

## نویسندگان

افسون نارویی<sup>۱\*</sup>حمیدرضا نبوی<sup>۲</sup>

\*Aanarooie7792@gmail.com

# روش‌های آماده‌سازی نمونه در آنالیز به روش طیف‌سنجی فلورسانس اشعه ایکس

## واژه‌های کلیدی

طیف‌سنج فلورسانس اشعه ایکس، آماده‌سازی نمونه، نمونه همگن، روش قرص‌های فشرده، روش قرص‌های ذوبی، نمونه‌های جامد، نمونه‌های مایع، پودرهای نرم.

## چکیده

مشابه هر روش آزمایشگاهی دیگر، آماده‌سازی بهینه نمونه برای انجام آنالیز شیمیایی با کیفیت بالا در آزمون فلورسانس اشعه ایکس<sup>۴</sup> ضروری بوده و یافتن روش مناسب برای این منظور، حائز اهمیت است. پنج روش رایج برای تهیه نمونه به‌منظور آنالیز به روش XRF وجود دارد. نمونه می‌تواند به یکی از صورت‌های قرص فشرده یا ذوبی، نمونه‌های جامد یا مایع و پودر نرم شده باشد که این اولین و مهم‌ترین مرحله در دستیابی به نتایج دقیق است. ما باید اطلاعات مطلوب را براساس نیاز، به‌طور دقیق، با تکرار (توسط اپراتورهای مختلف)، با روش‌های آسان، کم هزینه، دقیق و سریع ارائه دهیم.

در شروع کار، نمونه باید با استفاده از الک و احساس آردی شدن نمونه، مدت زمان آسیاب برای اطمینان از ریز شدن، بهینه‌سازی شده تا نمونه‌ای همگن تهیه شود. قرص‌هایی از نمونه تهیه می‌شود که دو نوع هستند: قرص‌های ذوبی و قرص‌های فشرده.

در قرص‌های ذوبی، نمونه با استفاده از کمک ذوب‌ها که بیشتر از ترکیبات عنصر بور (به ویژه بورات لیتیوم) هستند، ذوب می‌شود. در مورد قرص‌های فشرده، پودر نمونه با یک ماده چسبنده بی‌اثر مخلوط شده و در اثر فشار به قرص‌هایی تبدیل می‌شود که می‌توان آن‌ها را در دستگاه قرار داد. دیگر نمونه‌ها می‌توانند نمونه‌های جامد، مایع و یا پودرهای نرم باشند [۱ و ۲].

طیف‌سنجی فلورسانس اشعه ایکس یک روش تجزیه شیمیایی مقایسه‌ای بوده که قادر است بخش بزرگی از عناصر جدول تناوبی در مواد مختلف را شناسایی کند. از این روش، در صنعت و مراکز پژوهشی برای آنالیز لایه‌های سطحی مواد استفاده می‌شود. همچنین این دستگاه توانایی انجام آنالیز عنصری به صورت کمی برای نمونه‌های معدنی مانند: نمونه‌های زمین‌شناسی، کانی‌ها، سنگ‌ها، شیشه، سیمان، سرامیک‌ها، آلیاژهای فلزی و غیره را دارد. XRF تنها روش برای آنالیز عناصر است که اجازه می‌دهد اندازه‌گیری مستقیم نمونه بدون تخریب و هضم قبلی انجام شود.

یکسان بودن روش آماده‌سازی نمونه مورد مطالعه و نمونه استاندارد، یکنواخت و هموار بودن سطح مورد آزمایش نقش مهمی در دقت و صحت نتایج به دست آمده دارد؛ لذا روش‌های آماده‌سازی در این روش بسیار حائز اهمیت هستند.

برخلاف دیگر روش‌ها، آنالیز XRF نیازی به برنامه‌های آماده‌سازی سخت ندارد و روش‌های آماده‌سازی آن، ارزان، ساده، سریع و آسان هستند [۱ و ۳].

