



# 兰州大学西部环境教育部重点实验室

## X-射线荧光光谱仪培训和操作 使用说明手册

负责人：王锦芳

联系电话：13619366963



# 特别声明

本材料所列出的有关仪器的操作方法和实验步骤，仅用于西部环境教育部重点实验室内部学生上机前的培训材料，不作为同类仪器操作的指导教程，任何单位或个人不得擅自转载或发表，利用本材料操作仪器发生的人身伤害和仪器损坏问题，本实验室和作者本人不承担任何责任，特此声明。



# 目录

- 基本介绍
- 工作原理
- 外观结构示意图
- 操作步骤
- 注意事项
- 仪器控制及数据处理



# 基本介绍

- 中文名称：X-射线荧光光谱仪
- 英文名称：X-Ray Fluorescence Spectrometer
- 所属分支实验室：矿物岩石学实验室
- 型号：MagiX（PW2403）
- 制造商：荷兰PANalytical B.V公司
- 仪器功能：该仪器可用于测定未知样品中元素的组成，可进行定性和定量分析。
- 仪器位置：兰州大学祁连堂303

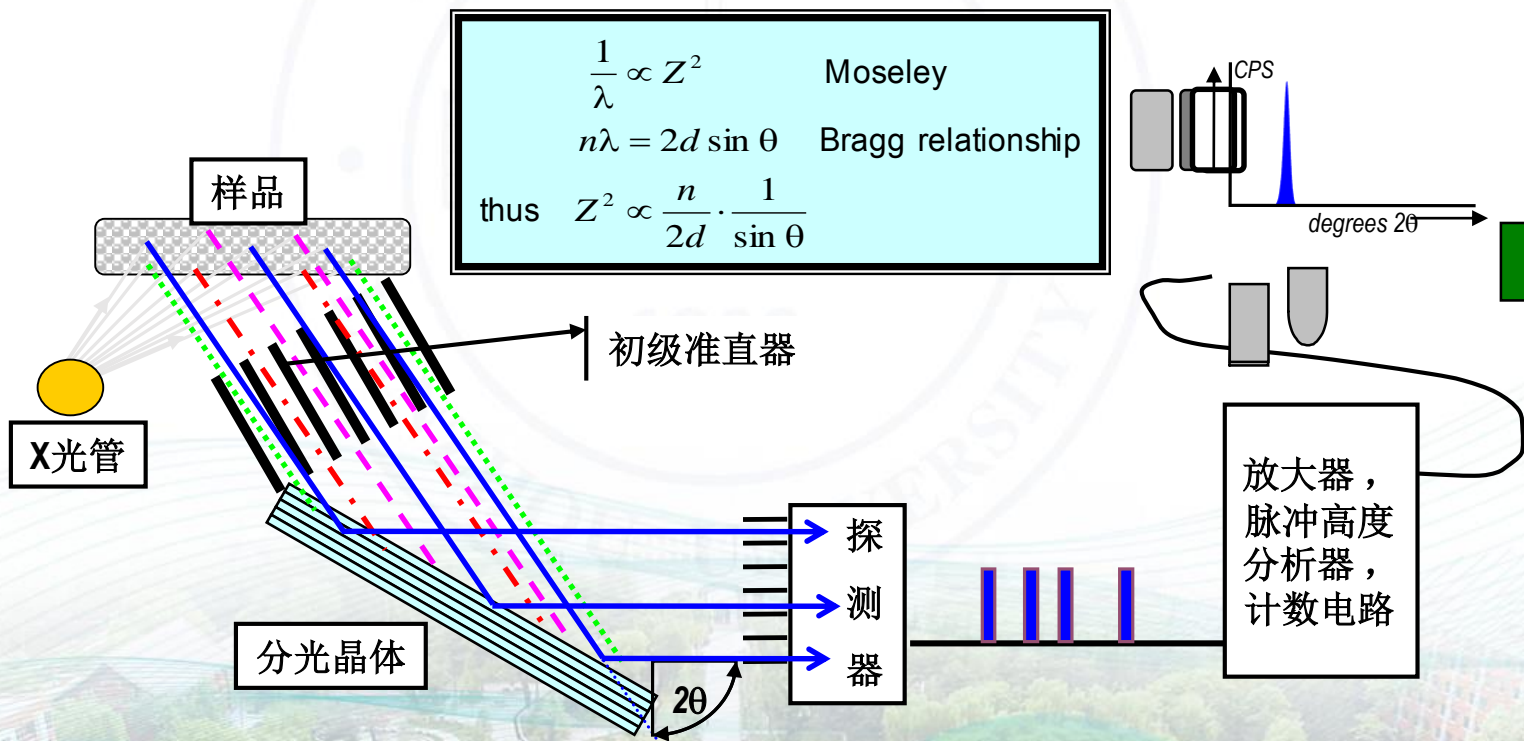


# 工作原理

- X射线照射样品后，样品中各元素原子的内壳层（K、L或M壳层）电子被激发逐出原子而引起壳层电子跃迁，并发射出该元素的特征X射线（X射线荧光）。
- 每一种元素都有其特定波长（或能量）的特征X射线。通过测定试样中特征X射线的波长（能量），便可确定试样中存在何种元素，即为X射线荧光光谱定性分析。
- 元素特征X射线的强度与该元素在试样中的原子数量（即含量）成比例。因此，通过测量试样中某元素特征X射线的强度，采用适当的方法进行校准与校正，便可求出该元素在试样中的百分含量，即为X射线荧光光谱定量分析。

