

# Nowe możliwości spektrometrii rentgenowskiej

Tadeusz Glenc

TESTCHEM

Analiza chemiczna z zastosowaniem promieniowania rentgenowskiego wiązała się do tej pory z użyciem ,dużych, skomplikowanych maszyn ,które były obsługiwane przez bardzo profesjonalną obsługę. Poważnym problemem była analiza śladów oraz roztworów.

Nowe rozwiązania japońskiej firmy Rigaku przełamują ten stereotyp.

TESTCHEM

# Nanohunter

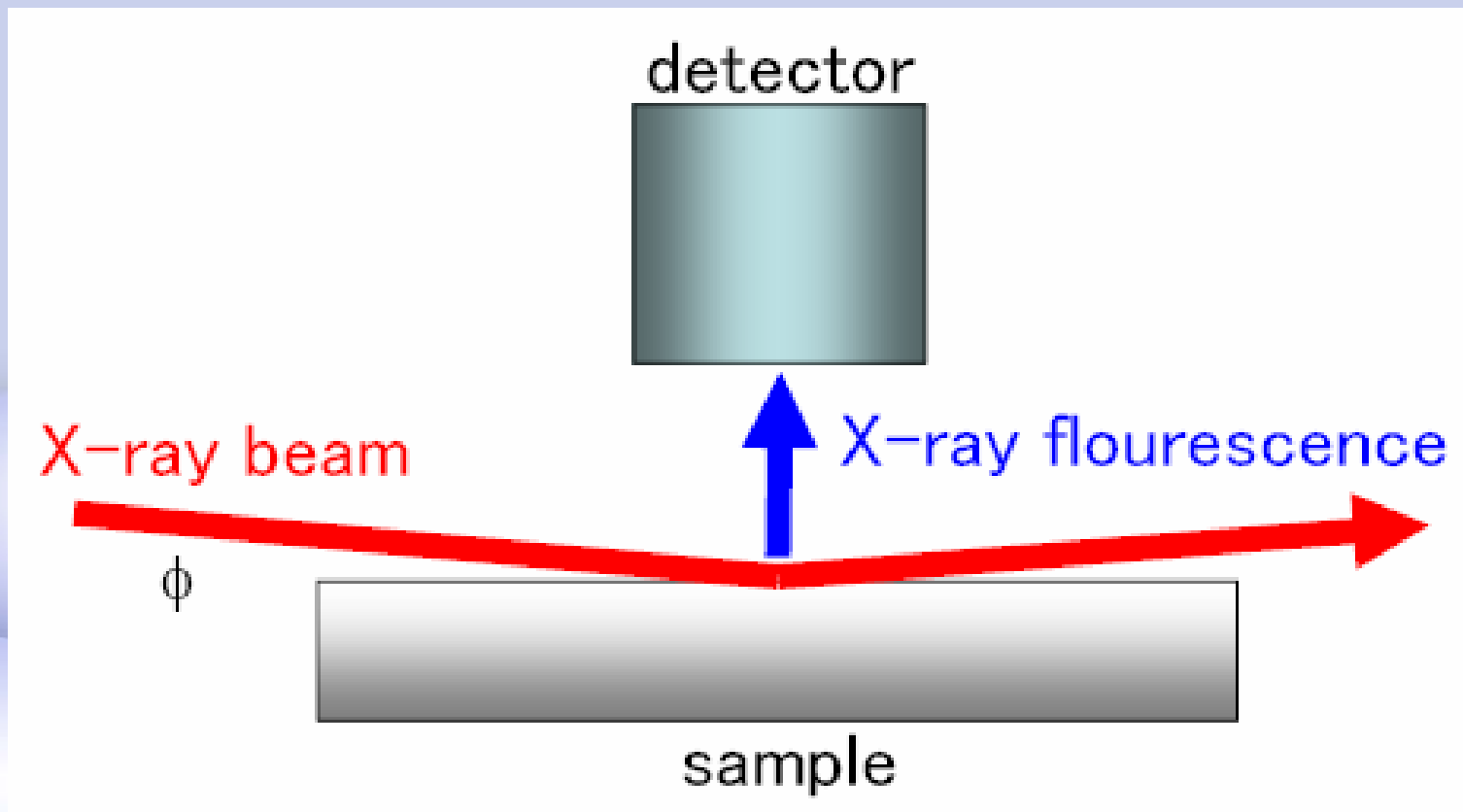
## Spektrometr Rentgenowski Całkowitego odbicia (TXRF)



TESTCHEM

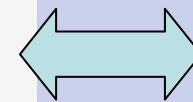
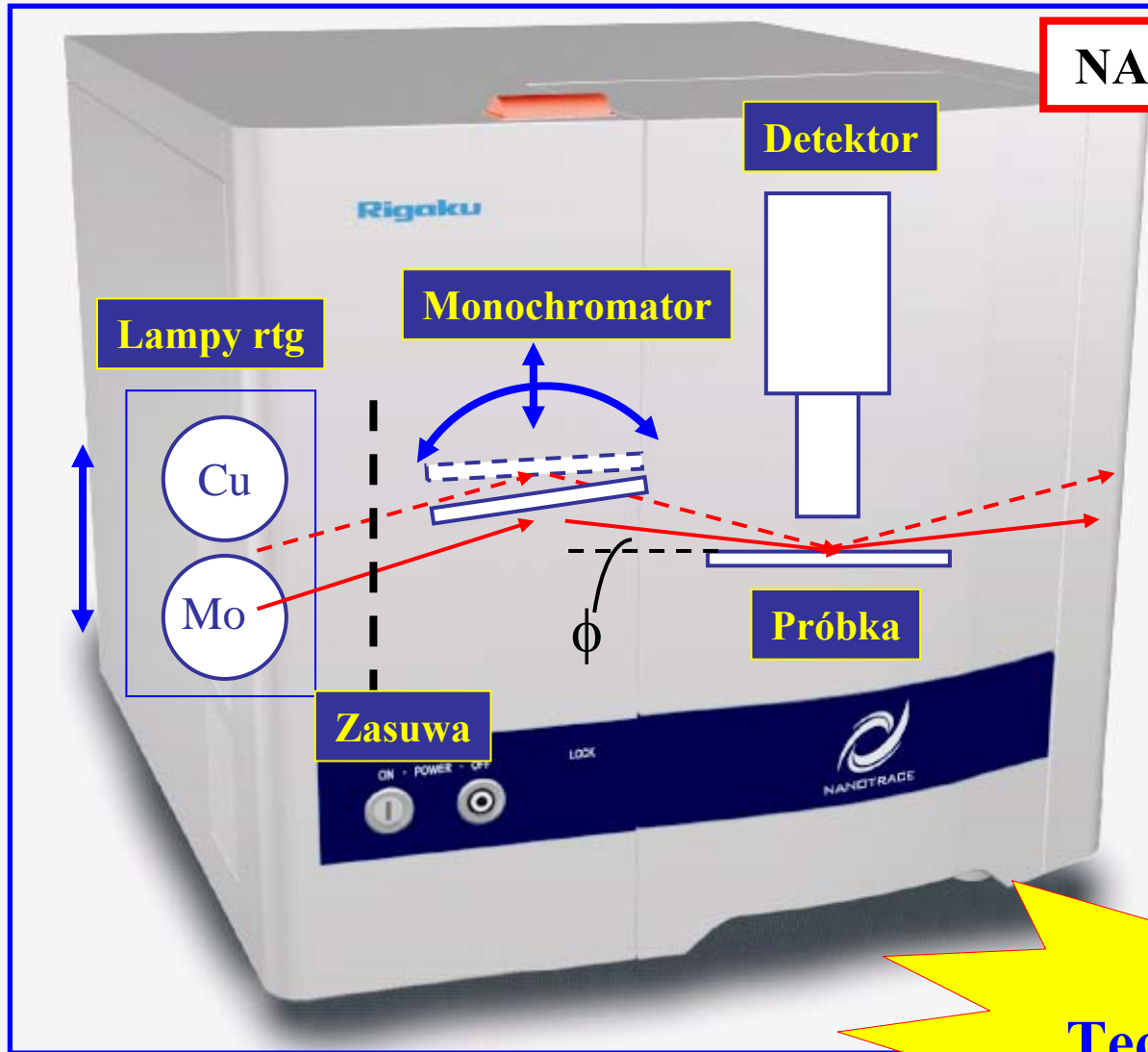
# Zasada działania