## انواع نمونه‌های قابل استفاده در آنالیز با روش طیف‌سنجی فلورسانس اشعه ایکس

### نمونه‌های بالک

نمونه‌های جامد شامل قطعاتی از نمونه‌های برش و جلا داده شده فلزی، الکترونیکی و یا پلاستیکی هستند که نیازی به آماده‌سازی ندارند. نمونه ایده‌آل برای تجزیه به روش XRF دارای یک سطح به طور کامل صاف است. اگر سطوح نمونه نامنظم باشد، فاصله بخش‌های مختلف نمونه تا منبع اشعه ایکس تغییر می‌کند؛ در ضمن پراکندگی پرتو اتفاق می‌افتد که باعث ایجاد خطا در نتایج حاصل از آنالیز خواهد شد. از آنجایی که تمام تجهیزات XRF بر اساس فاصله ثابت نمونه تا منبع اشعه ایکس، کالیبره می‌شوند، تغییر فاصله می‌تواند شدت هر عنصر موجود در نمونه را افزایش یا کاهش دهد. حتی برای نمونه‌های خیلی صاف، پرداخت سطح می‌تواند بر نتیجه آنالیز به ویژه برای عناصر سبک تاثیرگذار باشد.

### نمونه‌های پودر

در مرحله نمونه‌برداری ۱۰ کیلوگرم برداشت می‌شود. ۱۰ تا ۱۰۰۰ گرم پودر از آسیاب آن مهیا شده و ۱ تا ۱۰ گرم نمونه ذوب شده بدست می‌آید. برای جدا کردن نمونه جامد به منظور آزمایش نکات زیر رعایت شود:

- مقدار نمونه انتخابی نماینده کل نمونه مورد آنالیز باشد؛
  - همگن باشد؛
  - اندازه ذرات به اندازه کافی کوچک باشد؛
  - سطح مورد آنالیز صاف و بدون بی‌نظمی باشد [۱، ۲ و ۶].
- هدف از آماده‌سازی، بدست آوردن نمونه‌ای معرف و نرم است که مراحل آن برای نمونه‌های جامد عبارتند از:
۱. خشک کردن: در ابتدا تمام نمونه‌ها با حرارت لازم به طور کامل خشک می‌شوند؛

۲. خردایش: در این مرحله، نمونه‌ها با استفاده از سنگ‌شکن‌های فکی تا ابعاد حدود ۳ الی ۷ میلی‌متر خرد می‌شوند؛
۳. نمونه‌گیری: از نمونه خرد شده به طور حدودی ۵۰ گرم با استفاده از تقسیم کننده‌های شانه‌ای انتخاب می‌شود؛
۴. نرمایش: نمونه آماده شده با استفاده از آسیاب دیسکی در مدت زمان لازم تا حدود ۷۵ میکرون (مش ۲۰۰) نرم می‌شود. در صورت لزوم قرص‌هایی از نمونه تهیه می‌شود که دو نوع هستند: قرص‌های ذوبی و قرص‌های فشرده.

### پودرهای نرم

در آنالیز مواد پودری، نمونه به طور معمول در یک نگهدارنده پلاستیکی با محافظ فیلم پلاستیکی قرار داده می‌شود. سطح نمونه که در معرض پرتو ایکس است باید صاف باشد. به طور دقیق‌تر، نمونه به صورت همگن و بدون فضای خالی برای آنالیز مناسب است. برای اطمینان از شناسایی تمام عناصر باید ضخامت مناسبی از پودر ایجاد شود؛ لذا به طور متداول حدود ۱۵ گرم نمونه استفاده می‌شود.

