



## S2 PICOFOX

Рентгенофлуоресцентный анализ с полным внешним отражением - быстрая пробоподготовка и минимальное время до получения результата!

### Введение

Точный химический анализ любого материала представляет собой длительную процедуру с определенным количеством операций, зависящих от типа пробы:

- Пробоотбор, фильтрация, измельчение, гомогенизация, химическая стабилизация
- Растворение и/или экстракция при помощи ядовитых химикатов, разбавление или обогащение, прессование в таблетки, сплавление
- Настройка и калибровка прибора
- Измерение, получение аналитических данных
- Обработка данных, создание отчета, экспорт и архивация результатов

Каждая операция повышает трудозатраты и расходы на материалы, вносит ошибку и опасность загрязнения пробы, а также требует специальной подготовки оператора и дополнительного обслуживания прибора.

### Упростите анализ с помощью РФА ПВО метода!

Рентгенофлуоресцентный анализ с полным внешним отражением (РФА ПВО) является универсальным аналитическим методом, предназначенным для многоэлементного анализа различных типов проб. Особенным преимуществом этого метода является достаточно простой способ пробоподготовки в основном без использования растворения, а кроме того работа с прибором без каких-либо расходных материалов и сменных деталей. Благодаря тому, что калибровка спектрометра делается один раз на заводе, обработка спектра и расчет содержаний является достаточно простой и быстрой процедурой.

В данном отчете описана процедура пробоподготовки различных типов проб для метода РФА ПВО с быстрым получением результатом.

## Зачем тратить время на пробоподготовку?

Метод РФА ПВО позволяет ограничить пробоподготовку всего несколькими шагами. Ниже описывается пробоподготовка наиболее распространенных типов проб.

Большинство проб можно измерять напрямую или после простого разбавления:

■ **Жидкости:**  
водопроводная вода, пресная вода, напитки, моча и другие биологические жидкости, а также органические растворители.

■ **Суспензии и жидкости с выраженной (со сложной) матрицей:**  
сточные воды, морская вода, цельная кровь, сыворотка крови, однородные ткани, красители.

Твердые вещества для количественного анализа готовятся в виде суспензии после некоторого измельчения. Длительного растворения и

использования ядовитых химикатов не требуется.

■ **Порошки, твердые пробы:**  
почва, отложения, таблетки, полимеры, продукты питания, смазочные материалы, катализаторы, осколки стекла, золы.

Прямое измерение частиц без пробоподготовки позволяет проводить нестандартный анализ относительного элементного состава пробы.

■ **Частицы:**  
Наночастицы, загрязнения, протеины, следы огнестрельных выстрелов.

Кроме того для анализа фильтров, тонких пленок, аэрозолей, кусочков кремниевых пластин и т.д. могут применяться дополнительные методики пробоподготовки.

### Суспензии

### Твердые пробы



■ Насыпать порошок в агатовую ступку или микромельницу



■ Измельчить или истереть (напр. в мельнице Retsch MM400)



■ Взвесить ~ 20..50 мг пробы, записать точный вес

- Прямой анализ жидкостей, суспензий или отдельных частиц
- Предварительно откалиброванный прибор - простой количественный анализ способом внутреннего стандарта
- Безопасный метод - без применения токсичных химикатов
- Низкая стоимость анализа - никаких дополнительных расходных материалов

