

## PHECDA-LE 产品技术白皮书



产品名称：X 射线荧光硫分析仪

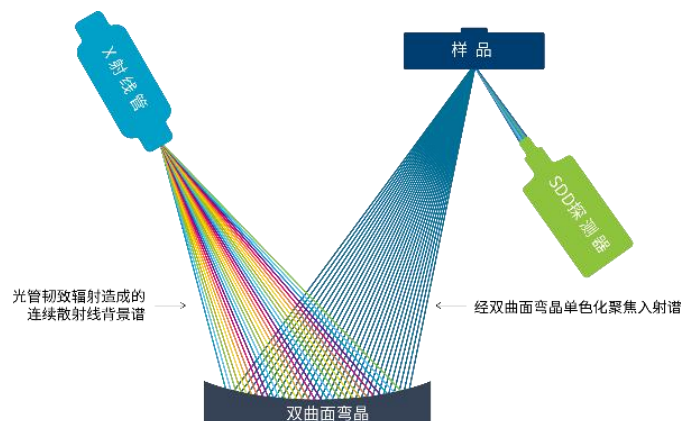
型号：PHECDA-LE

### 1. 产品的选配先进性

汽油炼制、流通过程中需要控制硫、氯、硅、磷、铝等元素的含量，而通常采用多种分析方法检验这些元素的含量值，譬如：采用紫外荧光或单波长 X 射线荧光检测硫含量；采用微库仑检测氯的含量；采用等离子体发射光谱检测硅的含量等，造成分析方法繁琐、投资高、使用成本高。

PHECDA-LE 是应对石化产品中同时分析轻元素（硫、氯、硅、磷、铝等）应运而生的新一代单波长 X 射线荧光光谱仪，其对轻元素的检出限都低于 1ppm，分析范围从原油到成品汽柴油，成为一次性分析油品中硫、氯、硅含量提供准确的分析方法。

## 1.1 硬件核心技术：单色化聚焦激发技术



全聚焦双曲面弯晶衍射 X 射线管出射谱中高强特征 X 射线，将 X 射线光管出射谱单色化并聚焦入射到样品一点，因此从样品出射的 X 射线除了样品中的元素被激发产生的荧光 X 射线和单色化入射谱线的散射线外，不存在 X 射线管韧致辐射所引起的连续散射背景，从而大幅降低元素荧光射线的散射线背景。

单波长 X 射线荧光光谱仪与当前先进的硅漂移探测器（SDD）是天作之合，硅漂移探测器计数率最高达到 110 万 CPS，所探测样品荧光射线的立体角也受到接受晶体面积的限制，单波长聚焦激发降低入射射线背景射线强度的同时，又聚焦激发，提升 SDD 探测的样品元素荧光射线立体角，大幅提升元素荧光射线信噪比。

单波长 X 射线荧光光谱仪将元素检出限降低至亚 ppm 水平，从而满足微量和痕量元素分析需求。

北京安科慧生科技有限公司是单波长 X 射线荧光光谱法的发明专利获得者，专利号：ZL 2015 1 0567341.1

证书号第 3459355 号



## 发明专利证书

发 明 名 称：一种高灵敏度单色激发多元素 X 射线荧光光谱仪

发 明 人：刘小东;滕云;李伯伦

专 利 号：ZL 2015 1 0567341.1

专利申请日：2015 年 09 月 08 日

专 利 权 人：北京安科慧生科技有限公司

地 址：100024 北京市朝阳区管庄大院北京五色石宾馆 212 室

授权公告日：2019 年 07 月 19 日

授权公告号：CN 105115999 B

国家知识产权局依照中华人民共和国专利法进行审查，决定授予专利权，颁发发明专利证书并在专利登记簿上予以登记。专利权自授权公告之日起生效。专利权期限为二十年，自申请日起算。

专利证书记载专利权登记时的法律状况。专利权的转移、质押、无效、终止、恢复和专利权人的姓名或名称、国籍、地址变更等事项记载在专利登记簿上。



局长  
申长雨

申长雨



第 1 页 (共 2 页)