### قرص‌های فشرده

فشرده‌سازی پودر تشکیل دهنده قرص‌ها، امری حساس است. این فرآیند شامل آسیاب کردن نمونه برای بدست آوردن یک پودر خوب با حالت ایده‌آل، اندازه ذرات کمتر از ۷۵ میکرومتر و سپس مخلوط کردن آن‌ها با چسب مناسب و اعمال فشار حدود ۲۰ تا ۳۰ نیوتن بر مخلوط همگن درون قالب برای تولید قرص نمونه‌ها است. چسب به طور معمول از ترکیبات بی‌اثر مانند موم سلولزی، نشاسته و غیره است که با نسبت ۲۰ تا ۳۰ درصد با نمونه مخلوط می‌شود. این روش آماده‌سازی نمونه به دلیل آسیاب کردن، فشرده‌سازی نمونه‌های همگن و ایجاد قرص با ضخامت کافی و بدون فضای خالی، نتایج آنالیز بهتری نسبت به پودر نرم می‌دهد.

قرص‌های فشرده به اثر اندازه ذرات حساس هستند. بزرگترین محدودیت این روش، اثرات ساختار نمونه (بافت<sup>۵</sup> نمونه) است که به طور عمده بر آنالیز عناصر اصلی تاثیر می‌گذارد. تهیه قرص‌های

محافظ مناسبی به منظور جلوگیری از نفوذ آلودگی استفاده شود. در زمان آنالیز مایعات باید محیطی شفاف در مقابل اشعه ایکس قرار گیرد، لذا باید پوشش محافظ مناسبی بکار برد. طیف گسترده‌ای از پوشش‌های محافظ ضخیم مانند کاپتان<sup>۶</sup>، پلی پروپیلن<sup>۷</sup> و مایلر<sup>۸</sup> برای استفاده وجود دارند. این فیلم‌ها در شرایط کنترل شده زیست محیطی طراحی شده تا عاری از آلاینده‌هایی باشند که بر اطلاعات XRF تأثیر می‌گذارد.

مایلر انتخابی عالی برای نگهداری و آنالیز نمونه‌های مایع است و بیشتر برای شناسایی گوگرد در سوخت‌ها و روغن‌ها استفاده می‌شود. این فیلم محافظ، استحکام کششی بالایی داشته و باعث انعکاس پرتو نمی‌شود. با این حال، از لحاظ شیمیایی با استرها، آروماتیک‌ها، کتون‌ها و یا الکل‌های آلیفاتیک سازگار نیست.

پلی پروپیلن فیلم نازک پلاستیکی است که دارای درصد عبور بالای پرتو هم برای عناصر سبک و هم برای عناصر سنگین، حتی در غلظت‌های پایین است. به‌طور معمول ضخامت ۶ تا ۱۲ میکرومتر دارد که افزایش ضخامت آن به امنیت فیلم در برابر پاره شدن تصادفی آن می‌افزاید. پلی پروپیلن دارای انتقال پرتو بهتری به نسبت مایلر بوده، اما دارای استحکام کششی کمتری است.

کاپتان یک ماده پلی ایمید قوی با رنگ نارنجی یا زرد درخشان در طیف گسترده‌ای از درجه حرارت پایدار است و به‌طور معمول ضخامتی حدود ۷/۵ میکرومتر دارد. کاپتان به‌صورت تقریبی هر نمونه‌ای را پشتیبانی می‌کند.

هنگامی که بهترین فیلم محافظ انتخاب شد، در بالای کاپ نمونه قرار می‌گیرد و یک عدد حلقه پلاستیکی که کمی بزرگتر از کاپ نمونه است روی آن به آرامی اما محکم، فشار داده می‌شود. این فیلم باید تا حد ممکن صاف باشد زیرا هر چروکی روی نتیجه آنالیز تأثیر می‌گذارد.

پس از این که کاپ نمونه با فیلم مناسب پوشش داده شد، سل به طیف‌سنج XRF منتقل و آنالیز نمونه انجام می‌شود. پس از تکمیل آنالیز، می‌توان سل را برای آزمایش و استفاده مجدد بازیابی کرد و یا اینکه دیگر از آن استفاده نکرد [۱، ۲، ۴ و ۵].

