

Аналіз руд і концентратів на спектрометрі ElvaX ProSpector

Вступ

ElvaX ProSpector — це швидкий, точний і простий у використанні інструмент для екологічного моніторингу. За допомогою приладу можна проводити польовий аналіз ґрунтів на вміст у них забруднюючих речовин відповідно до вимог стандарту EPA 6200. Спектрометр визначає понад 30 різних шкідливих елементів, включаючи свинець, ртуть, бром, хром, сурму та інші.

Застосування

ElvaX ProSpector використовується для вирішення таких екологічних завдань:

- Аналіз ґрунтів і відкладень. Можливий як польовий, так і лабораторний аналіз шкідливих металів у ґрунтах і відкладеннях відповідно до методики EPA 6200.
- Аналіз рідин. Вимірювання токсичних металів у стічних водах, свинцю в фарбах.
- Аналіз забруднення повітря. Вимірювання повітряних фільтрів відповідно до методики EPA IO-3.3.

Обладнання

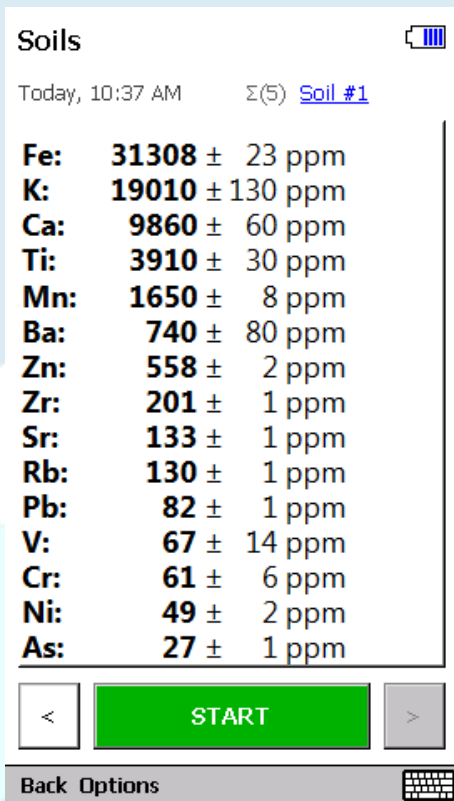
Існує дві модифікації спектрометра ElvaX ProSpector: Standard і Light. Модифікація Standard оснащена 40 кВ рентгенівською трубкою з вольфрамовим анодом, PIN-детектором і визначає елементи від Cl до U.

Для аналізу легких елементів, таких як Mg, Al, Si, P, S, необхідно використовувати модифікацію Light. Вона оснащена 40 кВ рентгенівською трубкою з родієвим анодом, п'ятипозиційним заміником фільтрів і SDD-детектором, який забезпечує високу швидкість і точність вимірювань та більш низькі межі виявлення порівняно з PIN-детектором.

Обидва інструменти підходять для аналізу всіх 26 шкідливих елементів, вказаних у стандарті EPA 6200.

Завдяки невеликій вазі (близько 1.5 кг), простоті використання і тривалому часу роботи від одного заряду батареї (8 годин) спектрометр незамінний для польового аналізу.

Скріншот екрану з результатами вимірювання в режимі аналізу ґрунтів представлений на малюнку 1.



The screenshot shows a software interface titled 'Soils'. At the top, it displays the date and time 'Today, 10:37 AM' and the sample identifier 'Σ(5) Soil #1'. Below this is a list of elements and their concentrations in ppm, each with a standard deviation. At the bottom of the screen, there are navigation buttons: a left arrow, a green 'START' button, and a right arrow. Below the navigation buttons is a 'Back Options' button with a keyboard icon.

Element	Concentration (ppm)	Standard Deviation (ppm)
Fe:	31308	± 23
K:	19010	± 130
Ca:	9860	± 60
Ti:	3910	± 30
Mn:	1650	± 8
Ba:	740	± 80
Zn:	558	± 2
Zr:	201	± 1
Sr:	133	± 1
Rb:	130	± 1
Pb:	82	± 1
V:	67	± 14
Cr:	61	± 6
Ni:	49	± 2
As:	27	± 1

Малюнок 1. Скріншот екрану приладу в режимі аналізу ґрунтів.