其他事项参见背面

## 1.2 软件核心技术：经验系数法

- (1) 理论计算解决 XRF 基体效应、元素间吸收-增强效应、探测器效应等
- (2) 提升元素定量精度
- (3) 扩展样品适应范围

XRF 面临的难题是基体效应、元素间吸收-增强效应、标准样品欠缺等问题，从而对于不同类型样品的定量分析带来挑战。

经验系数法通过对 X 射线荧光光谱从产生到探测的各个环节进行计算，将物理学明确的物理现象建立相应的数学模型，通过少数标准品的校正即可得到元素精确定量分析结果。

安科慧生历经十几年的积累，成功将经验系数法与先进数学模型应用于 XRF 定量分析中，极大提升元素定量精度和样品适应性。

经验系数法同 Advanced MM 结合，具有如下几点：

### ① 完整性

从入射 X 射线光强度分布、X 射线光与样品相互作用、元素荧光射线产生到探测器探测整个过程均采用先进数学模型进行理论计算，得到样品中元素理论含量，理论含量具有明确的物理学意义，能够诠释 X 射线荧光从产生到探测的整个过程。

### ② 高精度

算法充分计算了基体效应、元素间吸收-增强效应、元素谱线重叠与干扰、探测器效应等，理论计算值具有一定的定量精度，且在一定样品范围内（样品应用方法含盖范围）均能得到一致的定量精度，通常情况下，仅需要 1-3 个标准样品（或定值样品）的校正即可修正定量误差，达到高精度元素定量结果。

同时经验系数法支持计算值与标准样品标准值之间建立校正曲线，进一步提升元素定量精度。

### ③ 适用性（开发支持）

先进的经验系数法使用于各类样品的应用方法开发，通过编辑元素定量列表，调整部分分析参数，可以迅速建立各类样品的定量分析方法。

#### ④ 可视化

软件具有可视化界面，元素谱峰、元素计算含量等均可可视化。

### 1.3 仪器特点

#### （1）轻元素分析一体化

X 射线荧光硫分析仪 PHECDA-LE：硫 LLD：0.15ppm，氯 LLD：0.1ppm，硅 LLD：0.8ppm，磷 LLD：0.5ppm，铝 LLD：6ppm，同时可以分析元素周期表中从 Na 到 Ti 的区间元素，可以扩展分析 C、N、O、F 等元素。

#### （2）选择性激发

采用高通量全聚焦双曲面弯晶技术，将 X 射线管出射高强靶材特征谱单色化聚焦入射样品，选择性激发样品中轻元素，降低背景干扰，提升峰背比。

#### （3）能量自动锁定功能

仪器拥有良好的长期稳定性，能量自动锁定，半年之内无需校准。

#### （4）采用高性能 SDD 探测器

硅漂移探测器（SDD）是核心部件，其性能取决于晶体面积、窗口材料、计数率、分辨率等，PHECDA 系列采用当今高性能的 SDD 探测器，确保元素分析性能。

#### （5）二次窗口保护膜

样品口处设有二次窗口保护膜，对探测器进一步保护，避免其污染。

#### （6）高稳定性

光路固锁系统，工厂精密调谐后，不再产生位移或偏差，最大限度保证了仪器的长期稳定性。

#### （7）低消耗

无需复杂的仪器维护，只需要消耗样品杯与样品膜。

## 2. 产品的安全可靠

单波长 X 射线荧光光谱仪，PHECDA-LE 采用严苛的射线安全防护与安全措施，保证设备正常使用的任何情况下电离辐射水平与环境背景一致，即操作使用人员免于此辐射装置的照射。采取的射线安全防护措施有高能射线防护材料、光闸联动、开盖切断高压电源、射线迷踪防护等，在实践中证明射线安全防护的安全性及可靠性。