Kąt  $\phi$  jest ustawiany w zakresie od 0,05 do 2 stopni a analizowana gubość powierzchni wynosi 5 nm



TESTCHEM

# NANOHUNTER



Komputer

Wszystkie osie są komputerowo ustawiane

**Nowa  
Technologia**

# Zalety TXRF

Wysokie tło

$$\Phi > \Phi_c$$

Glancing Angle higher than critical angle



Wysoka czułość

Niskie tło

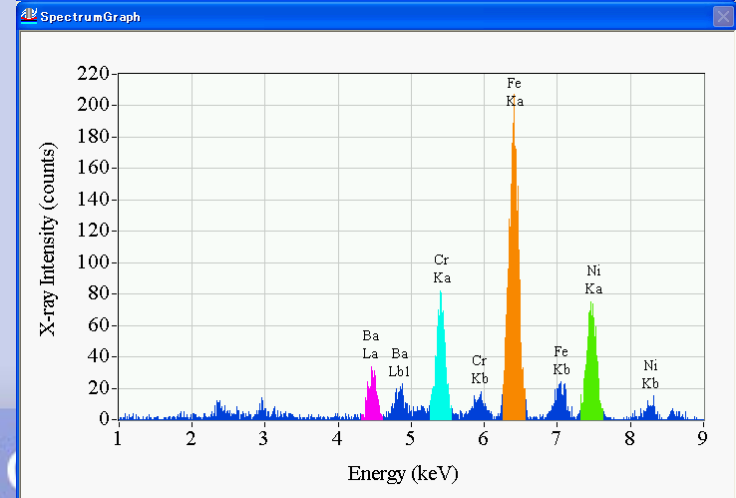
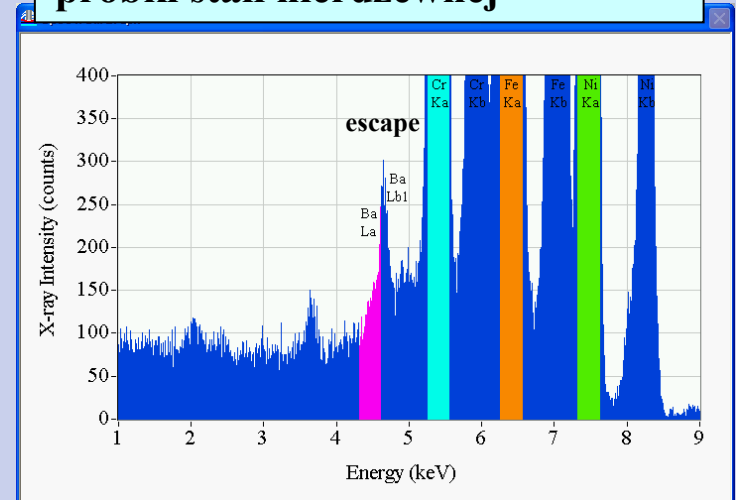
Wysoki stosunek sygnału do tła

$$\Phi < \Phi_c$$

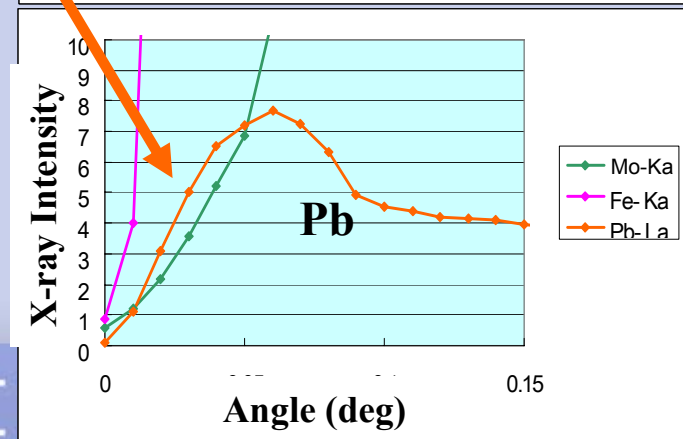
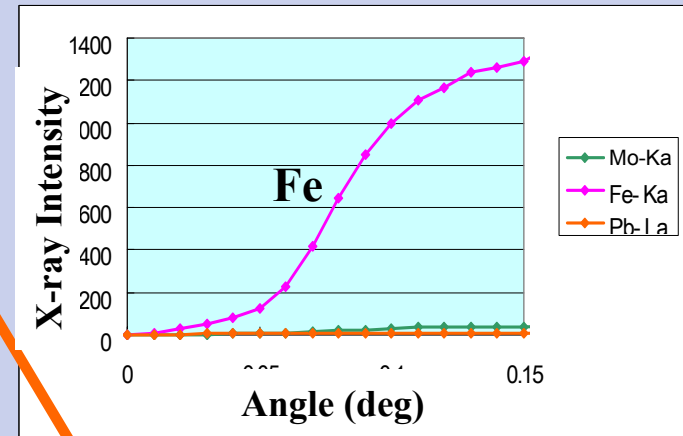
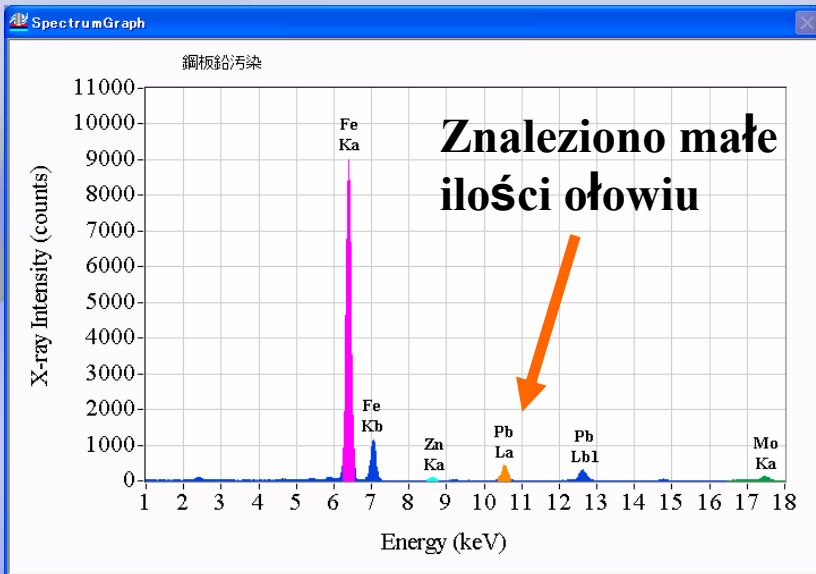
Glancing Angle lower than critical angle