Методика

ElvaX ProSpector можна використовувати як для польового аналізу ґрунтів, так і лабораторного (вимірювання підготовлених зразків).

Для польового аналізу досить прибрати сміття з верхнього шару ґрунту, потім притиснути аналізовану ділянку для збільшення щільності. Рекомендується зробити усереднення по декількох вимірах у зоні інтересу.

Для більш точного аналізу ґрунтів необхідна пробопідготовка, рекомендована стандартом EPA 6200:

1. Зібрати зразок ґрунту з площі 4*4 дюйма і глибини 1 дюйм.
2. Добре перемішати взятий ґрунт.
3. Висушити 20-50 грамів ґрунту протягом 2-4 годин при температурі 150 ° C.
4. Просіяти зразок через сито з характерним розміром отворів не більше ніж 60 мкм.
5. Помістити ґрунт у 32 мм кювети і закрити їх тонкою плівкою.

Загальний час аналізу залежить від модифікації приладу і необхідної точності. Точність покращується при збільшенні часу вимірювання. 10 секунд для ProSpector LE і 30 — для ProSpector — достатній час для більшості ситуацій.

Результати

1. Ґрунти і відкладення.

ElvaX ProSpector LE був протестований на стандартному зразку ґрунту NCS DC73382 (Таблиця 1) і зразку озерних відкладень CANMET LKSD-2 (Таблиця 2).

Елемент	Атестовано, ч/млн	Виміряно, ч/млн
K(%)	2.15	2.16
Ca(%)	1.23	1.33
Ti	4830	4702
V	86	82
Cr	62	61
Mn	1760	1957
Fe(%)	3.63	3.62
Ni	20.4	42
Cu	21	13
Zn	680	658
As	34	31
Rb	140	152
Sr	155	159
Zr	245	233
Mo	1.4	0.3
Ba	590	791
Pb	98	101

Таблиця 1. Порівняння атестованих і виміряних концентрацій елементів у зразку ґрунту DC73382.

Елемент	Атестовано, ч/млн	Виміряно, ч/млн
Ti	3460	3226
V	77	95
Cr	57	52
Mn	2020	1987
Fe(%)	4.3	4.5

Co	17	21
Ni	26	25
Cu	37	34
Zn	209	198
As	11	13
Rb	85	86
Sr	220	250
Zr	254	261
Ba	780	805
Pb	44	41
Th	13.4	21

Таблиця 2. Порівняння атестованих і вимірних концентрацій елементів у зразку озерних відкладень CANMET LKSD-2.

Також був проведений тест повторюваності результатів. Один стандартний зразок ґрунту NIST 2710 було виміряно 10 разів поспіль по 60 секунд. Розраховано середнє значення концентрації, середньоквадратичне відхилення (СКВ) і відносне СКВ (вСКВ — у відсотках). Результати тесту подані в таблиці 3.

Елемент	Концентрація, ч/млн		% вСКВ
	Середнє	СКВ	
K, %	2.27	0.027	1.188
Ca, %	1.34	0.019	1.414
Ti	2708	38.4	1.418
V	359	15.4	4.29
Mn, %	1.15	0.006	0.522
Fe, %	3.49	0.012	0.344
Cu	2822	18	0.638
Zn	6443	23.6	0.366
As	626	10.8	1.725
Rb	91.6	1.2	1.31
Zr	98.2	2.28	2.322
Sr	277	2.1	0.758
Pb	4884	22	0.45

Таблиця 3. Тест повторюваності для зразка ґрунту NIST 2710.

2. Повітряні фільтри.

Межі виявлення (LOD) елементів на повітряних фільтрах визначені емпіричним шляхом. Чистий фільтр без домішок було виміряно 10 разів, і розраховане середньоквадратичне відхилення (СКВ) спектра на енергіях, що відповідають певним елементам. Межі виявлення визначені як три СКВ.