### نکات مهم در آماده‌سازی نمونه برای آنالیز دقیق XRF

از الزامات آماده‌سازی نمونه برای آزمون اطمینان از ریز بودن نمونه به اندازه کافی است تا در نهایت نمونه همگنی فراهم آید بدین منظور پس از خردایش، نمونه را از الک با مش مناسب عبور داد. لذا باید مدت زمان مناسبی برای آسیاب کردن نمونه تعیین کرد. زمان دستگاه آسیاب از روی تأثیر آن در ریز شدن نمونه مشخص می‌شود.

در صورت نیاز به داشتن قرص، قرص فشرده از نمونه تهیه می‌شود، لذا باید اندازه ذرات نمونه یکنواخت باشد. به‌منظور کاهش گرما و خنک کردن هنگام آماده‌سازی نمونه‌ها، تا ۱۰ درصد از

فشرده به نسبت ساده و ارزان بوده و برای آماده‌سازی آن‌ها فقط دستگاه آسیاب پودر و پرس نمونه نیاز است. این قرص‌ها برای اندازه‌گیری عناصر در محدوده ppm عالی هستند.

### قرص‌های ذوبی

قرص ذوبی، نمونه یکنواختی برای XRF است؛ به همین دلیل به‌عنوان روشی ایده‌آل برای آماده‌سازی جامدات محسوب می‌شود. قرص ذوبی با مخلوطی از نمونه نرم شده (اندازه ذرات کمتر از ۷۵ میکرومتر) و ماده‌ای گدازآور (کمک ذوب) با نسبت مشخص (ماده گدازآور/نمونه از ۱:۵ تا ۱:۱۰) با حرارتی در دامای ۹۰۰ تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد درون بوته پلاتینی تولید می‌شود. نمونه در مخلوط تترابورات لیتیوم یا مخلوط تترابورات/تترابورات حل شده و در یک قالب ته صاف ریخته می‌شود. دیسک شیشه‌ای حاصل شده یا قرص ذوبی بدست آمده، نماینده‌ای همگن از اکسیدهای آزاد مواد معدنی است [۹].

از مزایای این روش، کاهش اثرات کانی‌شناسی یا اثرات بافت است که منجر به نتایج دقیق‌تر و توانایی ترکیب چندین نوع نمونه با برنامه کالیبراسیون مشابه است.

استفاده کمتر از قرص‌های ذوبی بدلیل رقت نسبی بالای نمونه است که اثر منفی بر آنالیز عناصر کمیاب دارد. قرص‌های ذوبی معمولی ضخامتی حدود ۳ میلی‌متر دارند و به علت ضخامت برای عناصر سنگین‌تر حساس هستند. قرص‌های ذوبی معمولاً به هزینه‌های اولیه بالاتری نیازمندند.

### نمونه‌های مایع:

برای مایعاتی همچون روان‌کننده‌ها، سوخت‌ها و روغن‌ها، بهبود کیفیت و فرمول‌های جدید و پیچیده به‌منظور کاهش هزینه‌ها در حال بررسی است. در نتیجه، محققان باید میزان و نوع آلودگی مایعات را بررسی کنند. فلورسانس اشعه ایکس، آلاینده‌ها و مقادیرشان را به درستی ردیابی و شناسایی می‌کند. XRF روش مناسبی برای پایش بنزین، سوخت‌های دیزلی، نفت، نفت گاز، نفت خام، سوخت‌های زیستی، افزودنی‌های روان‌کننده و زباله‌های پالایشگاه‌های نفت است.

این روش مطابق با استانداردهای بین‌المللی ASTM است، بطور مثال:

■ D۲۶۲۲: روش استاندارد برای بررسی گوگرد در محصولات نفتی [۱۰]؛

■ D۶۳۳۴ و D۵۰۵۹: روش‌های استاندارد برای تشخیص گوگرد و سرب در بنزین [۱۱ و ۱۲].

