

LABORATORIO DI SPETTROMETRIA XRF

Responsabile: Prof. Andrea Marzoli

Tecnici: Dr. Daria Pasqual

Strumentazione / modello: Spettrometro sequenziale WDS Philips PW2400



Attività

Lo strumento in uso (in proprietà con l'IGG-CNR, sezione di Padova) è uno spettrometro sequenziale WDS Philips PW2400, operante con il software SuperQ per le analisi quantitative e qualitative. Tale spettrometro (operante in condizioni di vuoto) è equipaggiato con:

- tubo al Rodio (3 kW di potenza massima);
- 5 cristalli analizzatori (LiF220, LiF200, Ge, PE, TIAP);
- 2 contatori (contatore proporzionale a flusso di gas e scintillatore);
- 3 collimatori (150 μm , 300 μm e 700 μm);
- 4 filtri (Al 200 μm , Brass 100 μm , Pb 1000 μm e Brass 300 μm);
- sample changer Philips PW2510 con 30 portacampioni.

Procedura analitica

- a. Determinazione della perdita al fuoco (L.O.I.).
- b. Preparazione dei campioni in perla.
- c. Analisi dei campioni con lo spettrometro sequenziale WDS Philips PW2400.
- d. Determinazione del contenuto in FeO tramite permanganometria.

a. Determinazione della perdita al fuoco (calcinazione)

I campioni sono sottoposti a calcinazione per determinarne la perdita al fuoco (L.O.I., Loss On Ignition), ponendoli in una muffola a 860°C per circa 20 minuti, e successivamente a 980°C per circa 2 ore.

b. Preparazione dei campioni in perla

I campioni per l'analisi XRF vengono preparati in perla utilizzando come fondente il tetraborato di litio ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) con una diluizione di 1:10, e la fusione viene effettuata utilizzando una perlatrice Claisse Fluxy (temperatura massima raggiunta di circa 1150°C).

c. Analisi dei campioni in XRF

Gli elementi determinati sono Si, Ti, Al, Fe, Mn, Mg, Ca, Na, K e P (elementi maggiori, espressi in percentuale dell'ossido relativo), e Sc, V, Cr, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Ba, La, Ce, Nd, Pb, Th e U (elementi in traccia, espressi in ppm, parti per milione). I tempi di analisi per ogni campione sono di circa 1h40'.

Gli **standard** di riferimento sono campioni geologici naturali (Geostandards Newsletter, Vol. XVIII, Special Issue, July 1994, K. Govindaraju, ed.).

La **precisione** strumentale (definita da ripetute analisi su uno stesso campione) è entro lo 0.6% relativo per gli elementi maggiori, e entro il 3% relativo per gli elementi in traccia.

I **limiti di rilevabilità** per gli elementi maggiori Al, Mg e Na sono entro lo 0.01%, entro lo 0.2% per Si, e entro lo 0.005% per Ti, Fe, Mn, Ca, K e P. I limiti per gli elementi in traccia sono (in ppm): Sc=5, V=5, Cr=6, Co=3, Ni=3, Cu=3, Zn=3, Ga=5, Rb=3, Sr=3, Y=3, Zr=3, Nb=3, Ba=10, La=10, Ce=10, Nd=10, Pb=5, Th=3, U=3.

d. Determinazione del contenuto in FeO: eseguita tramite permanganometria (titolazione con permanganato di potassio) con il metodo Pratt.

X-RAY FLUORESCENCE (XRF) SPECTROMETRY LABORATORY

The instrument is a WDS sequential Philips PW2400 spectrometer, operating under vacuum conditions, using the SuperQ software, and equipped with:

- 3 kW Rh X-ray tube
- 5 analyzing crystals (LiF220, LiF200, Ge, PE, TIAP)
- 2 detectors (flow counter and scintillator)
- 3 collimators (150 μm , 300 μm and 700 μm)
- 4 filters (Al 200 μm , Brass 100 μm , Pb 1000 μm and Brass 300 μm)
- sample changer Philips PW2510 with 30 sample holders.

Routine analysis of a sample

- e. Determination of loss on ignition (L.O.I).
- f. Use of the calcined sample to prepare the glass bead.
- g. Sample analysis using the WDS sequential Philips PW2400 spectrometer.
- h. Determination of Fe^{2+} content via permanganometry.

a. Determination of loss on ignition (L.O.I): a known amount of sample is heated in a furnace at 860°C for about 20 mins, then at 980°C for about 2 hours.

b. Sample preparation for XRF analysis: samples for XRF analysis are glass beads prepared using calcined sample diluted with flux di-lithium tetraborate $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ (1:10 ratio) and melted with a fluxer Claisse Fluxy (~1150°C).

c. Sample analysis: Chemical elements analyzed are Si, Ti, Al, Fe, Mn, Mg, Ca, Na, K, P, Sc, V, Cr, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Ba, La, Ce, Nd, Pb, Th and U.

Reference standards are natural geological samples (Geostandards Newsletter, Vol. XVIII, Special Issue, July 1994, K. Govindaraju, ed.).

Instrumental precision (defined by several measurements performed on the same sample) is within 0.6% relative for major elements, and within 3% relative for trace elements.

Detection limits are within 0.01% for major elements Al, Mg and Na, within 0.2% for Si, within 0.005% for Ti, Fe, Mn, Ca, K and P. Limits for trace elements are (in ppm): Sc=5, V=5, Cr=6, Co=3, Ni=3, Cu=3, Zn=3, Ga=5, Rb=3, Sr=3, Y=3, Zr=3, Nb=3, Ba=10, La=10, Ce=10, Nd=10, Pb=5, Th=3, U=3.

d. Determination of Fe^{2+} content: Fe measured with XRF is expressed as Fe_2O_3 , while the FeO content is determined through potassium permanganate titration (permanganometry, Pratt method).

Non sono previste particolari modalità per l'accesso degli utenti al laboratorio per la richiesta delle analisi o per il ritiro dei risultati. Secondo le norme vigenti della Radioprotezione (esposte all'ingresso del laboratorio), l'accesso per il personale non classificato (visitatori) è consentito purché accompagnato dal personale del laboratorio. L'accesso è interdetto al personale femminile e/o alle visitatrici in stato di gravidanza.

Si incoraggia il contributo di studenti di dottorato di Ricerca, di post-dottorandi e assegnisti, debitamente preparati dal Tecnico responsabile, in alcune fasi della preparazione dei campioni (perdita al fuoco, preparazione delle miscele campione-fondente per le perle, determinazioni FeO, che vengono svolte nel laboratorio di Chimica dell'IGG-CNR, situato presso il Dipartimento di Geoscienze), nel rispetto delle normative vigenti del D.Lgs. 81/08. E' fatto comunque divieto di accesso ai laboratori XRF e di Chimica e di utilizzo delle strumentazioni in assenza del Tecnico responsabile.

Il laboratorio di spettrometria dei raggi X di fluorescenza è un laboratorio congiunto del Dipartimento di Geoscienze dell'Università di Padova e dell'IGG del CNR.