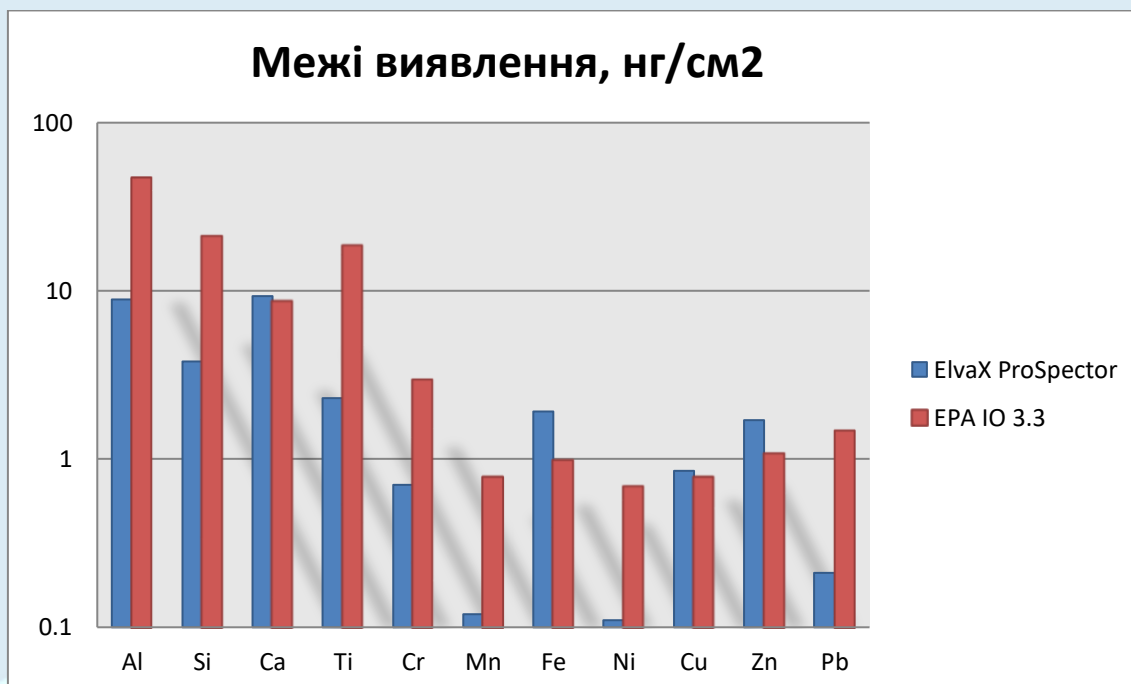
Межі виявлення для різного часу вимірювання представлені в таблиці 4.

Межі виявлення, нг/см²				
Елемент	Час виміру, хв			
	5	10	20	60
Al	30.9	21.9	15.5	8.9
Si	13.1	9.3	6.5	3.8
Ca	32.4	22.9	16.2	9.3
Ti	7.9	5.6	4	2.3
Cr	2.3	1.6	1.2	0.7
Mn	0.4	0.3	0.2	0.1
Fe	6.6	4.7	3.3	1.9
Ni	0.2	0.2	0.1	0.1
Cu	3	2.1	1.5	0.9
Zn	5.9	4.2	3	1.7
Pb	0.7	0.5	0.4	0.2

Таблиця 4. Типові межі виявлення.

Реальні межі виявлення можуть варіюватися залежно від матеріалу фільтра і комбінації присутніх елементів.

Порівняння меж виявлення, визначених у методиці EPA IO-3.3 і отриманих на спектрометрі ElvaX ProSpector (час вимірювання — 60 хв.), представлені на малюнку 2.



Малюнок 2. Межі виявлення, отримані на ElvaX ProSpector порівняно з декларованими у методиці EPA IO-3.3.

Висновки

Отримані результати показують можливості спектрометра ElvaX ProSpector для аналізу шкідливих елементів у ґрунтах, відкладеннях відповідно до стандарту EPA Method 6200. Продемонстровано хорошу кореляцію між атестованими і вимірними концентраціями елементів у ґрунтах.

Межі виявлення елементів у повітряних фільтрах відповідають (а в багатьох випадках — набагато нижче встановлених меж) вимогам стандарту EPA IO-3.3.

Використання ручного спектрометра ElvaX ProSpector для екологічного моніторингу дає змогу суттєво економити час і гроші на лабораторних випробуваннях.