یک کاپ نمونه XRF، یک فویل شفاف و یک طیف‌سنج XRF لوازم اساسی مورد نیاز هستند. انواع کاپ‌های نمونه با توجه به نیاز، وجود دارند که به‌صورت یکبار مصرف طراحی شده‌اند.

مایعات با روشی مشابه به نمونه‌های پودری نرم داخل ظرف نمونه پلاستیکی ریخته می‌شوند. برای آنالیز نمونه‌های مایع محدودیت‌های زیادی وجود دارد اما نکته اصلی این است که از فیلم

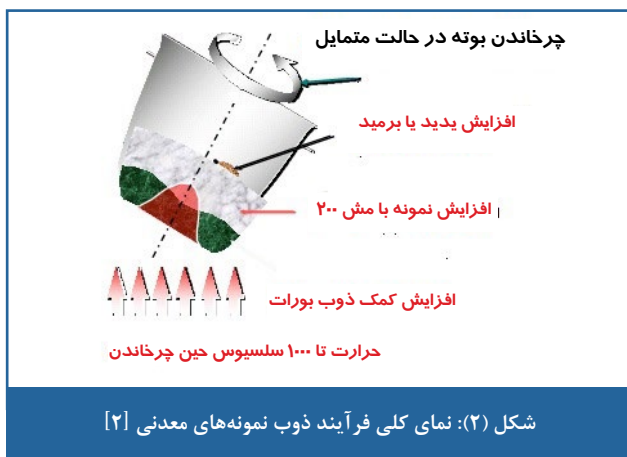
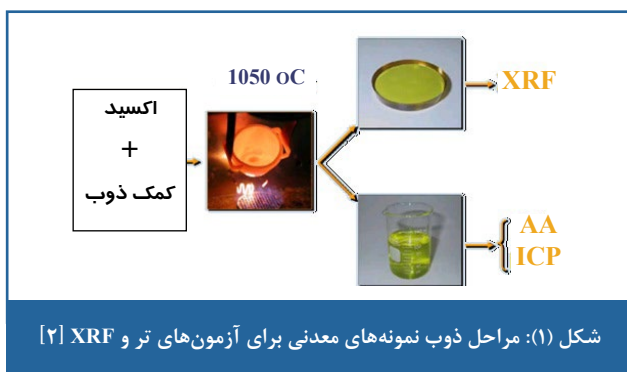


جدول (۱): مقایسه نتایج حاصل از آنالیز یک نمونه مشابه با اندازه ذرات متفاوت [۱]

روش ذوبی	<75 $\mu\text{m}$	>75 $\mu\text{m}$
SiO <sub>2</sub>	۳۶/۹	۳۱/۸
TiO <sub>2</sub>	۰/۴۴	۰/۳۱
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	۹/۴۰	۱۰/۶۱
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	۰/۰۷	۰/۰۷
MnO	۰/۲۹	۰/۲۴
MgO	۱۲/۳	۱۰/۵
CaO	۳۴/۳	۴۱/۳
Na <sub>2</sub> O	n/d	n/d
K <sub>2</sub> O	۰/۰۱	۰/۰۲
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	۰/۰۰۲	۰/۰۰۸
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	۴/۲۸	۲/۹۳
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	۰/۰۵	۰/۰۵
SO <sub>3</sub>	۰/۷/۰	۱/۰

### دستوالعمل عمومی به منظور تهیه قرص ذوبی

به منظور آماده‌سازی در روش ذوبی، همانطور که در شکل‌های (۱) و (۲) آمده است باید نمونه را هنگام چرخاندن تا ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد حرارت داد. بوته حاوی بورات مذاب را توزین نمود و به آن نمونه ۲۰۰ مش اضافه کرد. دیدید یا برومید به‌عنوان عامل جلوگیری کننده از چسبندگی قرص به قالب افزوده می‌شود.



میکرو سلول‌ها استفاده می‌شود. قابل توجه است که قرص‌های آماده شده باید پایدار، بدون ترک خوردگی و بدون گرد و غبار آلوده کننده باشند [۱ و ۷].