## Жидкие пробы



- Пробирка с жидкой пробой



- Добавить внутренний стандарт



- Тщательно перемешать



- Нанести 5-20 мкл пробы пипеткой на прободержатель



- Колба с суспензией



- Разбавить пробу дистиллированной водой



- Добавить внутренний стандарт



- Тщательно перемешать



- Нанести 5-20 мкл пробы пипеткой на прободержатель



- Засыпать пробу в пробирку



- Добавить 1-2 мл растворителя



- Добавить внутренний стандарт



- Тщательно перемешать



- Нанести 5-20 мкл пробы пипеткой на прободержатель

## Отдельные частицы



- Нанести вакуумную смазку на прободержатель

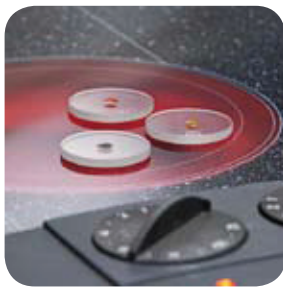


- Подцепить частицы (стеклянным) стержнем



- Нанести частицы на смазку

Высушивание  
10 мин

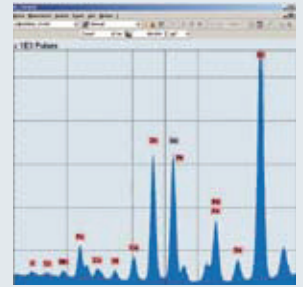


- Высушить пробы на печке или в вакуумном эксикаторе



Измерение  
5 - 15 мин

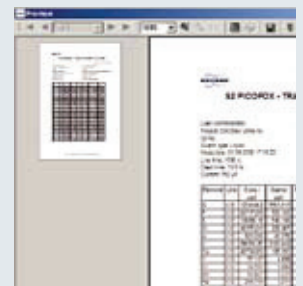
- Загрузить прободержатели в прибор



■ Спектр РФА ПВО

No	Element	Net	Conc. (µg/g)	LLD (µg/g)
1	Si	415518		
2	F	212972	80251.960	253.861
3	S	541046	112462.536	200.443
4	Cl	415241	43132.340	100.655
5	Al	17615		
6	Fe	3648337	572004.830	51.545
7	Ca	867918	39669.771	25.851
8	V	3207	54.303	10.016
9	Cu	3115	30.723	7.269
10	Mn	4509	31.518	6.223
11	Ni	25299	261.543	4.303
12	Co	7977	71.120	4.303
13	Ni	6752	44.969	3.175
14	Co	15170	115.433	2.754
15	Ga	103723	540.666	2.401
16	Ga	107049	500.000	2.179
17	Ga	25783		
18	As	12333	48.916	1.915
19	As	5559		
20	Se	16227	60.817	1.901

- Таблица с результатом количественного анализа



- Создание отчета или документа PDF

№	Элемент	Концентрация (µg/g)	Предел обнаружения (µg/g)
1	Si	415518	
2	F	212972	253.861
3	S	541046	200.443
4	Cl	415241	100.655
5	Al	17615	
6	Fe	3648337	51.545
7	Ca	867918	25.851
8	V	3207	10.016
9	Cu	3115	7.269
10	Mn	4509	6.223
11	Ni	25299	4.303
12	Co	7977	4.303
13	Ni	6752	3.175
14	Co	15170	2.754
15	Ga	103723	2.401
16	Ga	107049	2.179
17	Ga	25783	
18	As	12333	1.915
19	As	5559	
20	Se	16227	1.901

- Экспорт данных для архива, систем автоматизированного управления и т.д.

# Быстрое получение результата

Эффективный контроль качества на производстве требует по возможности наиболее быстрого проведения анализа - от отбора пробы до получения результата. Минимизация длительности анализа дает:

- Высокую производительность анализа
- Стабильность технологических процессов за счет немедленного получения результата
- Стабильное качество продукции