Zanieczyszczenia na powierzchni próbki stali nierdzewnej

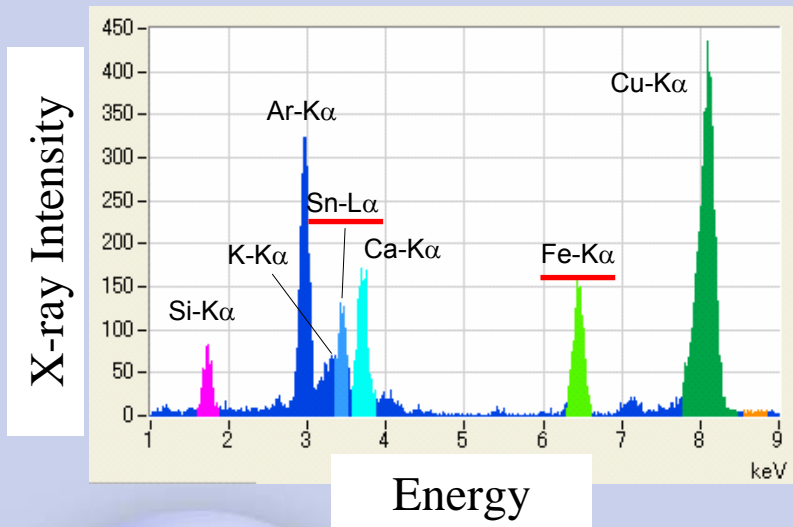


# Informacja o składzie w zależności od głębokości wnikania promieniowania



TESTING

# Szkło sodowe

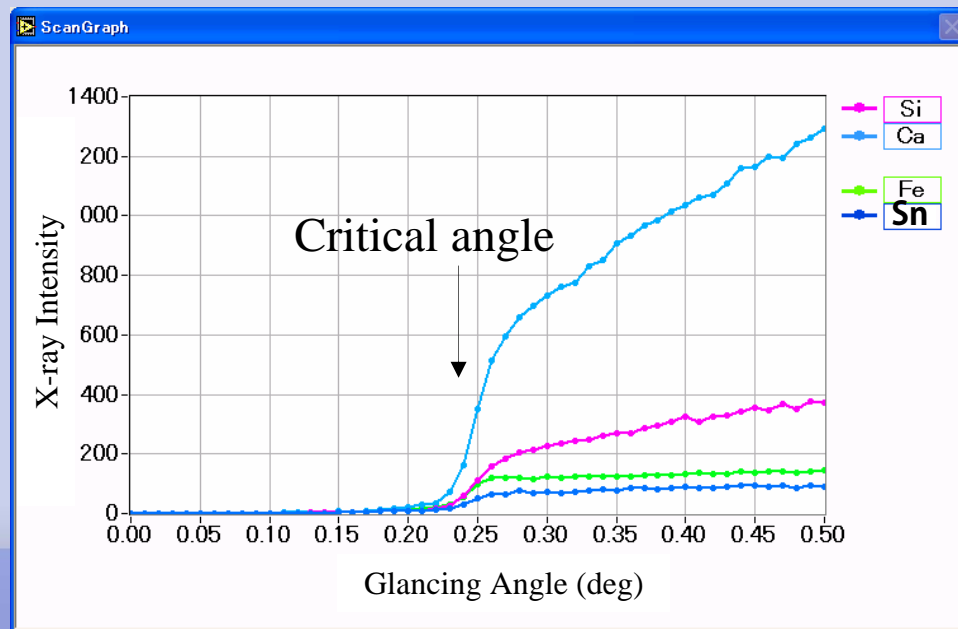


Linie Fe-K $\alpha$  i Sn-L $\alpha$  występują tylko na powierzchni szkła



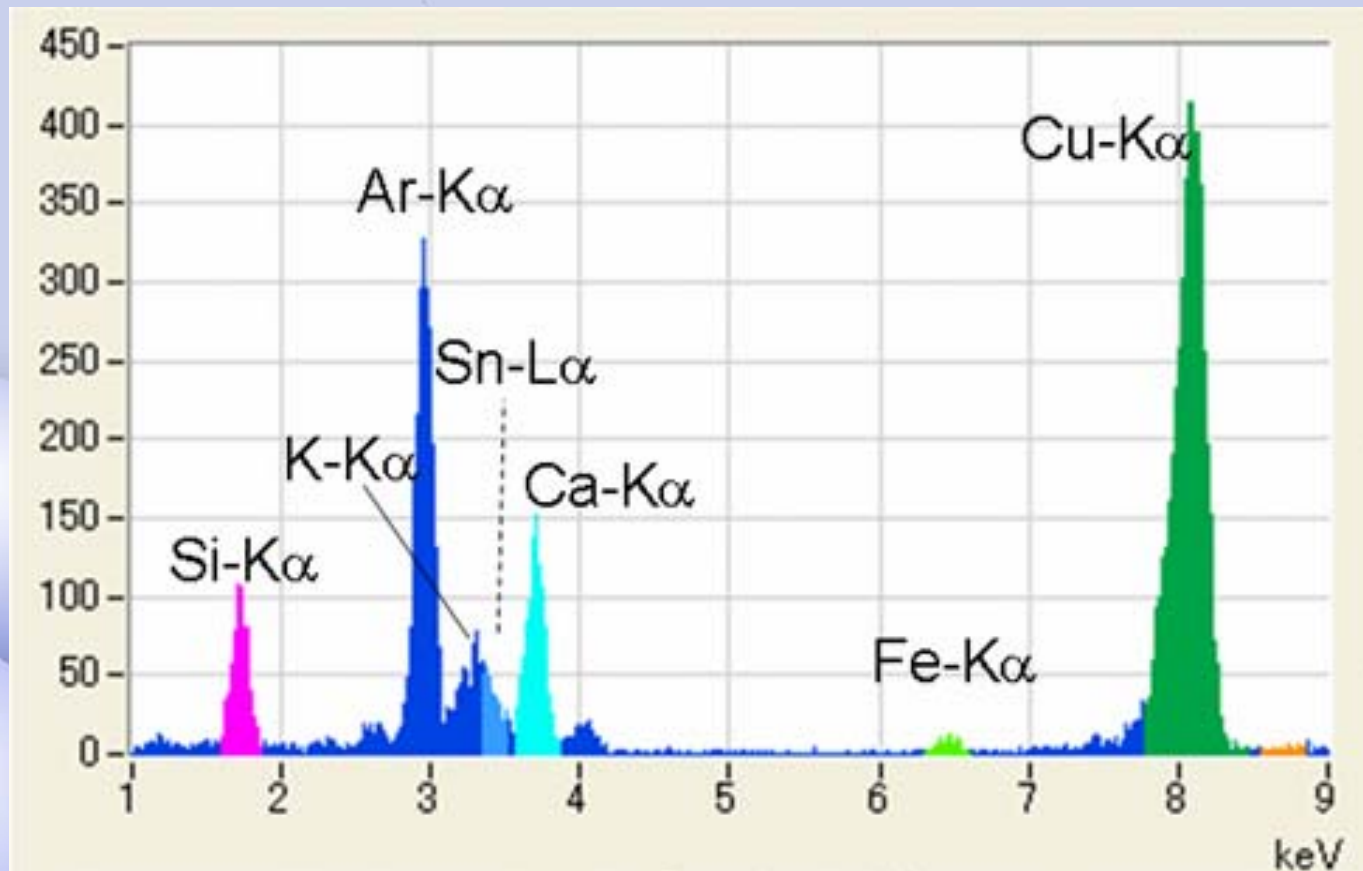
Szkło

← Sn i Fe





