

Kimyager Gökhan SENGÖR
Ant Teknik Cihazlar –
Aplikasyon Uzmanı



EDX-7000 Enerji Dağılımlı X-Ray Floresans Spektrometre ile **Atık Yağın Miktarsal Analizi**



Şekil 1.
Shimadzu
EDX-7000/8000
Spektrometre

Son yıllarda, özellikle çevresel hassasiyetlerin de artması ile birlikte, elemental analizlerde EDX kullanımı daha fazla ilgi görmeye başlamıştır.

Gelişen teknoloji ile EDX cihazları, analiz hassasiyeti açısından, dalgaboyu dağılımı tipte cihazlarla karşılaştırılabilir performans sergilemeye başlamıştır. EDX cihazları toz veya sıvı numuneleri olduğu gibi analiz etme olanağı gibi özelliklerinin yanı sıra kullanıcılara geniş uygulama alanları da sunmaktadır. Uygulama alanları arasında RoHS, toprak, atık vb. çevresel analizler de bulunmaktadır. EDX ile atık yağ analizi örneğin bir kap içerisinde dökülmesiyle hızlı ve pratik bir şekilde gerçekleştirilebilmektedir.

Bu makalede, atık yağ benzeri özellik gösteren bir yağ numunesinin EDX-7000 kullanılarak gerçekleştirilen analizi tekrarlanabilirlik ve dedeksiyon limitleri açısından değerlendirilmiştir. Sonuçlar geleneksel modellerin 1,5 ila 4 katı hassasiyete inilebildiğini ve ölçüm süresinin kısaldığını göstermiştir.

Numune

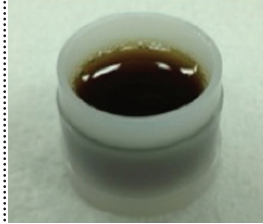
75 cSt Hidrokarbon Yağındaki Aşınma Metalleri
A23-10, 30, 50, 100, 300, 500 (her biri 10, 30, 50, 100, 300, 500 ppm)
Conostan Baz Yağ (0 ppm)

Elementler

22Ti, 23V, 24Cr, 28Ni, 29Cu, 30Zn, 47Ag, 48Cd, 50Sn, 51Sb, 56Ba, 82Pb

Numune Hazırlama

Yaklaşık 8 mL örnek 5µm inceliğinde polipropilen film ile kaplanmış bir numune haznesine konulmuş ve sonrasında ölçüm gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.
Atık yağ analizi –
numune hazırlama

Numunenin fotoğrafı Şekil 2'de gösterilmektedir.

Miktarsal Analiz, Dedeksiyon Limitleri (LLD)

Hedef elementlerin spektral profilleri Şekil 3'te gösterilmektedir. A23-50 spektral intensitelerden (NET, BG) teorik minimum dedeksiyon limitlerinin hesaplanması için aşağıdaki formül kullanılmıştır. Sonuçlar

Tablo 1'de gösterilmektedir.

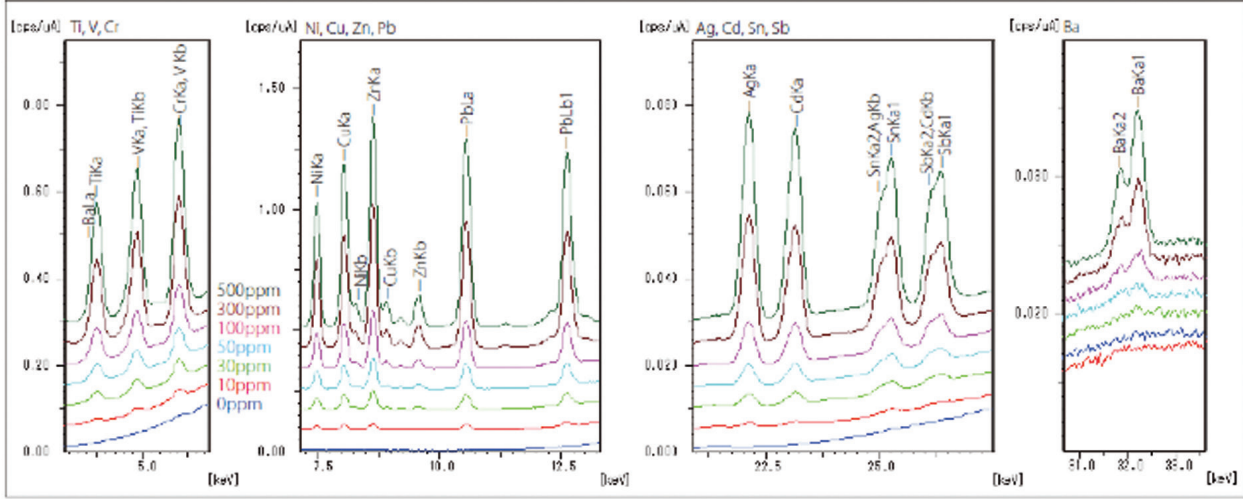
Ayrıca, Ti, V, Cr vb. elementlerle çakışma durumlarında intensite çakışma düzeltmesi kullanılmıştır.