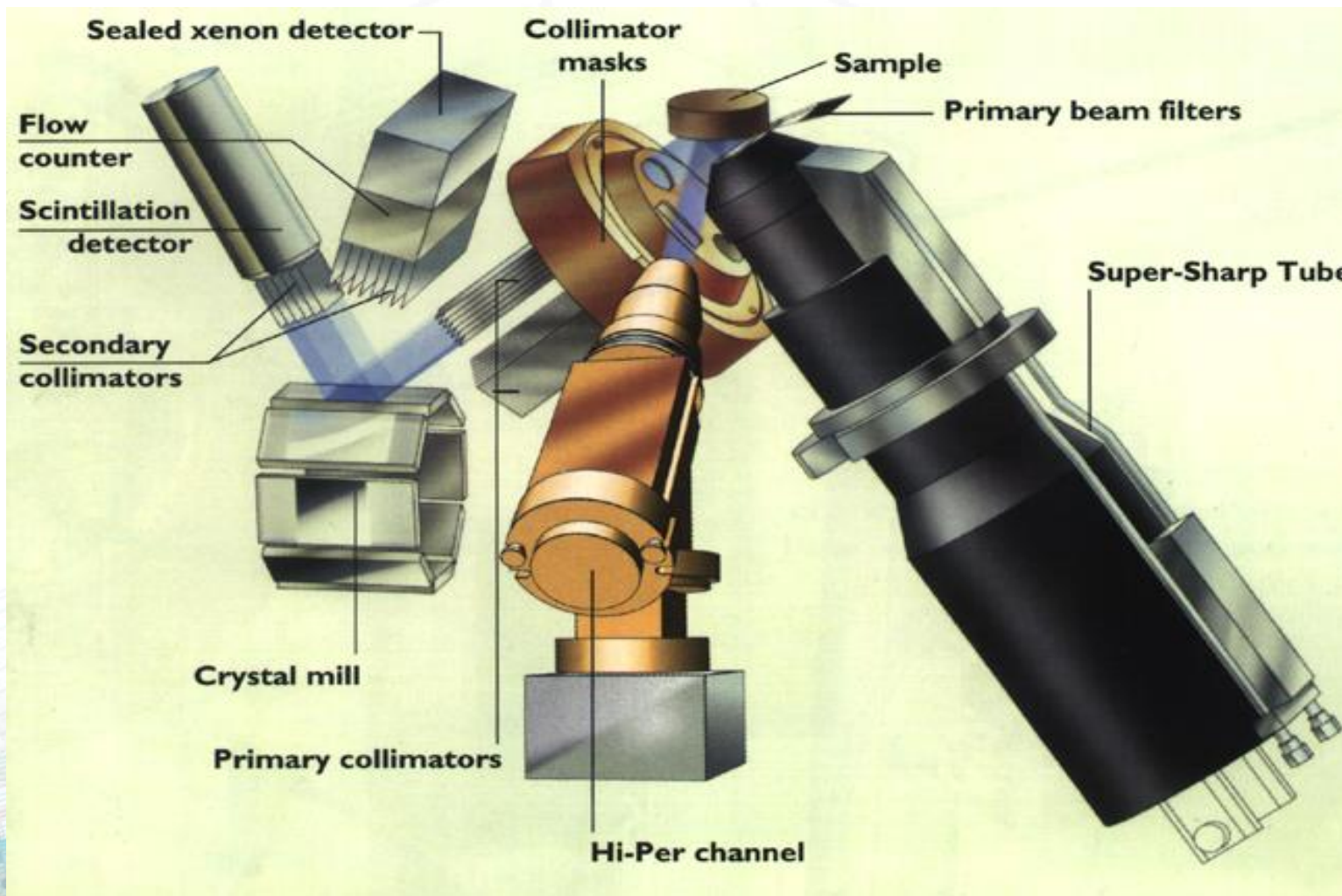


# 工作原理





# 工作原理光路图





# 仪器外观结构示意图



自动抓取样品的机械手

样品架和样品杯

OCT 11 2017