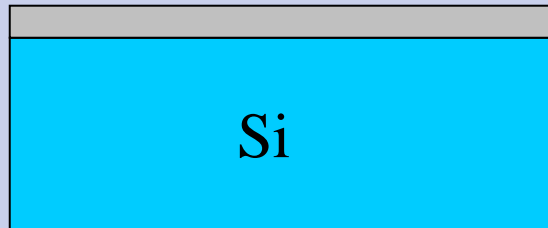
# Oznaczanie Sn na powierzchni szkła



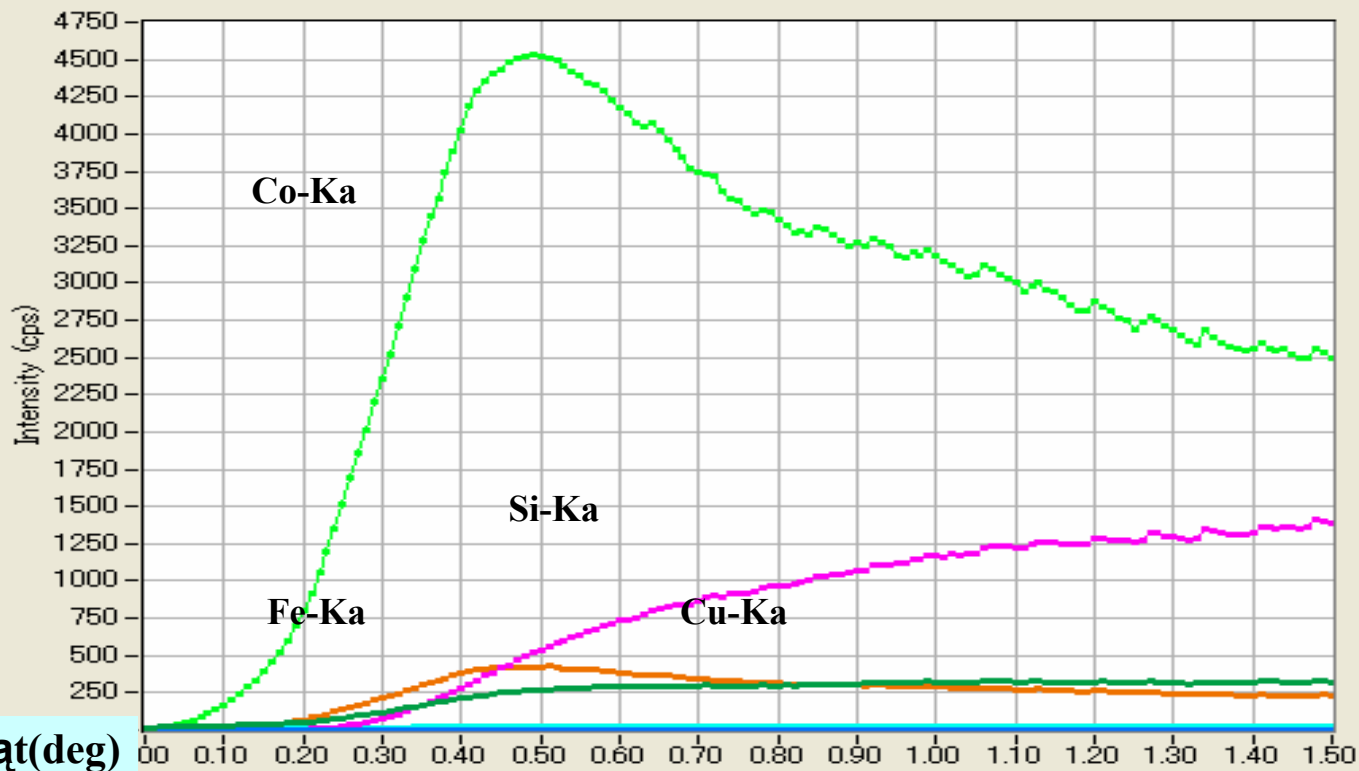
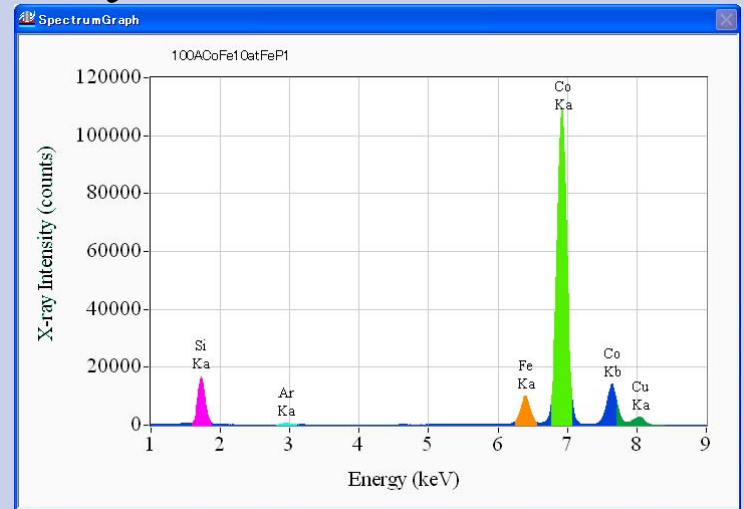
TESTCHEM

# Cienkie warstwy

CoFe(10%Fe) 10nm



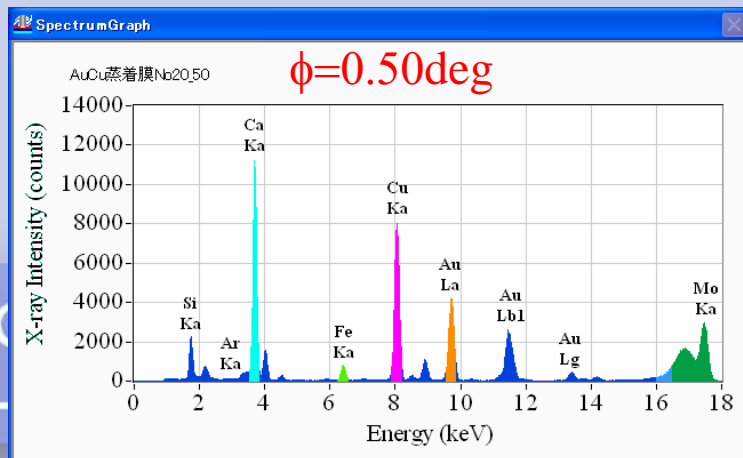
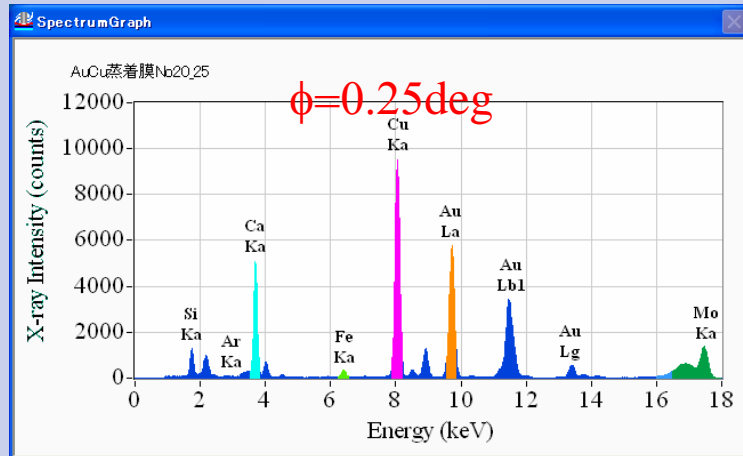
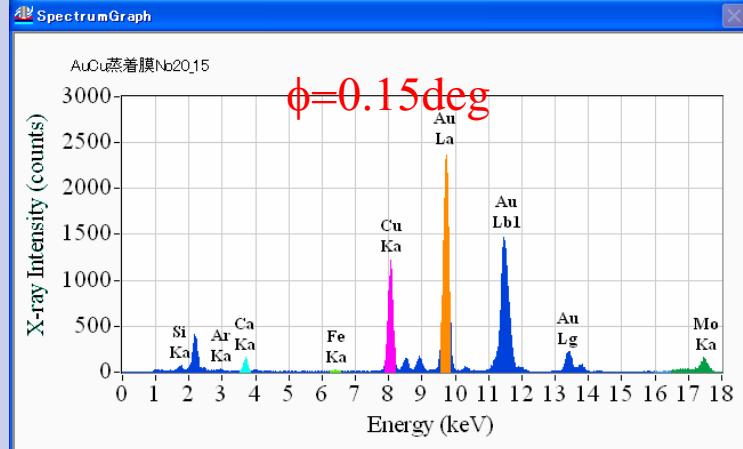
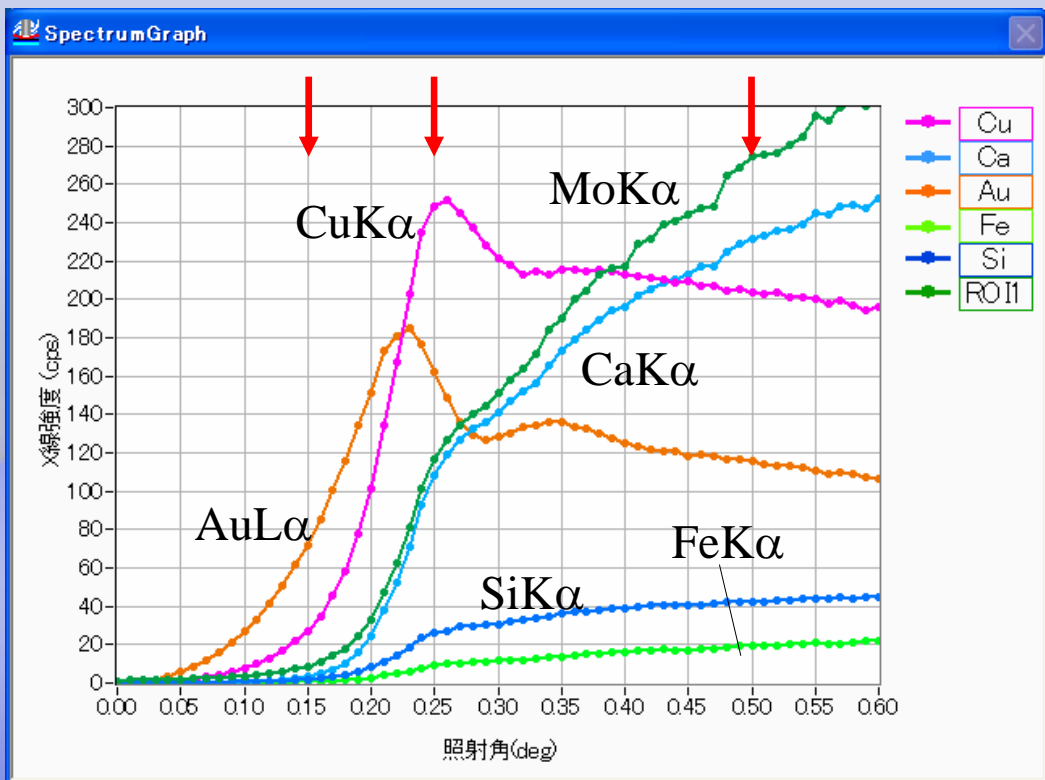
Zależność od kąta padania



