

# Application Data Sheet

## EDX-033

EDX 能量色散 X 射线荧光光谱分析仪

### EDX-7000 废油的定量分析

Quantitative Analysis of Waste Oil by EDX-7000

近年来随着大家环保意识的提高，利用 EDX 进行废弃物中元素分析的案例也不断增多。利用 EDX 进行废油分析时，可以把样品直接放进容器进行分析，方便又快捷。下面，选择了与废油相类似的市面上销售的标准油，通过新产品 EDX-7000 检验评价了检测下限及再现精度。结果表明与以往机型\*1 相比灵敏度提高了 1.5~4 倍。因此，缩短单个样品的分析时间也是可以实现的。

\*1：岛津 Application News No.X242

T. Nakao R. Yamato

#### 1. 样品

Wear Metals in 75 cSt Hydrocarbon Oil  
A23-10, 30, 50, 100, 300, 500  
(each 10, 30, 50, 100, 300, 500ppm)  
Conostan Base Oil (0ppm)

#### 2. 元素

$^{22}\text{Ti}$ 、 $^{23}\text{V}$ 、 $^{24}\text{Cr}$ 、 $^{28}\text{Ni}$ 、 $^{29}\text{Cu}$ 、 $^{30}\text{Zn}$ 、 $^{47}\text{Ag}$ 、 $^{48}\text{Cd}$ 、 $^{50}\text{Sn}$ 、 $^{51}\text{Sb}$ 、 $^{56}\text{Ba}$ 、 $^{82}\text{Pb}$

#### 3. 前处理

把 8mL 的样品直接倒入衬有 5 $\mu\text{m}$  聚丙烯膜的样品容器中用于分析。请参照图 1。

#### 4. 定性分析，检测下限

各元素的谱图如下图 2。从 A23-50 的光谱强度 (NET、BG) 利用以下计算公式得出各个元素的理论检测下限。结果如表 1 所示。另外，对于 Ti, V, Cr 等有共存元素重叠的元素则进行了强度重叠校正。

$$L.L.D. = 3 \cdot \frac{C}{NET} \sqrt{\frac{BG}{T \cdot A}}$$

强度 [cps/ $\mu\text{A}$ ]  
C: 油中浓度 [ppm]  
T: 积分时间 [sec]  
A: 电流值 [ $\mu\text{A}$ ]



图 1 样品前处理

表 1 理论检测下限

元素	$^{22}\text{Ti}$	$^{23}\text{V}$	$^{24}\text{Cr}$	$^{28}\text{Ni}$	$^{29}\text{Cu}$	$^{30}\text{Zn}$	$^{47}\text{Ag}$	$^{48}\text{Cd}$	$^{50}\text{Sn}$	$^{51}\text{Sb}$	$^{56}\text{Ba}$	$^{82}\text{Pb}$
L.L.D. (300sec)	1.2	1.3	1.2	0.4	0.3	0.3	0.7	0.9	1.9	2.8	9.9	0.3
L.L.D. (100sec)	2.2	2.2	2.1	0.7	0.6	0.5	1.3	1.5	3.2	4.9	17.2	0.5

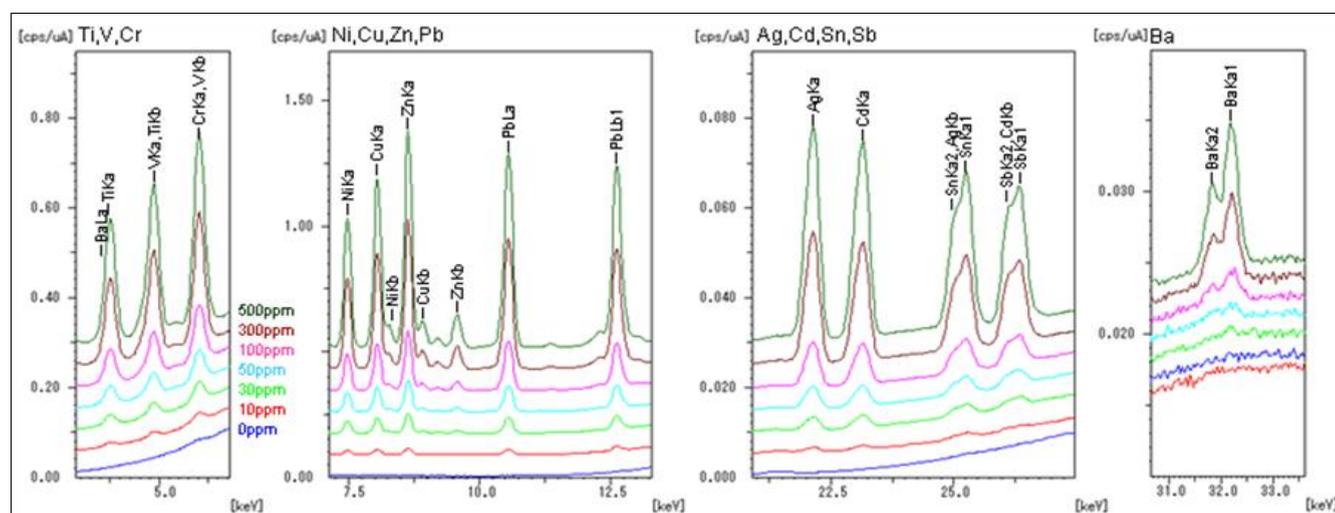


图 2 分析元素的 X 射线荧光谱图

## 5. 工作曲线

Cr、Ni、Ag、Cd、Sb、Pb的工作曲线如图3所示。工作曲线的准确度(1σ)如表2所示。为了保证工作曲线的一次性，Ti、V、Cr、Ni、Cu、Zn、Pb等元素进行了散射线内标校正。