# 样品要求及制备

## 1. 标准样品的选择和准备:

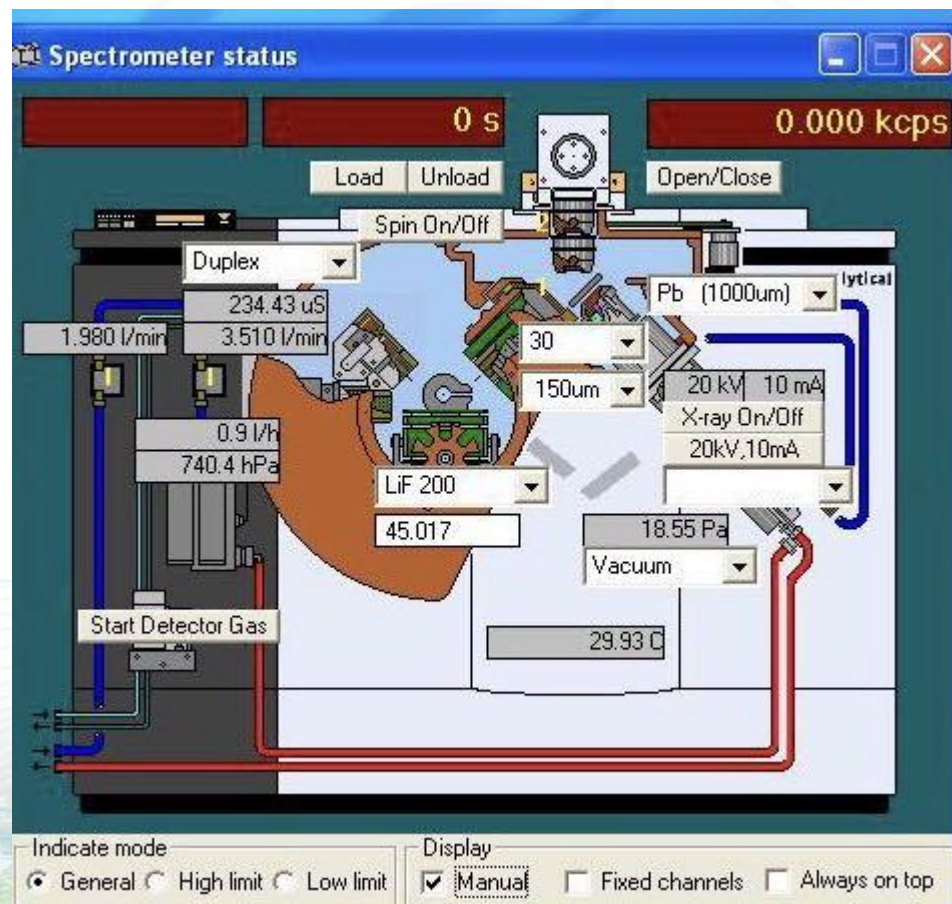
- ▶ 粉末压片法采用自制内控标样建立工作曲线, 数量不少于10个, 且有一定的浓度梯度, 可人工配制一些, 再从生产线上自然取得一些。

