

EDXRF 和 AAS 分析 PM 铁含量分析方法误差探究

魏钠

(万华化学(宁波)有限公司, 浙江省 宁波市 315812)

摘要: 原子吸收光谱法分析 PM 及 CM 中铁含量, 分析过程复杂, 耗时长、接触有毒有害化学品种类多、费用较高、且用到的乙炔气危险系数较高等问题、不能满足工艺调整的及时性。基于 X 射线荧光光谱仪 (EDXRF) 根据辐射能量强弱来定量, 建立标准曲线, 采用 X 射线荧光法测定 PM 及 CM 中铁, 具有分析速度快、无需前处理、不使用化学试剂的优点。在铁份含量分析过程中存在可能的误差, 本文将从仪器问题、人员操作、试剂、方法参数等角度做阐述。

关键词: EDXRF; 原子吸收; 铁份; 误差

0 背景

我们分析的 PM 中铁份含量对客户的应用有一定的影响, 因此铁份是 PM 产品的重要指标。原来 PM 铁份使用原子吸收进行分析, 为适应生产效率的提升, 2020 年开发 X 射线荧光法 (EDXRF) 测定 PM 及 CM 中铁。X 射线荧光法 (EDXRF) 分析速度快, 准确度高, 样品基本不需要前处理。在方便工作提高效率的同时, 我们也需要进行对 X 射线荧光法 (EDXRF) 可能引入的误差进行分析, 以及对 X 射线荧光法 (EDXRF) 误差较大或不适用时启用原子吸收进行分析。在使用原子吸收时, 原子吸收经常因为一些原因造成数据的大幅度波动。为了 PM 铁份分析能够快速高效准确, 现对 X 射线荧光法和原子吸收法对铁份分析可能带入的误差进行相关的研究。

1 X 射线荧光法 (EDXRF) 和原子吸收法 (AAS) 原理介绍

1.1 X 射线荧光法 (EDXRF) 原理介绍

X 射线荧光光谱是一种既快速, 又简便(不需作样品前处理)的测试手段, 这种方法的特点是对样品作一步式组份分析而不需破坏样品。X 射线是一种高能量的电磁波, 波长范围 0.01nm-10nm。通过 X 射线光源辐射样品, 样品中存在的元素受激发后, 内层电子发生逃逸, 来自光管或同位素元素入射光子填补内层电子时, 多余的能量发射出特征辐射 (荧光)

如图 1。这些元素的荧光 X 射线辐射称为特征辐射和特征辐射波长。不同元素都有自己的特征辐射波长和能量，可以用特定波长或特征辐射能量来定性，同时可以用特征辐射能量的强弱来进行定量分析。

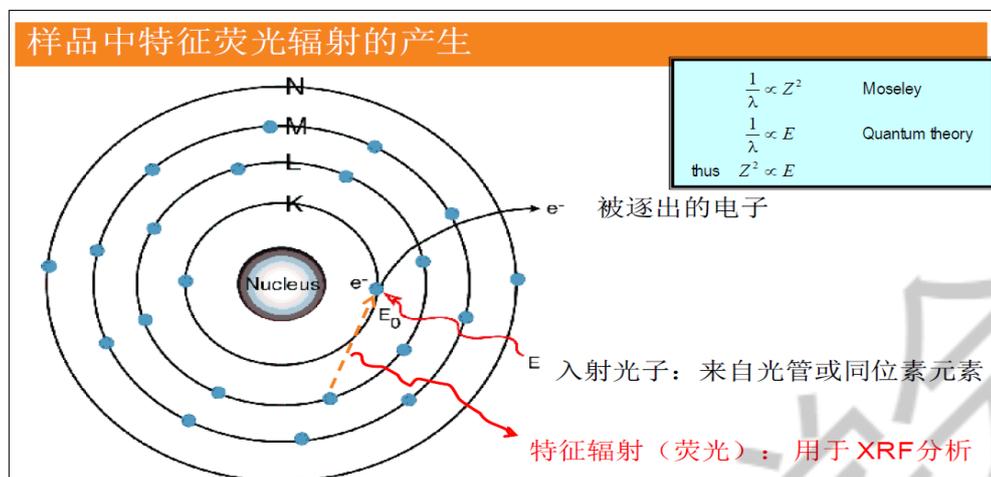


图 1 荧光辐射的产生

X 射线荧光分析技术的测量过程如下：选择标准浓度的样品或标准，接着对标准样品用原吸法测得目标元素含量，然后在 X 射线荧光仪上进行辐照样品。根据强度及浓度的关系回归计算建立校正模型 ($Y=KX+b$) 并建立标准曲线，最后采集未知样品的光谱数据之后可以根据待测样品的强度，计算出样品中元素的组分含量。

1.2 原子吸收法 (AAS) 原理介绍

元素在原子化后，成为基态原子蒸汽，对空心阴极灯发射的特征辐射进行选择吸收。在一定浓度范围内，其吸收强度与试液中被测元素的含量成正比。其定量关系适用郎伯-比耳定律。

2 X 射线荧光法 (EDXRF) 检测 PM 中铁介绍以及风险控制

2.1 X 射线荧光法 (EDXRF) 检测 PM 中铁介绍

摇匀 PM 样品，移取 10 毫升样品于提前制作的液体杯中，再通过 X 射线荧光分析仪测量，之后根据前期制作的曲线计算 PM 样品中的铁。如图 2 为样品扫描后的谱图，图 3 为前期制作的曲线。操作简单，得出数据快。