### دستوالعمل عمومی به منظور تهیه قرص فشرده

خرد کردن در آسیاب (ظرف ۱۰۰ سی‌سی) به مدت ۹۰ ثانیه، که گاهی بسته به بافت نمونه ۴۵ تا ۱۲۰ ثانیه به زمان نیاز دارد. ۵ تا بیش از ۲۰ گرم از نمونه مجهول در ظرف ۱۰۰ سی‌سی، ریخته می‌شود.

مقدار سلولز مصرفی ۰/۵ گرم (حداکثر ۲ گرم) است. سلولز در صورت نیاز براساس حجم نمونه و روش آماده‌سازی (به‌عنوان مثال، برای نمونه‌هایی که با روش کاپ یا ساندویچ فشرده آماده می‌شود) مورد استفاده قرار می‌گیرد. نمونه به مدت زمان ۱۵ ثانیه در فشار ۲۰ تا ۳۰ نیوتن در قالب یا رینگ‌های مخصوص فشرده می‌شود [۱ و ۲].

چرا و چه زمانی از آماده‌سازی به روش قرص فشرده استفاده می‌شود؟

آنجا که مواد مرجع با بافت یکسان در دسترس بوده و از طرفی مرجع (استاندارد) و نمونه به اندازه کافی مشابه هم باشند ارتباط بین استانداردها و نمونه به خوبی برقرار می‌شود. لذا آنالیز اجزای مجهول، به‌طور مطلوب صورت می‌پذیرد. همچنین به دلیل سهولت استفاده و راحتی آموزش به اپراتور، هزینه پایین و سرعت بالا، برای نمونه‌هایی که دارای قابلیت آماده‌سازی با این روش هستند، برای ردیابی عناصر مورد نظر و تشخیص نمونه‌های مجهول این روش پیشنهاد می‌شود [۱، ۲ و ۶].

### اثر اندازه ذرات بر پودرهای در معرض فشار برای آنالیز با XRF

شکل و اندازه ذرات، تعیین کننده میزان فشار مورد استفاده در مرحله آماده‌سازی است. همچنین ضخامت لایه مورد آنالیز تحت تاثیر اندازه و چگونگی توزیع ذرات است. قابل ذکر است که اندازه ذرات، شکل و اثر مسطح بودن را در بیشتر مواقع نمی‌توان پیش‌بینی کرد و با نوع بافت متفاوت خواهد بود [۱]. در جدول شماره (۱)، مقایسه نتایج حاصل از آنالیز یک نمونه مشابه با اندازه ذرات متفاوت، ارایه شده است [۱].

### مزایا و معایب روش فشرده‌سازی پودر

#### ■ مزایا:

همان‌گونه که ذکر شد از مزایای این روش، سرعت بالا، هزینه کم، سهولت در یادگیری، دقت بالا و حد تشخیص خوب آن است.

#### ■ معایب:

معایب قابل بیان این روش، اثر اندازه ذرات، زبری سطح، ناهمگنی و مشکلات مربوط به بافت نمونه است [۱، ۲ و ۶].

## مزایای استفاده از این روش

- حذف اثر اندازه ذرات؛
- حذف اثر کانی‌شناسی؛
- حذف اثر زبری؛
- تامین سطح یکنواخت عالی؛
- ایجاد استانداردهایی با بافت یکنواخت ناشناخته؛
- اجازه تصحیح بافت؛
- ارائه بالاترین دقت؛
- ارائه صحت بالا؛
- اجازه استفاده از استانداردهای با بافت غیرهمسان؛
- اجازه ایجاد استانداردهای ترکیبی؛
- استفاده آسان.