# Podwójna warstwa



Au 5nm  
Cu 5nm



# Roztwory

## Pipetuj i analizuj

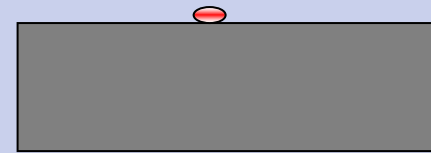
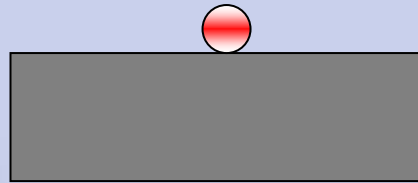
Pipeta



**\*Małe objętości roztworów  
10 $\mu$ L-50 $\mu$ L**



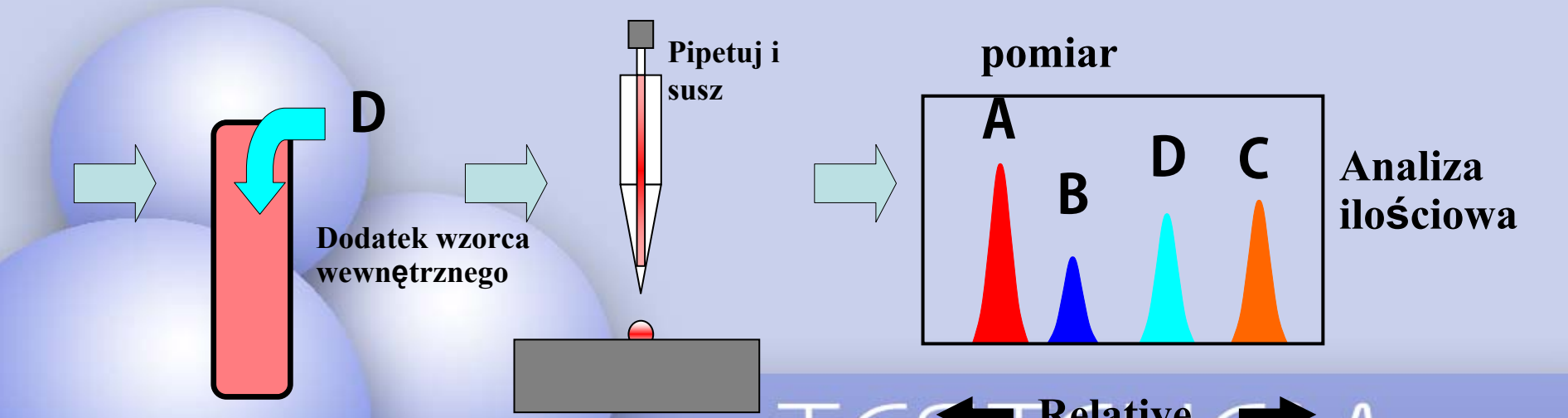
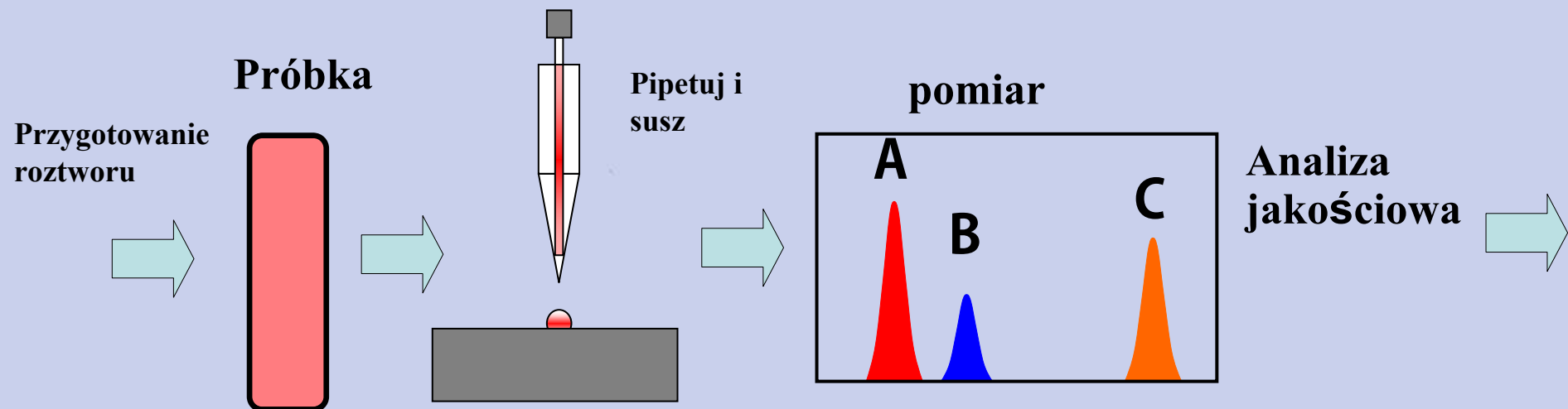
**Pipetowanie na  
podkład**



