



PRIJENOSNI XRF ANALIZATOR

Vladivoj VALKOVIĆ

Institut Ruđer Bošković, pp. 1016, 10001 Zagreb

UVOD

Fluorescencija X-zraka (XRF) se koristi kao moćna analitička metoda za mjerenje kemijskog sastava niza različitih uzoraka. Razvoj te metode omogućen je 1970tih godina primjenom Si(Li) detektora, koji su bili hlađeni tekućim dušikom. Ti su detektori (kao i tada razvijeni višekanalni analizatori i upotreba kompjutera) omogućili separaciju spektara karakterističnog x-zračenja susjednih elemenata. Time je XRF postala multielementalna analitička metoda, primjenljiva bez pripreme uzoraka na sve matrice u kojima su se elementi teži od Ca nalazili u koncentracijama veći od nekoliko ppm¹⁾. Korištenjem različitih metoda prekoncentracije XRF se je uspješno primjenjivala i na tekućine (naročito vodu) i za elemente čija je koncentracija bila reda veličine 10⁻³ ppm.

Razvoj tehnologije mikroprocesora i detektora omogućio je konstrukciju malih, prijenosnih, analizatora. Novi detektori zračenja, bez hlađenja tekućim dušikom, postižu energijsku rezoluciju od nekoliko stotina KeV, što je dovoljno za separaciju unaprijed određene grupe elemenata. Razvoj je pak mikroprocesora omogućio ugradnju "inteligencije" u takve detekcione sisteme, pa je nastala generacija prijenosnih XRF uređaja, koji uglavnom koriste radioaktivne izvore za pobudu karakterističnog x-zračenja elemenata u uzorku.

MATERIJAL I METODE

U ovom ćemo radu prikazati mogućnosti sistema koji je razvijen na MIT (prof. L.Grodzins), a kojega sada proizvodi kompanija NITON²⁾. Instrument se osniva na korištenju fluorescencije L i K x zraka. Uzorak se pobuđuje 10 mCi jakim izvorom ¹⁰⁹Cd (poluživot 15 mjeseci). Koristi se 16 bitni mikroprocesor 68HC16. Memorija ima kapacitet 3 MB za pohranjivanje podataka; moguće je pohraniti 1000 L i K spektara, te ostalih informacija koje služe za identifikaciju uzoraka kao što su datum, vrijeme, temperatura, opis lokacije i drugo. Detektor x-zračenja je PIN dioda hlađena pomoću Peltier metode, njegova energijska rezolucija je 700 eV za 12,6 keV liniju. Instrument sadrži analizator sa 4096 internih kanala od kojih je 1024 prikazano na LCD zajedno sa rezultatima analiza.

Instrument se napaja nikalj hidrid baterijom, koja traje 8 sati a koja se može ponovo napuniti za otprilike 3 sata. Veličina instrumenta skupa s baterijom je 21x7x5 cm, a težina nešto više od 1 kg. Instrument se može nositi, slati ili transportirati bez ikakve vanjske oznake kao običan paket. Instrument se može koristiti za detekciju karakterističnog X-zračenja, odnosno za mjerenje koncentracije slijedećih elemenata: Pb, U, Th, Hg, As, Cr, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Rb, Sr, Zr i Zn u uzorcima tla, mulja i sličnog (debeli uzorci), ili pak uzorcima nanešenim na filter papir (tanki uzorci). Instrument je potvrđen od US EPA u proceduri takozvanog "Environmental Technology Verification" programa.

RASPRAVA

Instrument, model NITON 702, se može koristiti za mjerenje koncentracije niza elemenata u tlu. Prikazat ćemo minimalne koncentracije (granice detekcije) za dva ekstremno različita tla, odnosno dvije različite matrice. Jednoj od matrica je osnova SiO₂ i predstavlja slučaj gdje se mogu dobiti optimalne osjetljivosti. Druga je matrica ustvari NIST 2709 SRM, kod nje je puno teže kvantificirati koncentracije metala. U oba slučaja granica detekcije je dana na 3-sigma razini od 99.7%.

Tablica 1

Granice detekcije elemenata u tlu

Element	Granica detekcije SiO₂ matrica (ppm)	Granica detekcije NIST 2709 (ppm)
Mo	20	25
Zr	20	35
Sr	25	60
Rb	30	70
Pb	45	80
As	220	275
Zn	90	130
Cu	150	230
Ni	285	630
Co	390	1.500
Fe	840	1.000
Mn	1.000	4.600
Cr	1.400	5.400
Hg	45	80
U	50	80
Ba	700	700

Instrument NITON 702 je korišten za realizaciju projekta "Procjena stanja okoliša na otoku Krku", kojega realizira firma Analysis & Control Technologies iz Zagreba. Rezultati mjerenja se još obrađuju a konačni rezultat će biti detaljna geokemijska karta otoka Krka.

NITON 700 se može koristiti i za *in situ* određivanje koncentracije urana, torija i tehnecija. Tako je instrument korišten za određivanje koncentracije ^{238}U u betonu (granica detekcije 6 mikrograma/cm² za mjerenje od jedne minute), površinske koncentracije ^{99}Tc (granica detekcije 0.06 mikroCi/cm², ili 3,4 mikrograma/cm²), te kontaminacije tla uranom.³⁾

ZAKLJUČAK

Prijenosni XRF analizator se pokazao jako korisnim u realizaciji terenskih radova. Instrument automatski korigira međuelementalne interferencije; međutim postoje poteškoće kod detekcije susjednih elemenata prisutnih u jako različitim koncentracijama (više od 4 do 5 redova veličine). Absolutne vrijednosti koncentracija se određuju normiranjem na Comptonovo raspršenje, koje se može primjeniti u području 0-10.000 ppm (1%).

POPIS LITERATURE

1. V.Valković: Spektroskopija karakterističnih x-zraka, Školska knjiga, Zagreb, 1980.
2. NITON, P.O.Box 368, 74 Loomis Street, Bedford, MA 01730. FAX: 617-275-1917. E-mail: niton@aol.com
3. D.W.Sackett, Evaluation of a Field-Portable X-Ray Fluorescence Analyzer for Department of Energy Applications, Niton Report, July 1, 1996.

PORTABLE XRF ANALYZER

Vladivoj VALKOVIĆ

Institute Ruđer Bošković, POB 1016, 10001 Zagreb, Croatia

X-ray fluorescence has been used for many years as a powerful analytical tool. Recent developments in microprocessor and detector technologies have revolutionized the field of portable x-ray fluorescence analyzers.

In the report NITON 700 series multielement XRF spectrum analyzers is introduced. The instrument is equipped with safe, economical Cadmium-109 (10 mCi) source, two 8-hour nickel metal hydride battery packs and number of sample preparation accessories. It may be carried, shipped and transported without exterior labeling, as an ordinary package.

It can be used for:

Rapid, on-site analysis of thin media such as filters, wipes and paint films.

Rapid, on site analysis of thick samples such as soils, paint chips, sludges and oils,

or other liquids.

Rapid, on site analysis of near surface contamination such as lead paint.

In addition Windows-compatible software (stores, downloads and prints 1.000 readings with detailed spectra) is available.

List of elements which could be analyzed in various matrices include:

Mo, Zr, Sr, Rb, Pb, As, Zn, Cu, Ni, Co, Fe, Mn, Cr, Ba

Hg (if requested)

Au (instead of Hg or Pb)

Th/U (instead of Mo)

Se (instead of As)

The instrument has performed well in EPA Environmental Technology Verification Program.

Application of the instrument to the measurements of trace elements concentrations in soils within the frame work of the project "Evaluation of the State of Environment on the Island Krk" is presented.