## دقت و صحت اندازه‌گیری در روش ذوبی

همان‌طور که در شکل (۵) مشاهده می‌شود دقت (نزدیکی و توافق بین نتایج در آزمون‌های تکراری) و صحت (نزدیکی نتایج به نتیجه واقعی) در روش قرص ذوبی قابل ملاحظه است. اما با توجه به آنچه که در شکل (۵) سمت چپ و جدول (۲) نمایان است نتایج آزمون XRF که نمونه به روش پودر فشرده آماده شده، علی‌رغم دقت نتایج دارای صحت به نسبت متوسطی است.

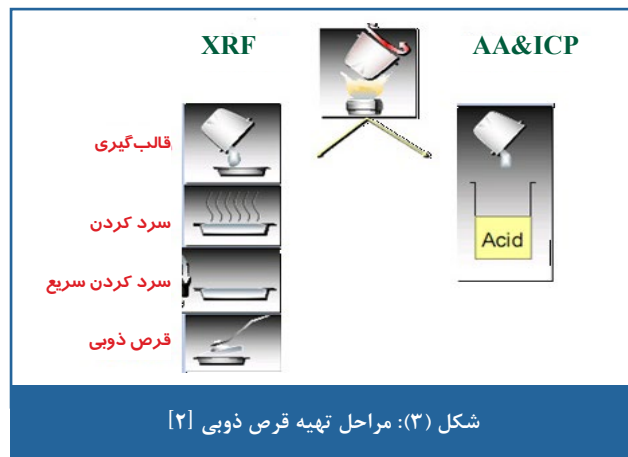


شکل (۵): مقایسه چگونگی تجمع عناصر در دو روش ذوبی و فشرده [۲]

جدول (۲): مقایسه پودر فشرده با ذرات ذوب شده در یک نگاه [۱ و ۲]

پودر فشرده	ذرات ذوب شده	روش ذوبی
۵ تا ۳۰ (سخت)	۱۰۰ تا ۲۰۰ (راحت)	اندازه مطلوب پودر (میکرون)
سخت	راحت (ترکیبی)	استانداردهای دریافتی
بله	خیر	تأثیرپذیری از اندازه ذرات
بله	خیر	تأثیرپذیری کانی‌شناسی
۵	۱۵	زمان مورد نیاز برای یک نمونه (دقیقه)
۱۵	۱۵ (در صورتی که دستگاه سه نمونه هم‌زمان ذوب کند)	زمان مورد نیاز برای سه نمونه (دقیقه)
۰/۱ تا ۱۰ درصد	۰/۱ تا ۱ درصد	دقت

برای آماده‌سازی مطابق شکل (۳)، نمونه را در قالب مخصوص ریخته، ابتدا به تدریج در معرض هوای آزاد سپس با خنک کننده قوی سرد می‌شود، در پایان قرص شیشه‌ای بدست می‌آید [۱، ۲ و ۸].



شکل (۳): مراحل تهیه قرص ذوبی [۲]

این روش برای خاک‌ها، خاک رس در زمین‌شناسی، کاتالیزورها، شیشه‌ها و سنگ‌های معدنی مورد استفاده است (شکل (۴)).



شکل (۴): نمونه‌هایی از قرص‌های مذاب تهیه شده، از نمونه‌های خاک، خاک رس و زمین‌شناسی، کاتالیزورها و شیشه‌ها [۲]

اما یک سوال اساسی در اینجا مطرح است که در تهیه قرص‌های ذوبی برای عناصر S, Cl, F, Br، چه نمونه‌ها چه اتفاقی می‌افتد؟

قرص ذوبی نمونه‌های حاوی عناصر مذکور، مشابه دیگر نمونه‌ها با اضافه کردن کمک ذوب تهیه می‌شود. در مواردی که احتمال فراریت عناصر مذکور باشد از ممانعت‌کننده‌های مناسب استفاده می‌شود.