**Suszenie**

TESTCHEM

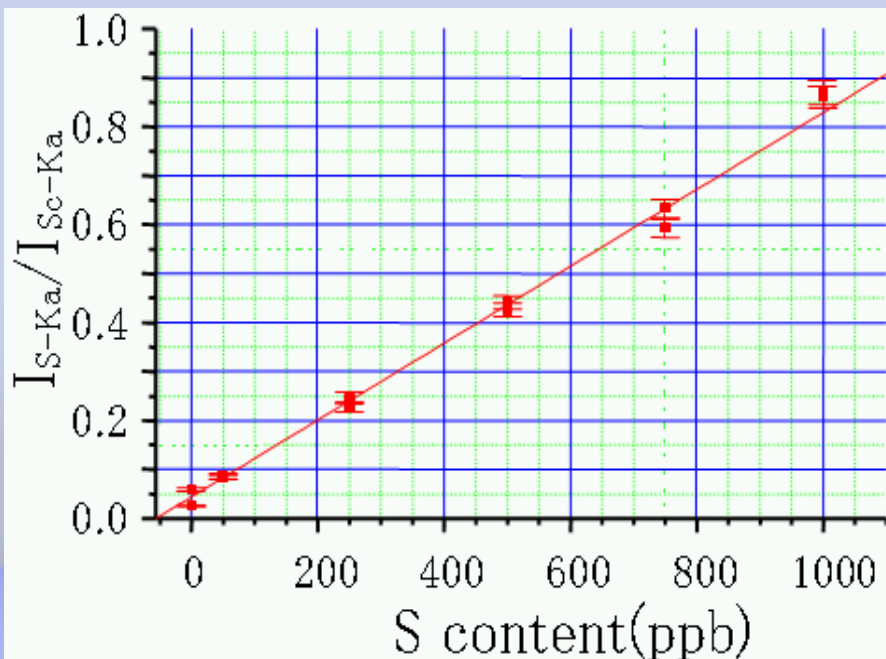
# Wzorcowanie



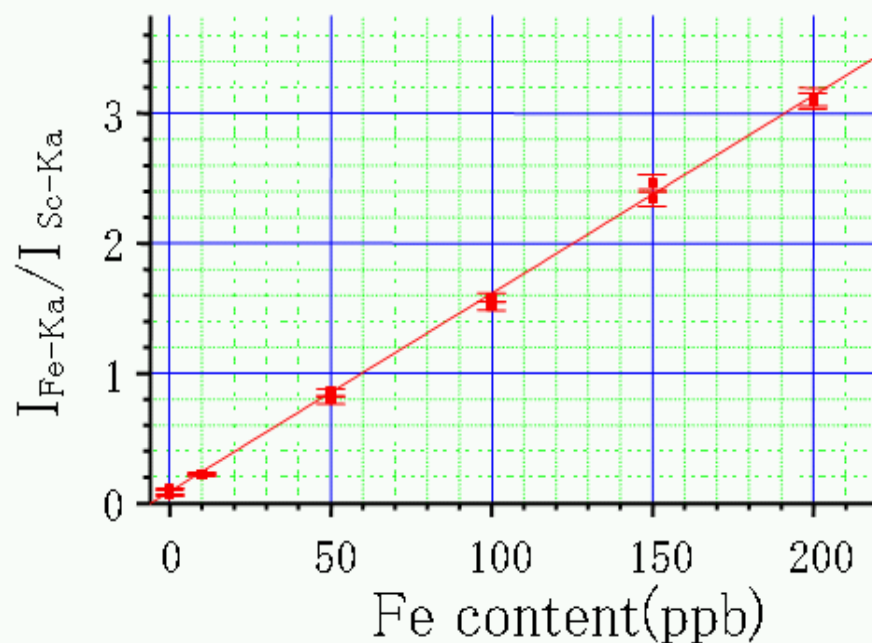
← **Relative sensitivity** →  
TESTCHEM

# Wykresy wzorcowe dla siarki i żelaza (poziom ng/g)

## S w wodzie



## Fe w wodzie

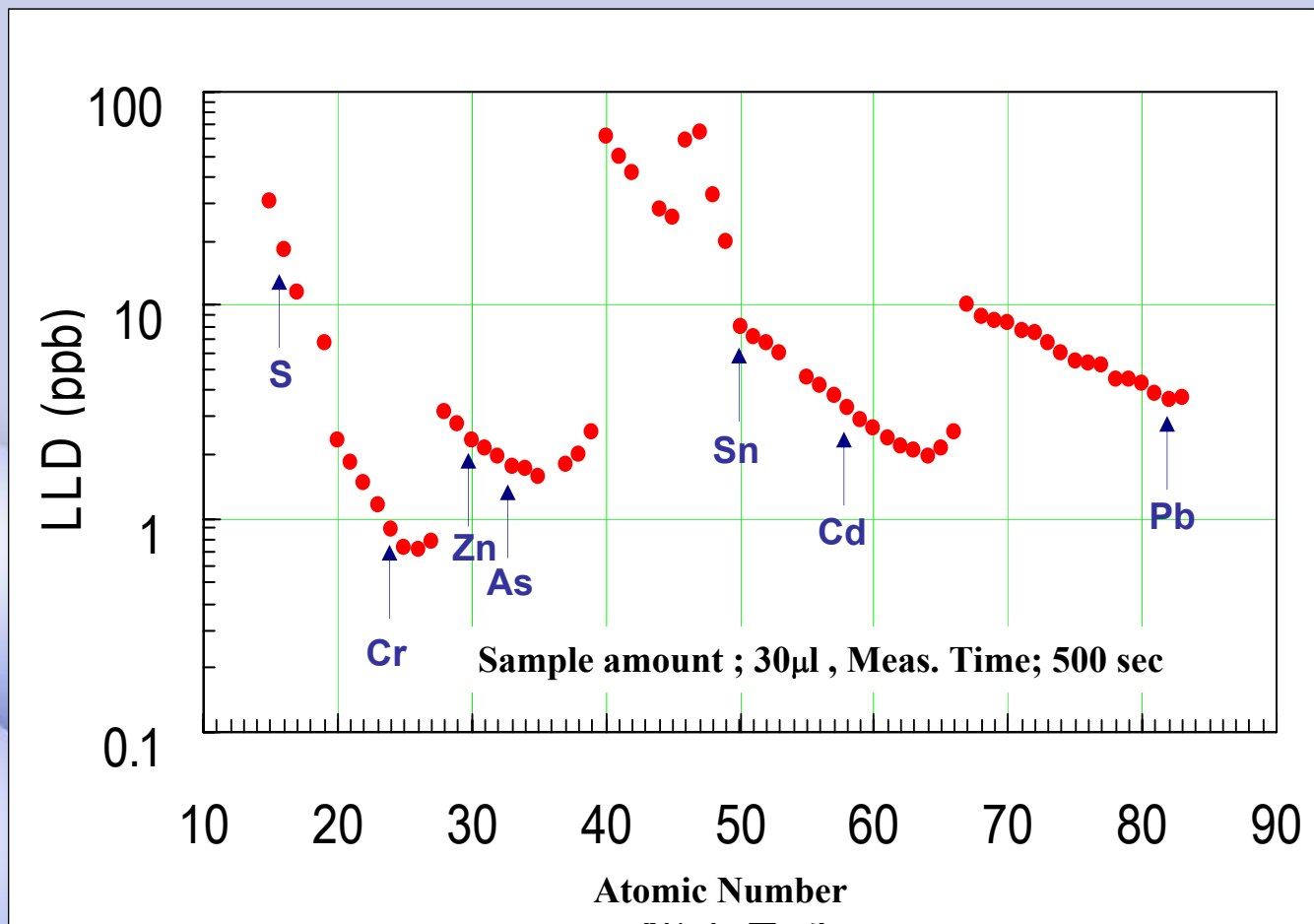


**\* wzorcowanie za pomocą wzorca**  
**wewnętrznego Sc**

TESTCHEM

# Granica oznaczania (LLD) dla roztorów

NANO HUNTER 500sec



TESTCHEM

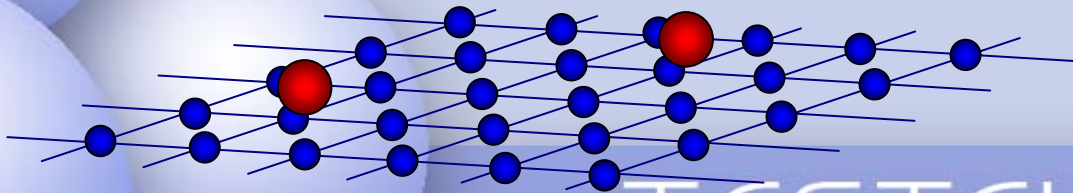
*Granice wykrywalności (LLD) atomów na powierzchni*

