

Úvod do analýzy pXRF

Základní charakteristika práce s přenosným XRF spektrometrem

Co to je XRF ?

- spektroskopická metoda analytické chemie
- metoda z řad elektromagnetické spektroskopie
- nedestruktivní metoda
- využití RTG záření
- založená na stimulaci vnitřních elektronů v atomu prvku



RTG fluorescenční spektrometrie - rozdělení

- nejrozšířenější metoda spektrometrie subvalenčních e-.
- dva zásadně odlišné přístupy k analýze (dva typy spektrometru):
- **vlnově disperzní** – monochromatizace probíhá v monochromátoru na základě určení λ fotonu
- **energievě disperzní** – monochromatizace probíhá v detektoru na základě určení E fotonu.



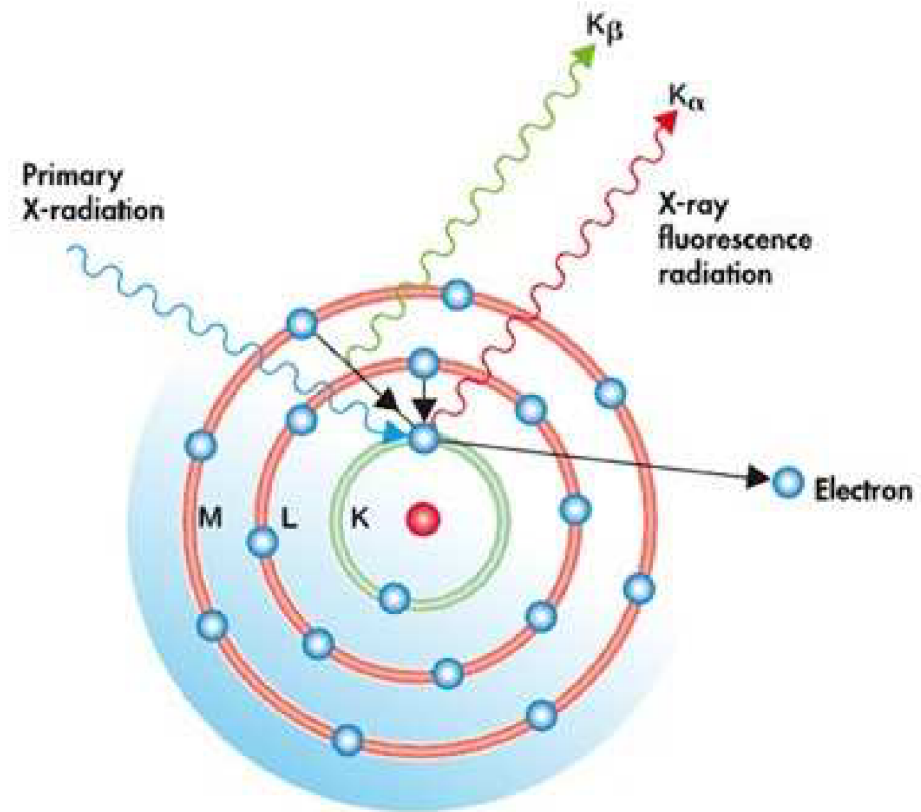
vlnově disperzní XRF



energievě disperzní XRF

Princip

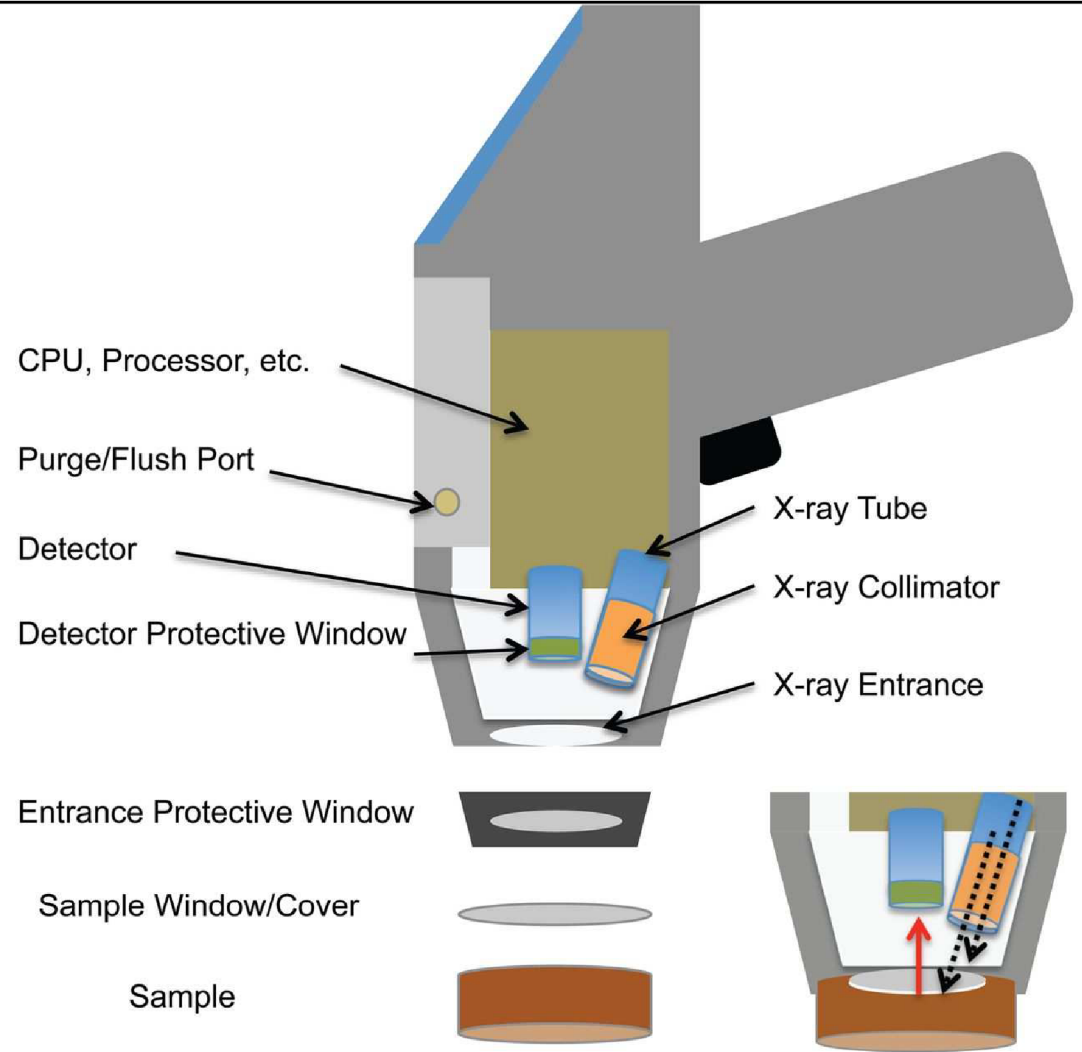
- Metoda využívá interakce částic nebo záření o vysoké energii s atomy vzorku. Důsledkem této interakce je vysokoenergetická ionizace atomu, při níž je vyražen elektron na některé z vnitřních hladin atomu.
- vakance po vyraženém elektronu je zaplněna elektronem z vyšší energetické hladiny
- uvolněná energie je emitována ve formě fotonu nebo Augerova elektronu



Popis pXRF



Delta Innov-X Systems



Příprava vzorku k analýze

- zbavit vzorek nežádoucího materiálu (stavební materiál, sklo, biologický materiál)
- sušit vzorek při laboratorní teplotě (25–30°C)
- vzorek rozdrtit (pokud je potřeba)
- vzorek pomlít na velmi jemnou frakci (v rotačním mlýnu)
- **pozor na křížovou a fatální kontaminaci !!!**



Delta Innov-X Systems

Nežádoucí interference – problémy v analýze

- **Vliv fyzikálního stavu látky** – skupenství, velikost částic, ... ⇒ obvykle lze odstranit vhodně volenou technikou úpravy vzorku.