## چه زمانی از روش ذوبی استفاده می‌شود؟

اگر استانداردها یا نمونه‌هایی با بافت یکسان وجود نداشته باشد، این مورد بیشترین استفاده را دارد. به عبارت دیگر، زمانی که شما می‌دانید نمونه و استانداردها دارای بافت همسانی نیستند، یا وقتی محدوده کالیبراسیون بزرگتری برای مواد مورد نیاز باشد از روش ذوب استفاده می‌شود [۱، ۲ و ۸].

## پی‌نوشت

۱. کارشناسی ارشد شیمی معدنی، سازمان زمین‌شناسی و اکتشافات معدنی کشور، مرکز زاهدان
۲. کارشناسی ارشد شیمی فیزیک، مرکز پژوهش متالورژی رازی
۳. عضو کارگروه تخصصی پرتو ایکس

4. X-Ray Florescence (XRF)
5. Matrix
6. Kapton
7. Polypropylene
8. Mylar

## نتیجه‌گیری

روش‌های بسیاری برای تهیه نمونه به‌منظور آنالیز با دستگاه XRF وجود دارد که روش انتخابی به نوع نمونه، میزان هزینه مورد نظر و کیفیت نتایج مورد نیاز وابسته است. روش آماده‌سازی خوب و اندازه مناسب ذرات باعث می‌شود تا تاثیر تداخل بافتی و تداخل طیفی کمتر شده و در نتیجه، دقت و صحت نتایج افزایش یابد، لذا در اولین گام، مهمترین مرحله به‌منظور دستیابی به نتایج دقیق دستیابی به روش مناسب برای آماده‌سازی نمونه است. توجه در یکسان بودن روش آماده‌سازی نمونه مجهول و نمونه استاندارد نقش مهمی در دقت و صحت نتایج حاصله دارد؛ لذا روش‌های آماده‌سازی در این روش بسیار حائز اهمیت هستند.

## مراجع

- [1] Dave Coler, The 5 most common ways to prepare samples for XRF analysis, 2015
- [2] John A. Anzelmo, Mathieu Bouchard, Marie-Ève Provencher, X-ray Fluorescence Spectroscopy, Part II: Sample Preparation, Spectroscopy, Volume 29, Issue 7, Jul 01, 2014
- [3] James P. Willis, Clive E. Feather, Ken Turner, Guidelines for XRF Analysis, 2014
- [4] Victor E. Buhrke, Ron Jenkins, Deane K. Smith, Preparation of specimens for X-ray fluorescence and xray diffraction analysis, ISBN 0-471-19458-1, New York, USA, 1998
- [5] V. Buhrke, R. Jenkins, D. Smith, Preparation of Specimens for X-ray Fluorescence and X-ray Diffraction Analysis, Wiley-VCH, New York, pp. 83–100, 1998
- [6] Denver X-ray Conference XRF sample preparation workshop, available at:<http://www.dxcicdd.com/14/program.htm#workshops>
- [7] M. Bouchard, J.A. Anzelmo, S. Rivard, A. Seyfarth, L. Arias, K. Behrens, S. Durali-Muller, Adv. X-Ray Anal, 53, 263–279, 2010
- [8] Corporation Scientifique Claisse Inc., Advances in XRF sample preparation by fusion, Sainte-Foy (Quebec), Canada, 2001
- [9] Ming-Xing Ling, Ying Liu, Hong Zhang, Weidong Sun, Sample Preparation and X-Ray Fluorescence Analysis of Sulfide Ores, Pages 1598-1605, Received 04 Nov 2013, Accepted 10 Dec 2013, Accepted author version posted online: 24 Feb 2014, Published online: 24 Feb 2014
- [10] ASTM D2622-16, Standard Test Method for Sulfur in Petroleum Products by Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016, [www.astm.org](http://www.astm.org)
- [11] ASTM D6334-12(2017)e1, Standard Test Method for Sulfur in Gasoline by Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, [www.astm.org](http://www.astm.org)
- [12] ASTM D5059-07, Standard Test Methods for Lead in Gasoline by X-Ray Spectroscopy, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2007, [www.astm.org](http://www.astm.org)