*- atomy/cm<sup>2</sup> -*

LLD (Fe) =  $3 \times 10^{11}$  atomów/cm<sup>2</sup>

LLD (Ni) =  $1.5 \times 10^{12}$  atomów/cm<sup>2</sup>

LLD (Br) =  $7 \times 10^{11}$  atomów/cm<sup>2</sup>

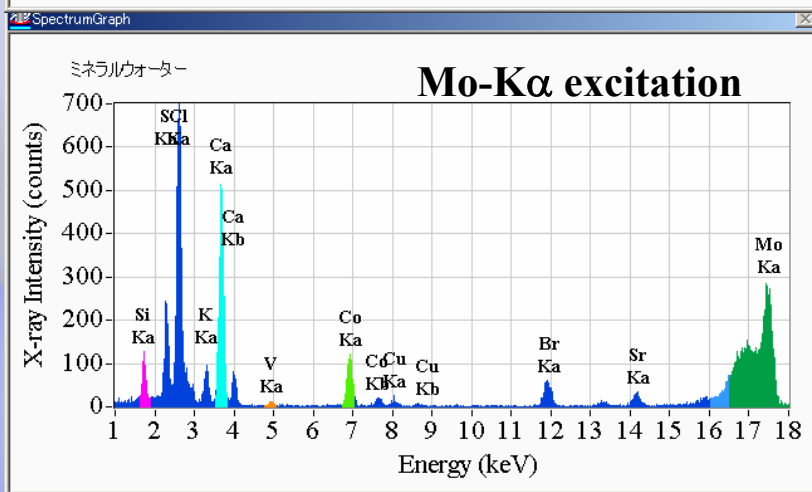
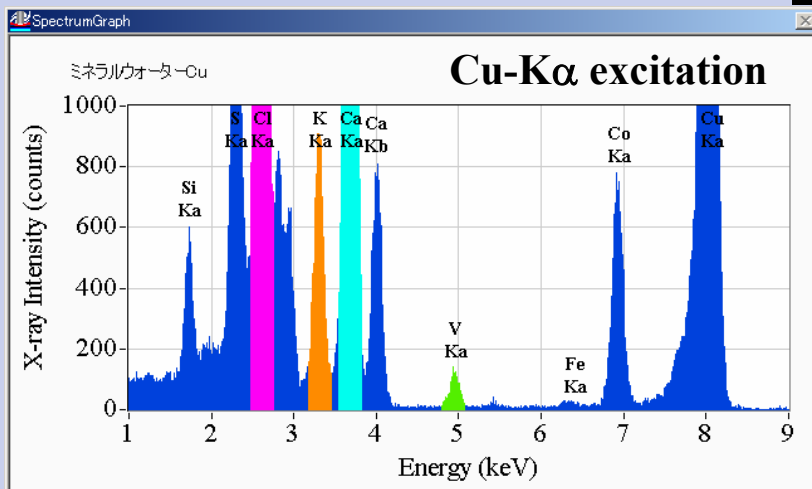


TESTCHEM



# Porównanie z techniką ICP(1)

## Woda mineralna z zawartością wanadu



unit : ppm

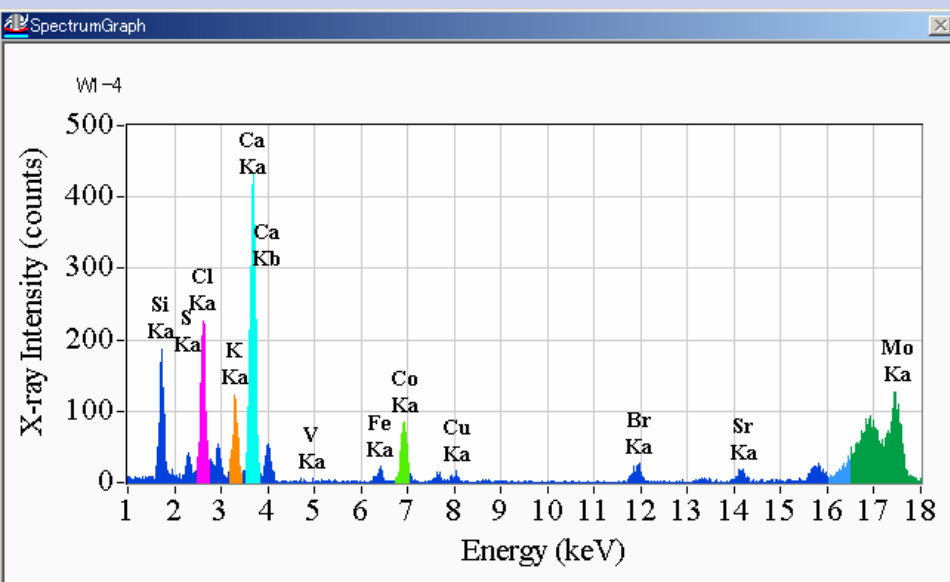
element	NANO HUNTER	ICP-AES	Label
S	31.92	35.4511	
Cl	54.78	82.015	
K	3.68	4.6495	2.5
Ca	16.22	13.13	20
V	0.119	0.1265	0.14
Cu	0.044	0.0561	
Zn	0.016	0.009	
Br	0.117	0.2608	
Sr	0.064	0.0577	

\* Wewnętrzny wzorzec: Co 0,5 ppm

TESTCHEM

# Porównanie wyników z techniką ICP(2)

## Woda rzeczna

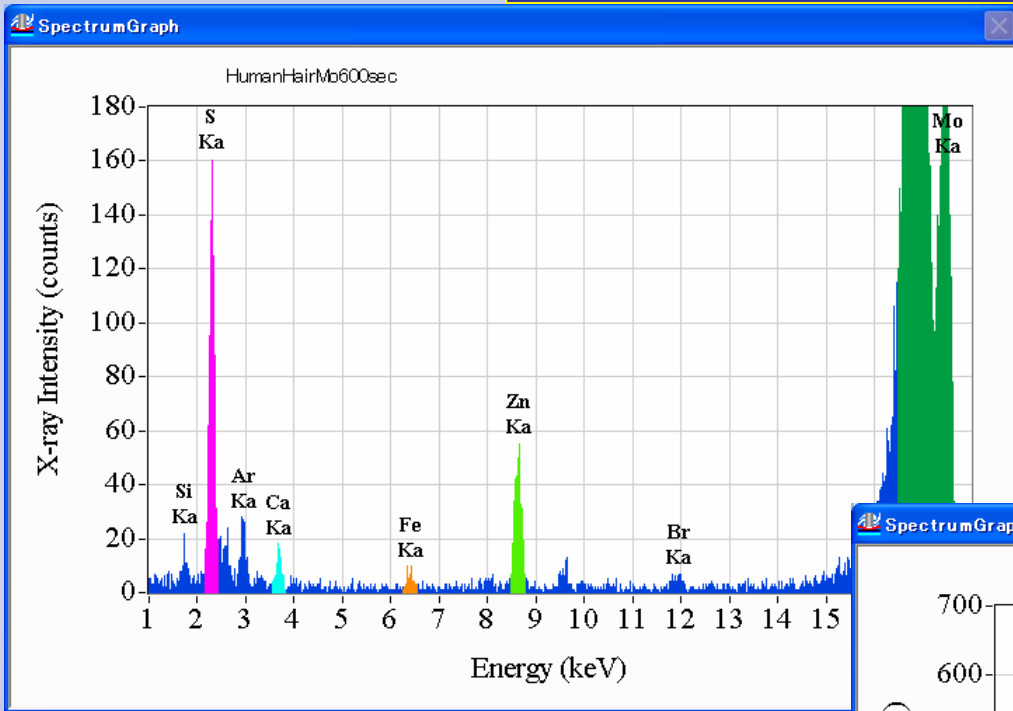


\* wewnętrzny wzorec: Co 1,0 ppm

element	NANOHUNTER	ICP-AES (A) 単位 : ppm (C)	IICP-AES (B)
S	8.80	7.6789	7.9
Cl	52.15	49.4077	33(IC)
K	13.35	8.4280	6.7
Ca	28.93	20.6721	22
Fe	0.009	0.0072	0.085
Br	0.137	0.0536	<0.1(IC)
Sr	0.081	0.071	