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

İntensite [cps/µA]
C: Yağdaki konsantrasyon [ppm]
T: İntegrasyon süresi (sn)
A: Akım değeri [µA]

Tablo 1. (Teorik) Minimum Dedeksiyon Limitleri

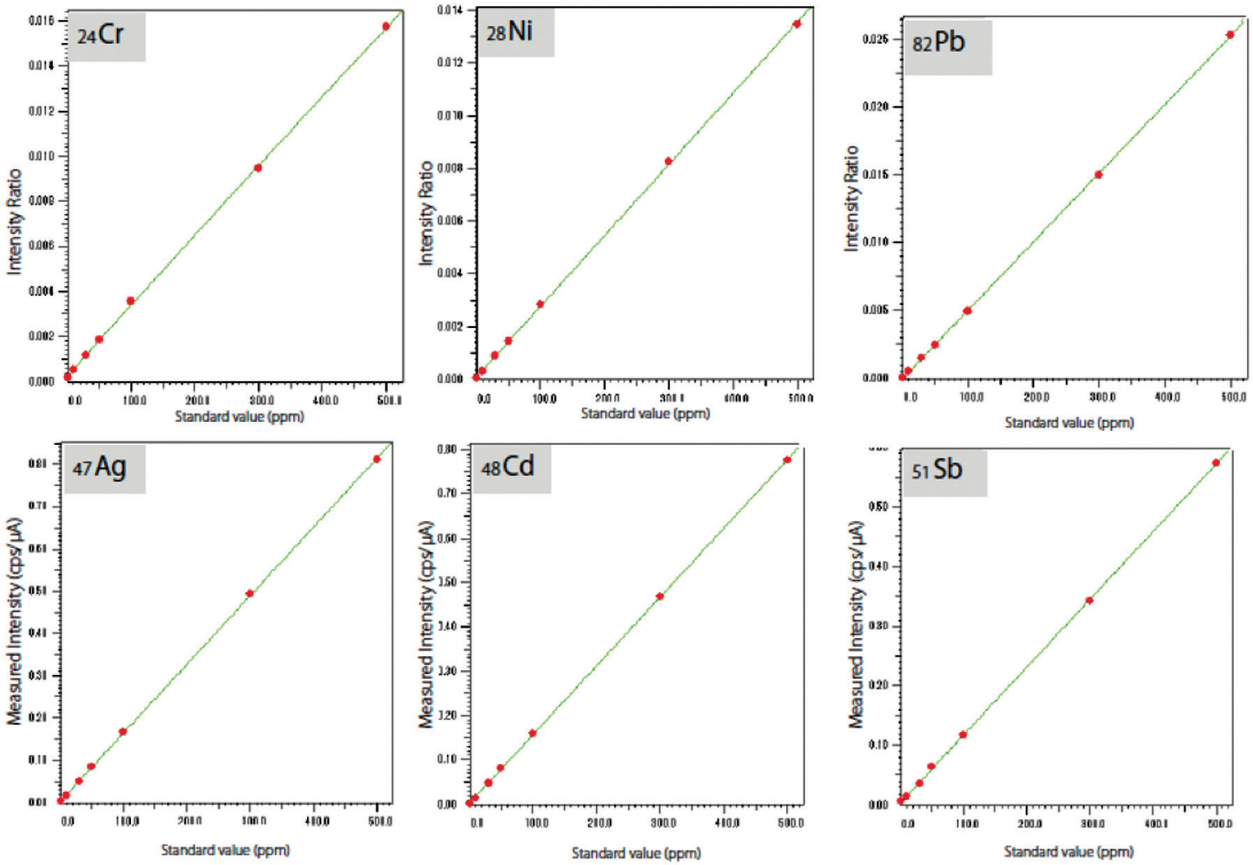
Element	22Ti	23V	24Cr	28Ni	29Cu	30Zn	47Ag	48Cd	50Sn	51Sb	56Ba	82Pb
L.L.D. (300 sn)	1.2	1.3	1.2	0.4	0.3	0.3	0.7	0.9	1.9	2.8	9.9	0.3
L.L.D. (100 sn)	2.2	2.2	2.1	0.7	0.6	0.5	1.3	1.5	3.2	4.9	17.2	0.5



