

# 波长色散 X 射线荧光结合元素分析仪分析金华佛手 14 种元素

王志刚, 于红梅

浙江师范大学地理与环境科学学院, 浙江 金华 321004

**摘要** 以 Vario III 元素分析仪分析金华佛手 C, H, O, N 含量, 以 PW2400 波长色散 X 射线荧光光谱仪定性扫描佛手样品, 采用 IQ<sup>+</sup> 分析法分析 Mg, Al, P, S, Cl, K, Ca, Mn, Fe, Sr 元素含量。结果表明, 将 C, H, O, N 元素含量作为固定项处理, 结果较为理想; 为防止样品表面脱落而采用 Mylar 膜将样品包裹技术, 通过对膜系数的校准, 分析结果比较理想。

**关键词** 元素分析仪; X 射线荧光光谱; IQ<sup>+</sup>, Mylar 膜; 佛手

**中图分类号:** Q657.3 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3964/j.issn.1000-0593(2012)01-0252-03

## 引言

佛手是一种名贵的传统中药, 近年来对佛手元素含量分析有不少报道, 主要采用 ICP-AES 法<sup>[1, 2]</sup>; 原子吸收分光光度法<sup>[3, 4]</sup>。X 射线荧光光谱法具有样品前处理误差小, 对样品非破坏等特点, 已成为元素分析的有效方法<sup>[5]</sup>, 在植物方面的应用也有报道<sup>[6]</sup>。以波长色散 X 射线荧光光谱法分析植物样品, 一般通过硼酸衬底制样, 但有些植物样品在测试过程中因 X 射线照射会出现表面脱落现象, 对仪器构成危害。本文采用 PW2400 波长色散 X 射线荧光光谱仪定性半定量分析(IQ<sup>+</sup>)法分析金华佛手中的微量元素, 结合元素分析仪分析 C, H, O, N 含量, 将 C, H, O, N 元素含量转化为平均分子式在 IQ<sup>+</sup> 中作为固定项处理, 同时采用 Mylar 膜将样

品包裹, 以防止样品经过 X 射线照射后表面脱落而掉到光管上危害仪器, 对 Mylar 膜进行膜系数校准。结果表面, 采用上述方法可以不用制作标准曲线, 不用添加粘合剂, 引入误差小, 分析速度快、安全等特点, 分析结果与标准曲线法吻合。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

PW2400 波长色散 X 射线荧光光谱仪(荷兰帕纳科); 粉碎机, 压片机(上海盛力) Vario III 元素分析仪(elementar); 万分之一电子天平; 烘箱; IQ<sup>+</sup> 软件。

### 1.2 原材料

佛手(学校商业街超市), Mylar 膜(上海帕纳科公司)。

Table 1 Condition of semi-quantitative analysis

扫描段	晶体	狭缝/ $\mu\text{m}$	探测器	过滤片	$2\theta$ 角度范围( $^\circ$ )	步长/ $^\circ$	时间/步(s)	管压/kV	管流/mA
1	LiF220	150	Scint	None	14~18.6	0.04	0.08	60	40
2	LiF200	150	Scint	brass(300 $\mu\text{m}$ )	12~21	0.03	0.1	60	40
3	LiF220	150	Scint	Al(750 $\mu\text{m}$ )	26.6~42	0.05	0.1	60	40
4	LiF220	150	Scint	Al(200 $\mu\text{m}$ )	37~62	0.05	0.08	60	40
5	LiF220	150	Flow	None	61~126	0.05	0.025	50	48
6	LiF200	150	Flow	None	76~146	0.08	0.05	24	100
7	Ge111	550	Flow	None	91~146	0.1	0.04	24	100
8	PE002	550	Flow	None	100~115	0.12	0.08	24	100
9	PE002	550	Flow	None	130~147	0.12	0.075	24	100
10	PX1	550	Flow	None	20~60	0.15	0.20	24	100

收稿日期: 2011-02-23, 修订日期: 2011-06-08

基金项目: 浙江省教育厅基金项目(Y200909201), 国家自然科学基金项目(31071868), 浙江师范大学实验技术开发项目(2009)资助

作者简介: 王志刚, 1977 年生, 浙江师范大学地理与环境科学学院工程师 e-mail: zjylgl@163.com

### 1.3 实验步骤

(1)将佛手烘干(60 °C),粉碎,称取 4 g,以硼酸衬底制样,用 Mylar 膜将样品包裹起来,保持测试面平整干净,待测。(2)用 IQ<sup>+</sup>扫描样品。(3)进行峰的匹配和检查。(4)另取样品采用 Vario III 元素分析仪器分析 C, H, O, N 含量,并折算成物质的量之比。(5)将平均分子式作为固定项在 IQ<sup>+</sup>中进行输入计算。(6)对膜系数进行校准。