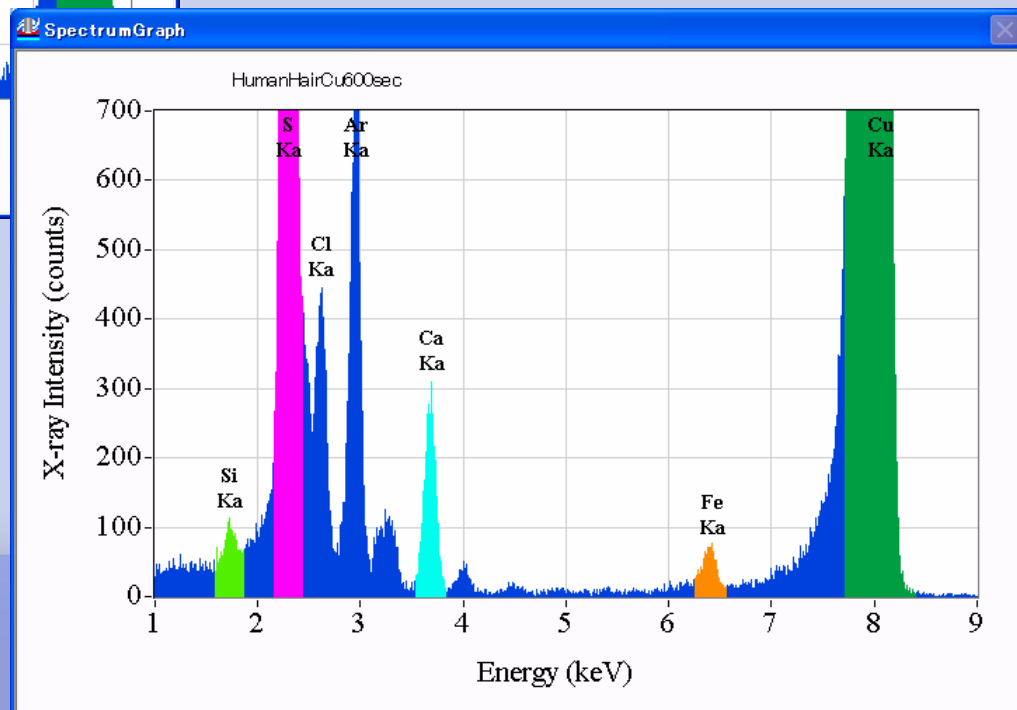
# TESTCHEM

# Jeden włos ludzki



Mo-Ka

Cu-Ka

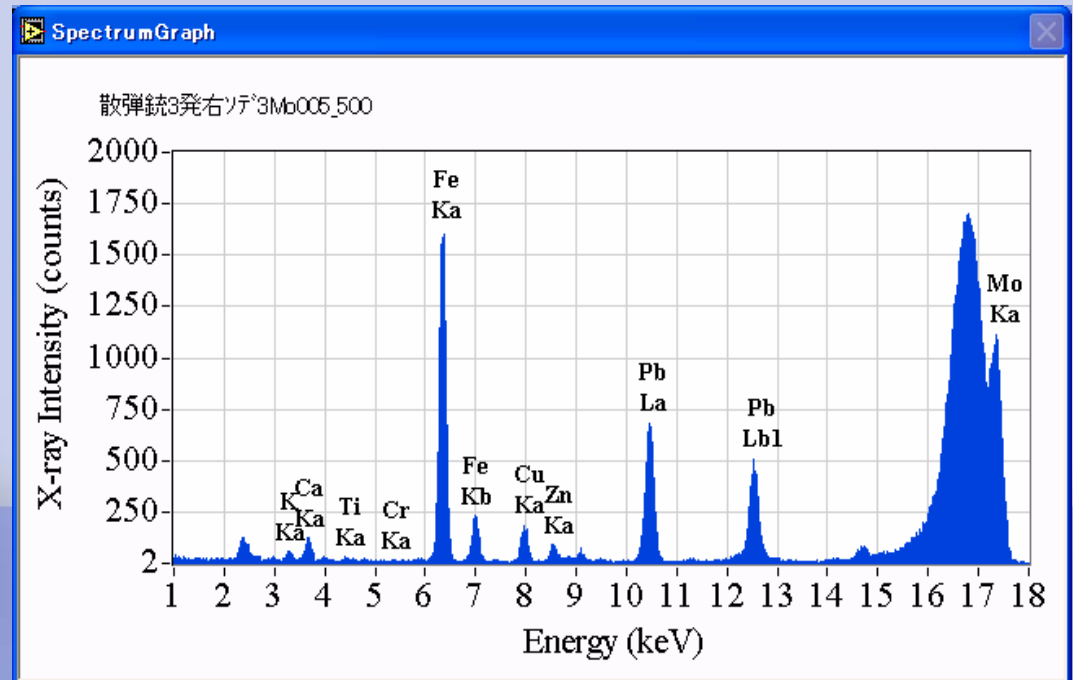


# Ślad prochu

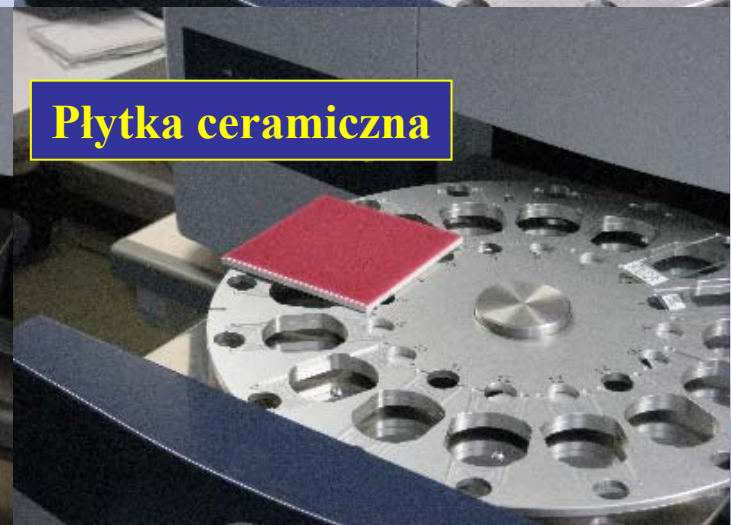


Proch jest przyklejony do papieru klejącego

Stosunek ilości pierwiastków :  
Pb, Fe, Cr, Sb na papierze pozwala zidentyfikować broń

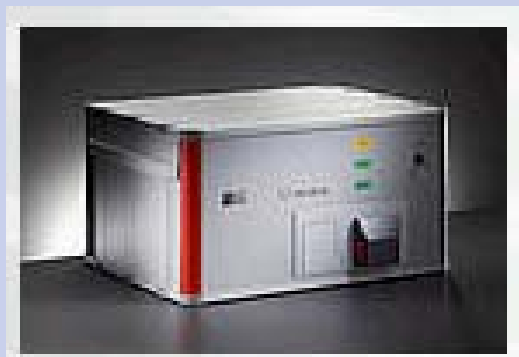


# Różne typy próbek





**NANO HUNTER**



**PICO FOX**

Tube	<b>Dual</b> : Air-cooled Mo 50Wmax cooled Cu 50Wmax	Air-	Single : Air-cooled Mo 50Wmax
Angle of the beam	<b>Changeable</b> from -0.05 to 2.00 deg		Fix
Value of angle	<b>Indicated</b>		No indication
Sample size	<b>76 x 26 x 0.5 - 5 mm</b> <b>100 x 5 mm</b>	<b>up to 100 x</b>	30 φ x 5 mm
Sample direction	<b>Horizontal</b> , face up		Vertical
Sample changer	Turret 16 peaces		option : 25 peaces
Depth distribution	<b>Possible</b>		Impossible
Particle/Film type	<b>Possible</b>		Impossible
Optics Alignment	<b>Full automatic</b>		Manual with screws
Size	690 x 760 x 650 mm		412 x 590 x 300 mm
Weight	70 kg		37 kg
Power Supply	AC100V or AC200V		AC100V or AC 200 V
Sensitivity	Comparable with Mo excitation for <b>S , Cl, Fe etc.</b>	<b>Superior</b>	Mo excitation