



## SPEKTROMETRIA TXRF JAKO CZUŁA I DOKŁADNA METODA OZNACZANIA PIERWIASTKÓW

**Michał Kuźdzał**

*Labsoft Sp. z o.o., ul. Puławska 469, 02-844 Warszawa  
e-mail: [michal.kuzdzal@labsoft.pl](mailto:michal.kuzdzal@labsoft.pl)*

W 1971 roku dwaj Japończycy, Yoneda i Horiuchi, po raz pierwszy wykorzystali geometrię całkowitego wewnętrznego odbicia w technice fluorescencji rentgenowskiej (XRF), co pozwoliło na znaczną poprawę czułości i umożliwiło badanie próbek o małych objętościach (mikrolitry). Preparatyka próbek do badań z użyciem spektrometrii fluorescencji rentgenowskiej całkowitego odbicia TXRF jest łatwa – próbkę w postaci ciekłej lub zawiesiny nanosi się na płaski nośnik (dysk) tak, aby tworzyła na nim bardzo cienką warstwę o grubości mniej niż 50  $\mu\text{m}$ . Przyjmuje się, że optymalna objętość próbki to ok. 5-20  $\mu\text{l}$ .

Analizę ilościową wykonuje się z użyciem wzorca wewnętrznego dodawanego w znanym stężeniu do każdej próbki. Aby zagwarantować rzetelność i dokładność wyników, warto uwzględnić wstępną analizę jakościową w celu oszacowania zawartości pierwiastków interferujących oraz wyboru wzorca wewnętrznego i jego stężenia (np. roztwory takich pierwiastków jak Ga, Ir, V). Natomiast w przypadku zawiesin, wcześniejszą kontrolę uziarnienia próbki (sugeruje się, aby wielkość cząstek w zawieszynie była nie większa niż 50  $\mu\text{m}$ ).

Spektrometr TXRF – S4 T-STAR firmy Bruker charakteryzuje się łatwością obsługi, szybkością działania, niskimi kosztami eksploatacji i pozwala na wykonanie analiz wielopierwiastkowych. Może on śmiało konkurować ze spektrometrami np. ICP-OES, nie wymagając przy tym mineralizacji próbki i stosowania dodatkowych gazów. Urządzenie umożliwia analizę pierwiastków od Na do U. Wyróżnikiem S4 T-STAR jest możliwość zamontowania dwóch lamp rentgenowskich, co pozwala wykonać analizy z bardzo dobrą czułością rzędu  $\mu\text{g/l}$  (ppb).

Technika całkowitego odbicia XRF znajduje szerokie zastosowanie w analizie chemicznej (próbki środowiskowe i biologiczne, żywność), laboratoriach kontroli jakości, w przemyśle petrochemicznym, i farmaceutycznym, liniach badawczych w synchrotronach, przy konserwacji zabytków i w kryminalistyce. TXRF umożliwia wysoką czułość przy łatwej preparatyce próbek i niskich kosztach eksploatacji, co może znaleźć szerokie zastosowanie w rutynowych oznaczeniach pierwiastków oraz spotkać się z zainteresowaniem świata nauki i przemysłu.

Zastosowanie spektroskopii mikro fluorescencji rentgenowskiej ( $\mu\text{XRF}$ ) daje możliwość nie tylko analizy jakościowej, ale również mapowania składu pierwiastkowego na powierzchni próbki w zakresie nawet do 200 x 160 mm, bez specjalnego przygotowywania. Duża komora pozwala na swobodę doboru próbki

M4 TORNADO to spektrometr  $\mu\text{XRF}$  przystosowany do analizy zróżnicowanych próbek, szczególnie niehomogenicznych, o nieregularnych kształtach, z porowatą powierzchnią. Urządzenie może również mierzyć zawartość pierwiastków od Na do U, a nawet od C w próżni.