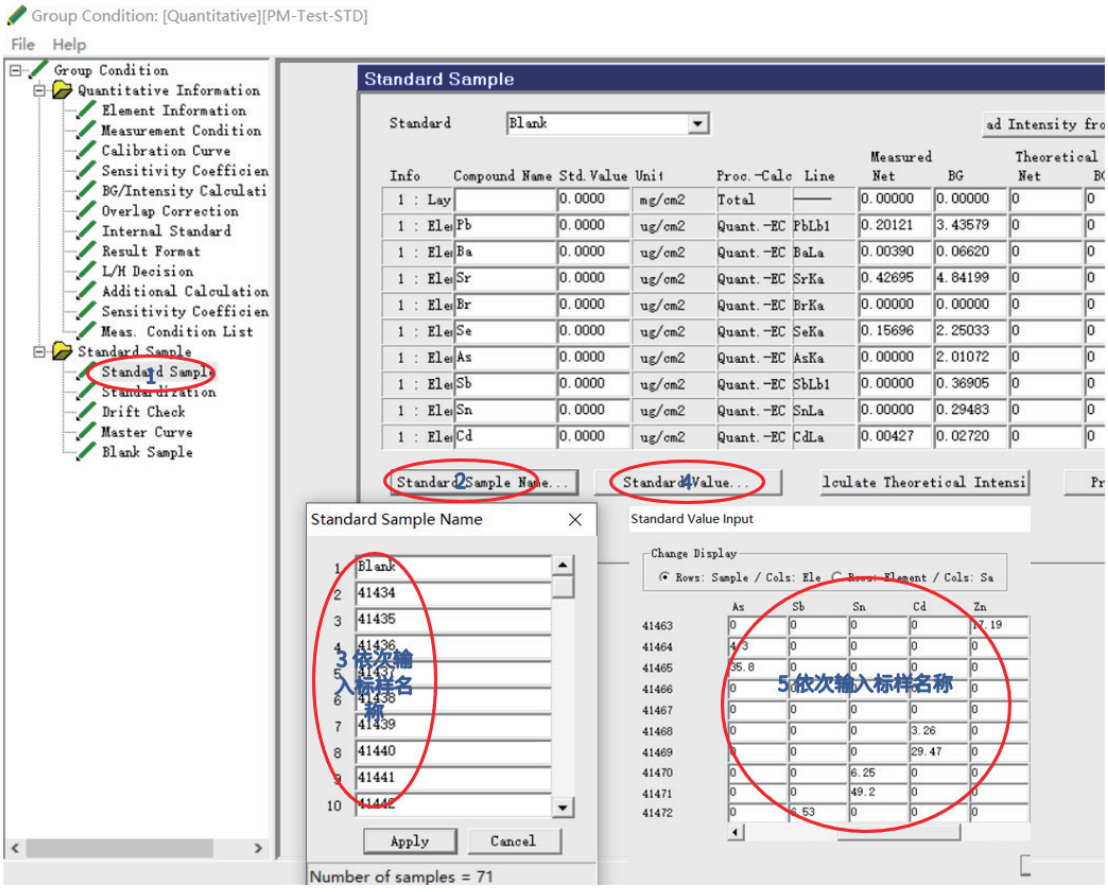
做完后退出样品：EJECT。依次做完每一个元素。

6.9 Pb 对 As 重叠校正的处理：



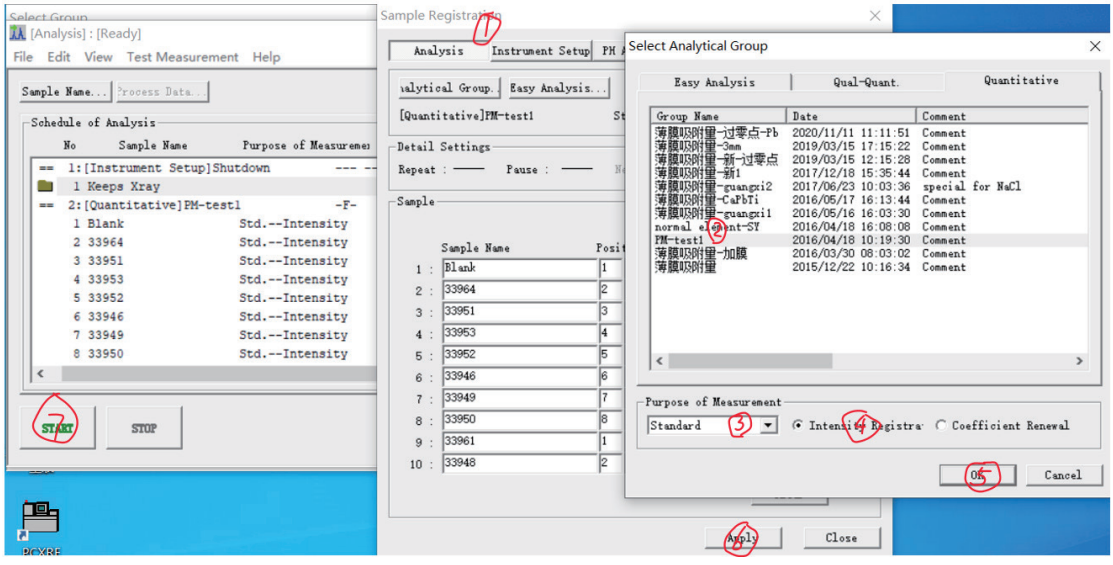
重叠校正系数算法参看标准。

6.10 标准样品的设定及标样含量的输入：

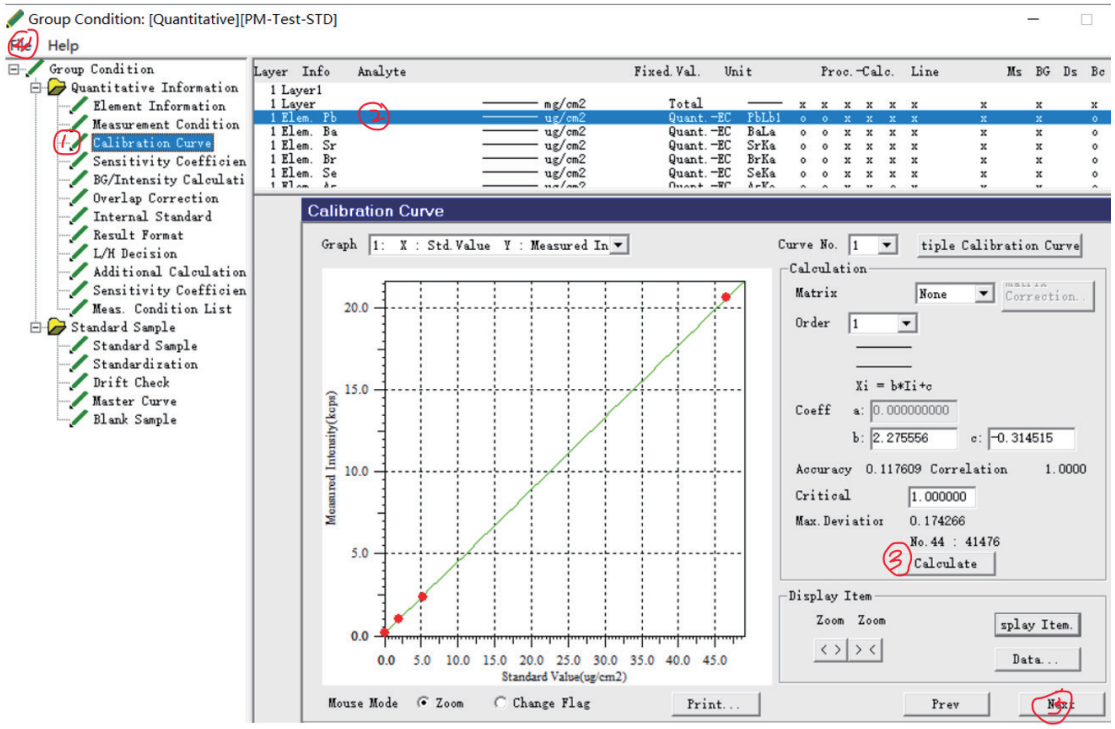


为了延长标样的使用时间，可以考虑每次分析仅仅选择相应元素和相应标样，这样可以大大缩短分析时间，全部完成后再组合到一起使用。注意标样空白和试样空白的不同，不能公用。

6.11 测试标样：



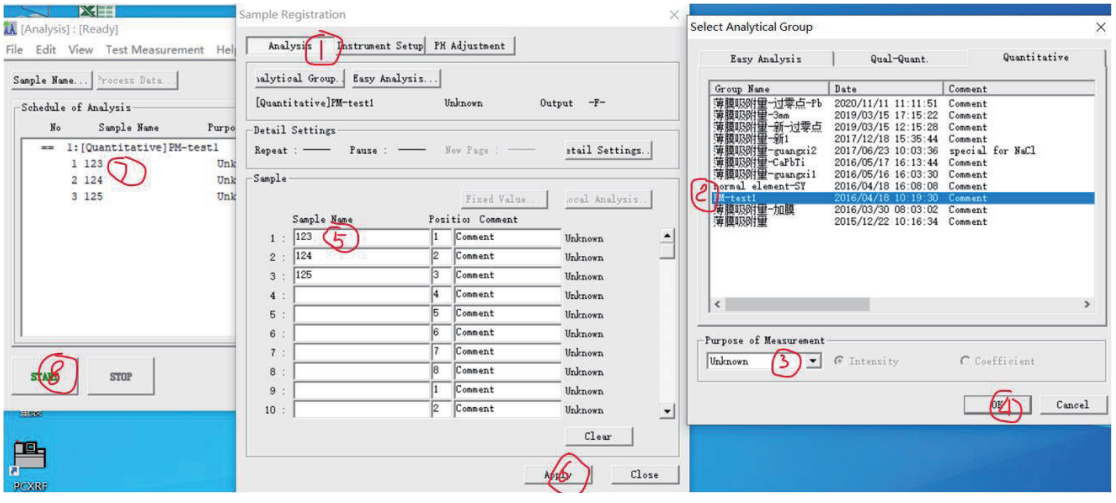
6.12 绘制曲线



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。及时将建好的分析条件备份到非本机妥善位置。

6.13 样品分析：注意每一批样品要带相同批次的空白。

制备好的样品放入样品盒中，放置在相应位置上。按以下步骤设定并分析。



质量控制

根据标准要求，定期不定期进行质控检查。确保分析结果的正常。

质控样可以选择含量合适的单元素标准滤膜、复合多元素滤膜。也可以考虑选择元素强度合适的均匀稳定的其它标物。以建立曲线时的测得值作为参考含量进行管控。质控范围参照标准，检查中误差超出范围应重新校准或重新建立校准曲线。

岛津企业管理(中国)有限公司 – 分析中心
Shimadzu (China) Co., LTD. – Analytical Applications Center
Email: sshzyan@shimadzu.com.cn Tel: 86(21)34193996 http://www.shimadzu.com.cn