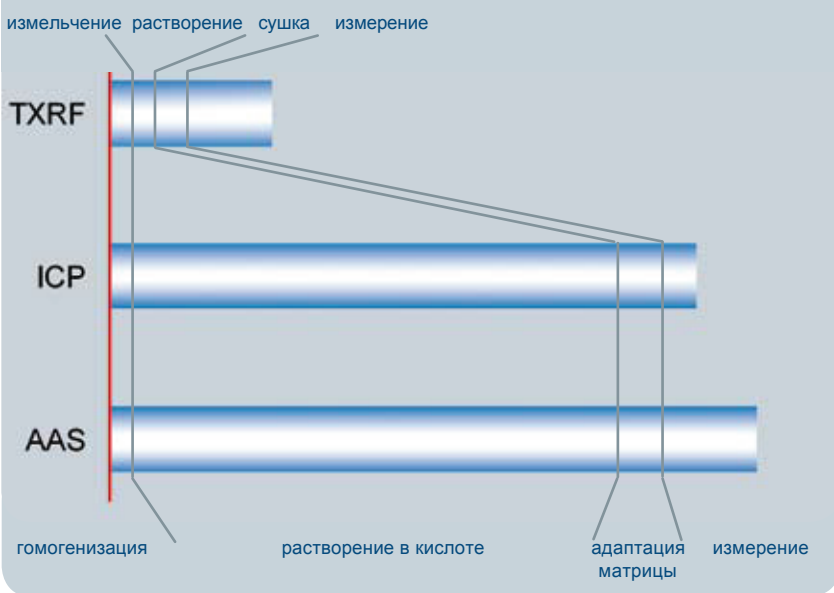
Процедура пробоподготовки для РФА ПВО анализа наиболее часто встречающихся проб были рассмотрены выше.

Сокращение некоторых этапов пробоподготовки существенно уменьшает длительность анализа как показано на диаграмме ниже

- Большинство проб не требуют растворения
- Прибор предварительно откалиброван, что позволяет сэкономить до 30% рабочего времени
- Простой и точный количественный анализ способом внутреннего стандарта - процедуры обучения и сертификации лаборатории сведены к минимуму.



Сравнение длительности анализа РФА ПВО с другими методами



# Расходные материалы

## Бездонная бочка

Работа с любым ААС или ICP спектрометром требует наличия специальных кювет и газа, стандартов для постоянной калибровки и охлаждения водой. Даже при средней производительности стоимость расходных материалов составляет до 25% от стоимости системы для ICP-OES и порядка 50% для ААС в год.

Для РФА ПВО анализа затраты существенно ниже. Недорогой одноэлементный стандарт используется для сотен измерений. Кварцевые прободержатели, обеспечивающие максимальную чувствительность, можно использовать для более чем 100 измерений. На иллюстрациях, представленных ниже, описывается процедура очистки прободержателей.

### Очистка прободержателей

- Удалить остаток пробы безворсовой салфеткой, пропитанной ацетоном.
- Поместить кварцевые диски в специальную кассету (включена в комплект поставки).
- Поместить кассету в 1л лабораторный стакан, наполненный 10% раствором азотной кислоты. Разогреть в течение 2 часов на лабораторной плитке.
- Промыть кассету дистиллированной водой.



- Поместить кассету в стакан с водой высокой очистки
- Нагреть стакан в микроволновой печи ~ 5 мин. при 800 Вт
- Высушить прободержатели на плитке (~20 мин. при 80 °С)
- Измерить очищенные диски в течение 180 с.
- Рекомендуется хранить очищенные прободержатели в чистом месте в отсутствие загрязнителей



## Авторы

Армин Грос, Хаген Стоснах,  
Bruker AXS Microanalysis GmbH, Берлин, Германия



117342, Москва  
ул. Обручева, д.34/63, стр.2  
Тел./факс: +7 (495) 781-07-85  
info@melytec.ru

192012, Санкт-Петербург  
пр. Обуховской обороны,  
д.120, лит.Б, офис 510  
Тел./факс: +7 (812) 380-84-85  
infospb@melytec.ru

620075, Екатеринбург,  
ул. Горького, д. 63, офис 715  
Тел./факс: +7 (343) 287-12-85  
infoural@melytec.ru

03067, Киев, бульвар Лепсе,  
д. 4, корпус № 1, офис 308  
Тел.: +38 (044) 454-05-90  
Факс: +38 (044) 454-05-95  
infoua@melytec.ru