Şekil 3. Ölçülen Elementlere ait X-Ray Floresans Spektrumları

Kalibrasyon Eğrileri

Cr, Ni, Ag, Cd, Sb ve Pb'ye ait kalibrasyon eğrileri Şekil 4'te, ilgili kalibrasyon eğrilerinin (1 σ) hassasiyet değerleri Tablo 2'de gösterilmektedir. Lineer kalibrasyon eğrileri elde edilebilmesi için, Ti, V, Cr, Ni, Cu, Zn ve Pb için internal standart (saçılan radyasyon) düzeltmesi uygulanmıştır.



Şekil 4. Cr, Ni, Ag, Cd, Sb, Pb için Kalibrasyon Eğrileri

Tablo 2. Kalibrasyon Eğrilerinin Hassasiyet Değerleri

Element	²² Ti	²³ V	²⁴ Cr	²⁸ Ni	²⁹ Cu	³⁰ Zn	⁴⁷ Ag	⁴⁸ Cd	⁵⁰ Sn	⁵¹ Sb	⁵⁶ Ba	⁸² Pb
Hassasiyet (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

Tekrarlanabilirlik

Yukarıdaki kalibrasyon eğrileri metodu kullanılarak gerçekleştirilen tekrarlanabilirlik test sonuçları Tablo 3'te gösterilmektedir. Her bir element için 100 saniyelik integrasyon süresi kullanılmıştır.

Tablo 3. A23 - 300 için Tekrarlanabilirlik

Element	²² Ti	²³ V	²⁴ Cr	²⁸ Ni	²⁹ Cu	³⁰ Zn	⁴⁷ Ag	⁴⁸ Cd	⁵⁰ Sn	⁵¹ Sb	⁵⁶ Ba	⁸² Pb
Konsantrasyon	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
Ortalama	302	298	297	303	300	300	303	303	303	299	308	298
Standart Sapma	3.0	1.7	2.0	2.2	2.4	2.4	2.0	1.6	3.3	2.3	9.3	1.6
Varyasyon Katsayısı [%]	1.0	0.6	0.7	0.7	0.8	0.8	0.7	0.5	1.1	0.8	3.0	0.6

Analitik Koşullar

Cihaz	: EDX-7000	Kolimatör (mmΦ)	: 10
Elementler	: Ti, V, Cr, Ni, Cu, Zn, Ag, Cd, Sn, Sb, Ba, Pb	Ana filtreler	: #1, #2, #4
Analitik Grup	: Çalışma eğrisi	Atmosfer	: Hava
X-Ray Tüpü	: Rh hedefi	Dedektör	: SDD
Tüp Voltajı (kV)	: 15, 50	İntegrasyon süresi (sn)	: 100, 300
Akım (μA)	: Otomatik	Hazırlık süresi (%)	: Maks. 30

Referanslar

- Shimadzu Uygulama Notu, X253

Ant Teknik Hakkında

Ant Teknik olarak kuruluş yılımız olan 1999'dan bu yana Kalite Kontrol ve Ar-Ge laboratuvarlarına yönelik cihaz satışı, teknik servis ve yedek parça temini; validasyon, aplikasyon ve eğitim hizmetleri sunuyor; anahtar teslim laboratuvar projeleri gerçekleştiriyoruz. İstanbul, Ankara, Adana, İzmir ve Bakü'deki ofislerimiz; 90'ın üzerinde çalışanımız ve bölge bayilerimizle gıda, ilaç, kimya ve çevre gibi birçok farklı alanda yenilikçi analitik çözümler sunuyoruz.

ler sunuyoruz.

Konularında dünyanın en saygın üreticileri arasında yer alan Shimadzu Corporation, Rudolph Research, JeioTech, Hitachi, Fungilab, GLSciences, Restek, AccuStandard, Teknokroma, Hellma ve PSS gibi 20'nin üzerinde firmayı Türkiye'de temsil ediyoruz.

Ant Teknik ailesi olarak sektördeki deneyimimizi sizlerle paylaşmaya devam ediyor; deneyimimizle başarınıza katkıda bulunmanın gururunu taşıyoruz.