## 2. 粉末样品的制备:

- ▶ 用于XRF分析的试样应研磨至200目以上。
- ▶ 压片条件: 压力30吨, 保压时间30秒。
- ▶ 当样品的粘结性较差难以压制成结实的样片时, 应添加一定量的粘结剂。准确称量10克样品和0.5克甲基纤维素。将称好的样品和粘结剂倒入WC料钵中, 再加入2滴三乙醇胺, 于振动磨上混合120秒。



# 仪器状态栏参数显示





# 操作步骤

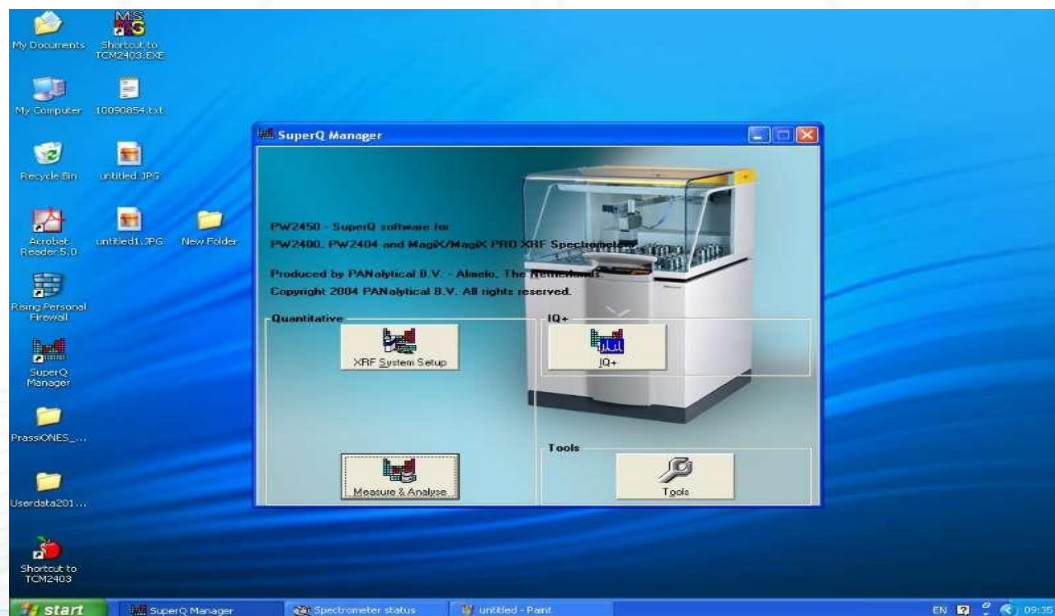