- **Vliv chemického složení:** přítomnost dalšího prvku ve vzorku může ovlivnit intenzitu záření analyzovaného prvku – absorpčně- přibuzovací efekty, pod které zahrnujeme:
 - **Primární absorpci** = absorpci budícího záření prvkem matrice.
 - **Sekundární absorpci** = absorpci měřeného sekundárního záření prvkem matrice.
 - **Přibuzování** = buzení analyzovaného prvku zářením prvku matrice.

Hodnocení kontaminace sedimentů

EF	Enrichment factor (EF) categories
EF < 2	deficiency to minimal enrichment
EF 2<5	moderate enrichment
EF 5<20	significant enrichment
EF 20<40	very high enrichment
EF >40	extremely high enrichment

Salah et. al. (2012)

$$EF = \frac{\left(C_{\text{surface}}^i / C_{\text{Mn}} \right)_{\text{sample}}}{C_{\text{background}}^i / C_{\text{background}}^{\text{Mn}}},$$

Wedepohl 1995 – referenční hodnoty pro jednotlivé horniny a svrchní část zemské kůry

Doporučení pro budoucí geochemiky – příbuzné obory

- **moderní geologie je o chemii, fyzice, biologii (organická chemie a mikrobiologie), analytika !!!!!**
- doporučené předměty **pro zvládnutí** BP, DP a disertace čí v praxi
- **C9055** Analýza geologických materiálů rentgenfluorescenční spektrometrií
- **C9067** Stopová prvková analýza geologických materiálů ICP-MS I
 - **C9069** *Laboratorní cvičení s ICP-QMS a LA-ICP-QMS - cvičení*
- **C9051** Stopová prvková analýza geologických materiálů ICP-MS II
 - **C9059** *ICP-MS a LA-ICP-MS v analýze geologických materiálů*
- **C9053** Stanovení obsahů prvků v geologických materiálech ICP-OES
 - **C9054** *Analýza geologických vzorků pomocí ICP-OES - cvičení*
- **GE231** Environmentální a geologické vzorkování
- **G8601** RTG difraktometrie

M U N I
S C I

**Děkuji za
pozornost !!!**

„Ničeho na světě se není třeba bát, je
jen třeba všemu porozumět.“

Marie Curie-Skłodovská