### 1.4 基本分析条件

IQ<sup>+</sup>扫描条件见表 1。

## 2 结果分析

### 2.1 C, H, O, N 含量及 IQ<sup>+</sup>固定项处理

根据元素分析仪测试分析条件,佛手样品的 C, H, O, N 含量见表 2。

**Table 2 Contents of the elements C, H, O and N in bergamot(dry)(%)**

元素	C	H	O	N
含量/%	40.99	6.081	45.95	2.315

PW2400 波长色散 X 射线荧光光谱仪采用 IQ<sup>+</sup>分析测试

样品,其分析范围为 O—U,不能有效分析 C, H, N 含量。其次 IQ<sup>+</sup>是通过基本参数法来迭代浓度的,不能分析测试的元素含量对其他元素的计算有一定的影响,故需将 C, H, O, N 含量输入作为固定项或平衡项处理,实验证明其采用什么方式处理对其他元素分析结果准确性有较大影响。本文采用与元素分析仪器联用方式,一方面通过元素分析仪准确分析佛手(干)中 C, H, O, N 含量,另一方面利用 C, H, O, N 含量计算出平均分子式,将分子式在 IQ<sup>+</sup>中采用固定项处理,结果表明其他元素分析结果比较理想,结果见表 4。

### 2.2 膜系数校准

植物样品通过硼酸衬底压片,在实验中发现有些样品经过 X 射线照射后表面容易脱落,在分析过程中可能掉在光管上,对仪器造成危害。本文采用液样系统专用 Mylar 膜将佛手样品包裹住,即使测试过程中样品表面脱落也是在膜里面,减少对仪器的危害。但需要对膜进行系数校准,一方面需要校准 X 射线强度,另一方面需要校准 Mylar 膜内杂质元素干扰。膜系数校准前后佛手(干)结果见表 3。

### 2.3 准确度分析

将佛手(干)样品分别通过 X 射线荧光光谱仪标准曲线法和本法(IQ<sup>+</sup>)比较,结果见表 4。

从表 4 中可以看出,其分析结果与标准曲线法相吻合。

**Table 3 Analytical results of the film coefficient adjusted for bergamot(dry)(%)**

元素	Mg	Al	P	S	Cl	K	Ca	Mn	Fe	Sr
校准前	0.011	0.007	0.23	0.098	0.29	2.17	0.632	0.004	0.016	0.002
校准后	0.101	0.029	0.25	0.13	0.35	2.212	0.602	0.004	0.016	0.002

**Table 4 Analytical results of accuracy for bergamot(dry)(%)**

元素	Mg	Al	P	S	Cl	K	Ca	Mn	Fe	Sr
本法	0.101	0.029	0.25	0.13	0.35	2.212	0.602	0.004	0.016	0.002
标准曲线法	0.087	0.026	0.27	0.14	0.37	2.217	0.605	0.003 15	0.015 6	0.001 6

## 3 结 论

采用元素分析仪与 X 射线荧光光谱 IQ<sup>+</sup>联用方式,用膜

将样品包裹,可以分析佛手样品 14 种元素含量,分析方法不需要建立标准曲线,不需要粘合剂,前处理简单,分析准确度与标准曲线法吻合,是一种快速、灵活的测试方法。

## References

- [1] WANG Ying, XIN Shi-gang, QU Na(王莹,辛士刚,曲娜). Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory(光谱实验室), 2006, 23(2): 360.
- [2] MO Feng-shan, CHEN Jie, LI Shang-de(莫凤珊,陈杰,李尚德). Science of Guangdong Trace Elements(广东微量元素科学), 2005, 12(9): 67.
- [3] JIN Xiao-ling, WANG Qiong, CHEN Cai-juan(金晓玲,王琼,陈彩娟). Journal of Central South Forestry University(中南林学院学报), 2002, 22(4): 66.
- [4] ZENG Qi-fei(曾琦斐). Journal of Jiaying University(Natural Science)(嘉应学院学报·自然科学), 2010, 28(5): 75.
- [5] WANG Zhi-gang, LI Feng-quan, PAN Hong-mei(王志刚,李凤全,潘虹梅). Rock and Mineral Analysis(岩矿测试), 2008, 27(5): 383.
- [6] GUAN Ying, DING Xi-feng, WANG Wen-jing(关颖,丁喜峰,王文静). Chinese Journal of Pharmaceutical Analysis(药物分析杂志), 2006, 26(11): 1623.

## Analysis of 14 Elements for Jinhua Bergamot by X-Ray Fluorescence Spectrometry and Elemental Analyser

WANG Zhi-gang, YU Hong-mei

College of Geography and Environmental Sciences, Zhejiang Normal University, Jinhua 321004, China

**Abstract** The content of the elements C, H, O and N in Jinhua bergamot was analysed by using Vario III elemental analyser, the bergamot sample was scanned by using X-ray fluorescence spectrometer with PW2400 wavelength dispersion, and the content of the elements Mg, Al, P, S, Cl, K, Ca, Mn, Fe and Sr was analysed by using IQ<sup>+</sup> analytical method. It turned out that the result is more ideal if the content of the elements C, H, O and N is processed as fix phase, and the analytical result is more ideal if, to prevent the sample skin from coming off, the sample is wrapped with mylar film with the film coefficient adjusted.

**Keywords** Elemental analyser; XRF; IQ<sup>+</sup>; Mylar film; Bergamot

(Received Feb. 23, 2011; accepted Jun. 8, 2011)