1. 电脑主屏幕中，点击SuperQ manager进入界面





# 操作步骤

## 2. 点击 Measure & Analyse

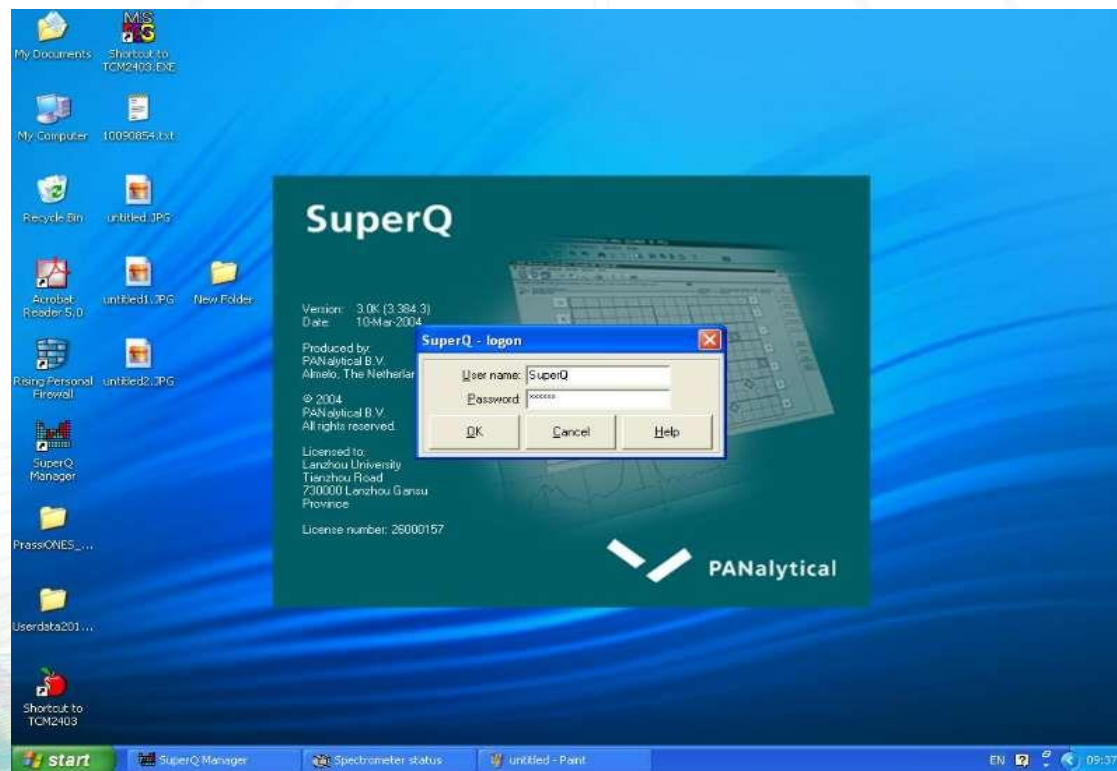




# 操作步骤



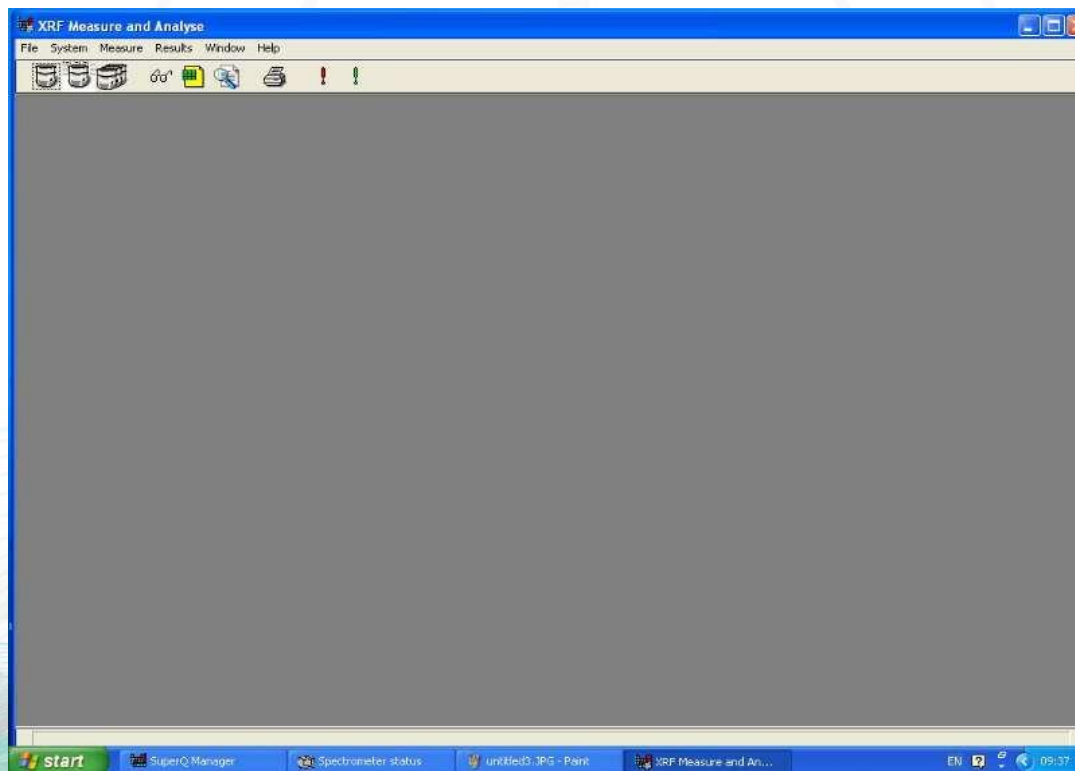
3. 输入密码SuperQ，点击OK，进入下一个界面





# 操作步骤

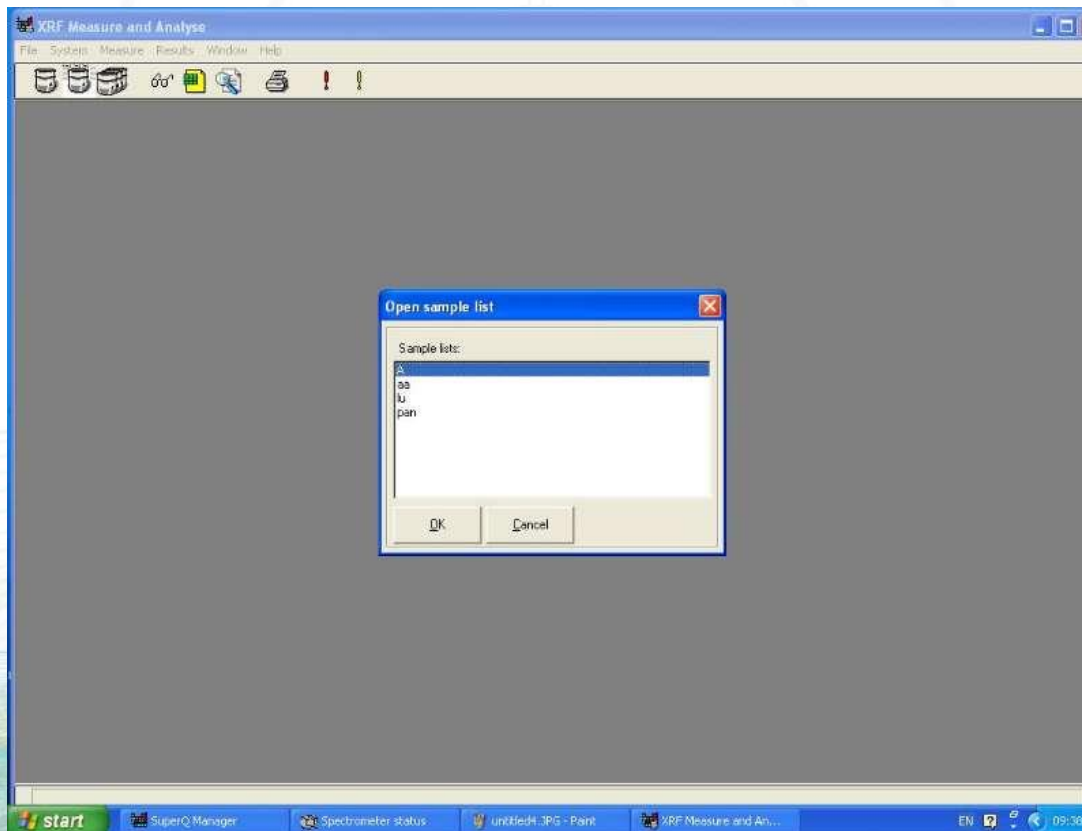