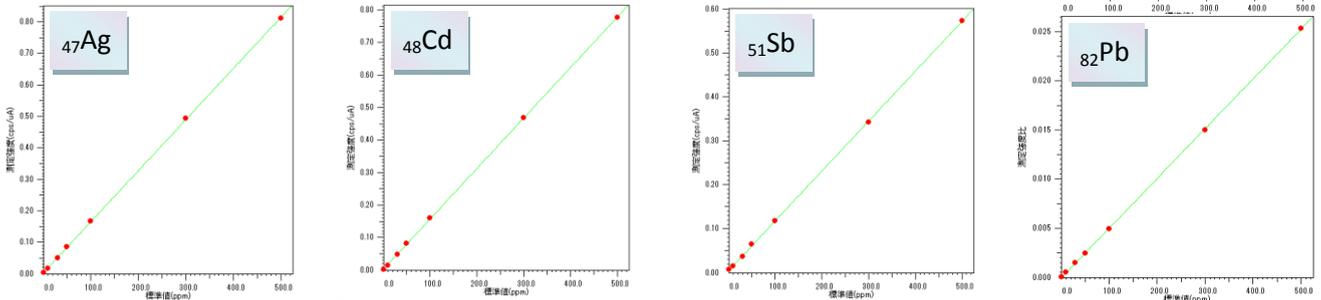


图3 Cr、Ni、Ag、Cd、Sb、Pb的工作曲线(0~500ppm)

表2 工作曲线准确度

元素	<sup>22</sup> Ti	<sup>23</sup> V	<sup>24</sup> Cr	<sup>28</sup> Ni	<sup>29</sup> Cu	<sup>30</sup> Zn	<sup>47</sup> Ag	<sup>48</sup> Cd	<sup>50</sup> Sn	<sup>51</sup> Sb	<sup>56</sup> Ba	<sup>82</sup> Pb
准确度(1σ)	1.5	1.0	3.3	2.2	1.7	1.6	1.3	1.4	1.3	2.1	3.9	1.6

## 6. 再现精度

利用上述工作曲线法对A23-300进行了10次简单重复分析。再现性结果如下表3所示。积分时间为各元素100秒。

表3 A23-300再现精度(100sec)

元素	<sup>22</sup> Ti	<sup>23</sup> V	<sup>24</sup> Cr	<sup>28</sup> Ni	<sup>29</sup> Cu	<sup>30</sup> Zn	<sup>47</sup> Ag	<sup>48</sup> Cd	<sup>50</sup> Sn	<sup>51</sup> Sb	<sup>56</sup> Ba	<sup>82</sup> Pb
含量	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300	300
1	300	298	295	305	300	299	301	304	303	304	312	295
2	297	295	297	300	299	295	302	304	296	299	303	298
3	303	298	301	300	298	302	303	302	306	298	301	298
4	299	294	297	306	298	303	302	303	304	299	310	299
5	302	299	297	303	302	298	306	303	300	301	303	300
6	305	299	296	302	303	299	302	303	306	297	316	295
7	300	298	295	306	305	298	304	304	301	297	321	299
8	306	298	297	302	302	299	300	301	301	302	298	299
9	299	298	300	303	297	304	304	305	306	298	295	297
10	306	299	298	301	301	300	305	300	303	299	320	299
平均值	302	298	297	303	300	300	303	303	303	299	308	298
标准偏差	3.0	1.7	2.0	2.2	2.4	2.4	2.0	1.6	3.3	2.3	9.3	1.6
变动系数[%]	1.0	0.6	0.7	0.7	0.8	0.8	0.7	0.5	1.1	0.8	3.0	0.6

### 分析条件

Instrument	: EDX-7000	Collimator[mmφ]	: 10
Elements	: Ti,V,Cr,Ni,Cu,Zn,Ag,Cd,Sn,Sb,Ba,Pb	Primary Filter	: #1,#2,#4
Analytical Group	: Working Curve	Atmosphere	: Air
X-ray Tube	: Rh target	Detector	: SDD
Tube Voltage[kV]	: 15,50	Integration Time[sec]	: 100,300
Current[μA]	: Auto	Dead Time[%]	: Max30



岛津企业管理(中国)有限公司 大型分析仪器部

北京 北京市朝阳区朝外大街16号 中国人寿大厦14F  
 上海 上海市淮海西路570号 红坊G栋401-403  
 广州 广州市流花路109号之9 达宝广场703-706室

邮政编码 100020  
 邮政编码 200052  
 邮政编码 510010

电话 (010)8525-2365  
 电话 (021)2201-3881  
 电话 (020)8710-8619

传真 (010)8525-2327  
 传真 (021)2201-3800  
 传真 (020)8710-8698