4. 在此界面中，点击菜单中的三个杯子图标





# 操作步骤

5. 在此界面中，点击选中第一行A，点下方OK

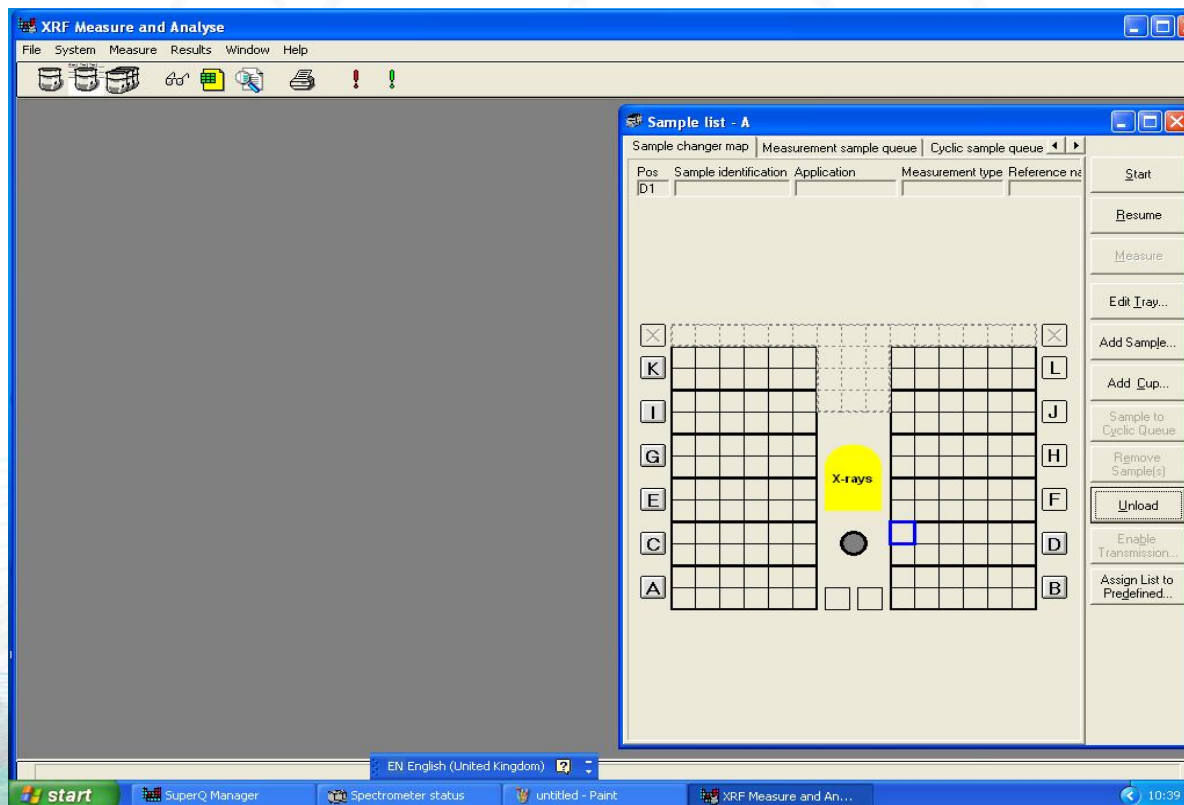




# 操作步骤



6. 选中D1位置，点击add sample

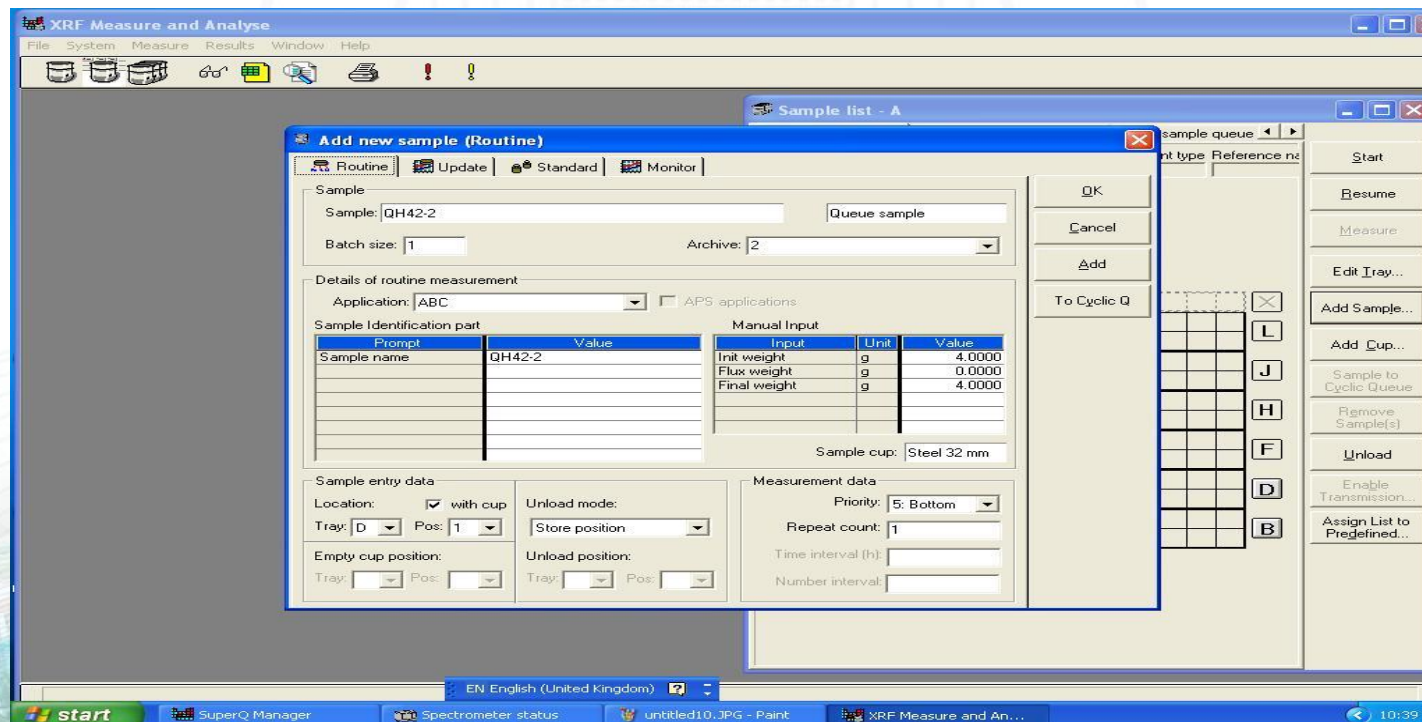




# 操作步骤



7.在sample name处输入样品名称，点击右侧add，继续在sample name处输入样品名称，如此重复直至12个样品名称输入，最后点击OK，

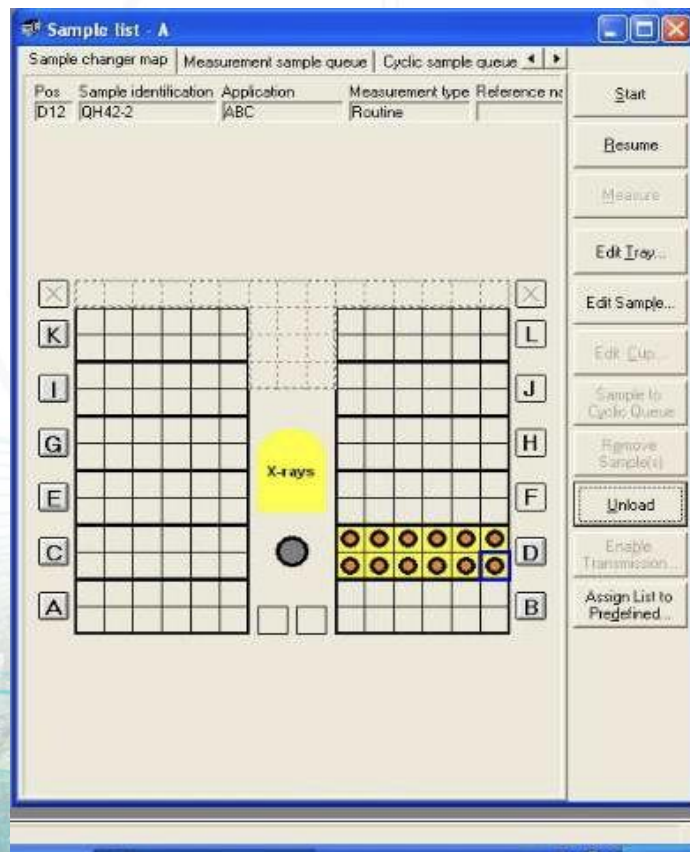




# 操作步骤



8.D区的样品添加完成。如图显示（其他区域的样品添加方法相同。）添加完成，点击右侧start，测样开始。







# 仪器控制及数据处理

## 微机的作用：

- 微机的控制仪器操作；
- 数据处理。

## 数据处理内容：

- 光谱干扰与背景的校正计算；
- 强度与浓度的回归分析计算；
- 基体效应的数学校正；
- 数据的统计分析；
- 数据报表和通讯传输；
- 数据的存储、图象显示及输出；
- 各种函数计算。



# 注意事项

1. 用粉末压片法分析试样，必需考虑矿物结构效应、颗粒度效应和取样均匀性，方可获得准确结果。
2. 在粉碎样品时，将颗粒度由50um降到10um，也可降低矿物效应和粒度效应。
3. 在一般情况下不论用何种方法进行基体校正，应遵循以下几点：
  - 标样的浓度范围需覆盖所测元素的浓度；
  - 校正曲线中间部分所计算的浓度比其两端更准确；
  - 在同样条件下，用多个标样获得的校正曲线分析未知样，比用单个标样更准确。