### 2.1 高能射线防护材料

X 射线管发射 X 射线后的光路材料采用高纯钨铜合金材料，厚度为 6mm，因此具备完全防护射线穿透防护材料。

### 2.2 光闸联动

PHECDA-LE 光路原理图可知，X 射线管照射样品前设置光闸，光闸是由 5mm 厚度的铅组成，50kV 无法激发铅，同时无法穿透 6mm 厚度的铅层。PHECDA-LE 在日常操作使用中，只有样品盖关闭时（此时 X 射线处于高能防护材料安全防护中）才打开光闸开关，此时 X 射线管出射 X 射线才有机会照射样品。因此，只有在放置样品且关闭样品盖时，光闸才能被打开。

### 2.3 开盖切断高压电源

X 射线荧光光谱仪 PHECDA-LE 在操作使用中，若由于误操作，在 X 射线光正在照射样品收集信号情况下打开样品盖，此时即刻触发安装在样品盖下方光电传感器，此光电传感器被触发，即刻切断 X 射线管的高压电源，射线源被关闭。

### 3. 产品的稳定性

#### 3.1 可分析元素种类:

单波长 X 射线荧光光谱仪硫 LLD: 0.15ppm, 氯 LLD: 0.1ppm, 硅 LLD: 0.8ppm, 磷 LLD: 0.5ppm, 铝 LLD: 6ppm, 同时可以分析元素周期表中从 Na 到 Ti 的区间元素, 可以扩展分析 C、N、O、F 等元素;

#### 3.2 分析范围

硫元素分析的浓度范围: 包含 0.5ppm~50000ppm, 并可通过工作曲线扩展至更高浓度。

#### 3.3 检出限

硫 LLD: 0.15 ppm, 氯 LLD: 0.1 ppm, 硅 LLD: 0.8 ppm

磷 LLD: 0.5 ppm, 铝 LLD: 6.0 ppm。

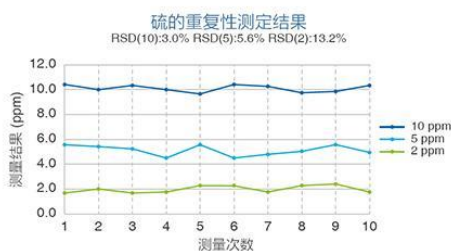
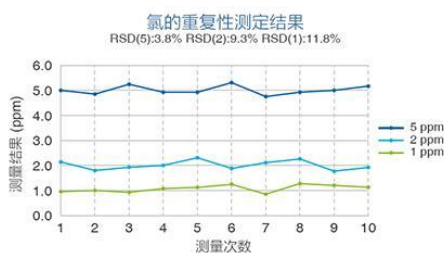
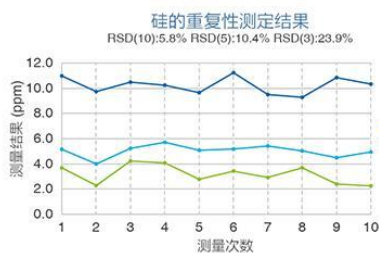
#### 3.4 重复性

硫  $r \leq 0.8$  ppm(5.0 ppm), 2.5 ppm(50ppm)

氯  $r \leq 0.2$  ppm(2.0 ppm), 0.5 ppm(10 ppm)

硅  $r \leq 2.0$  ppm(10 ppm)

铝  $r \leq 3.0$  ppm(30 ppm)



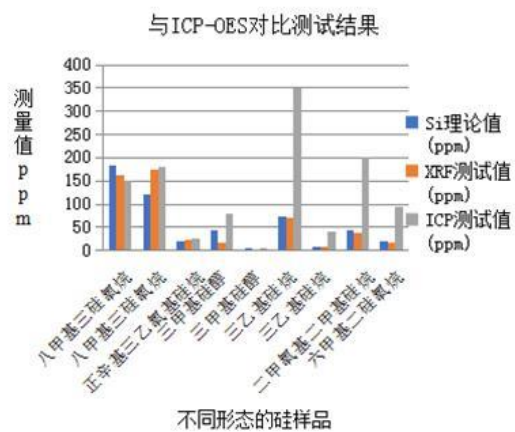


### 3.5 测试时间

30 秒-600 秒（用户可选）

### 3.6 准确性

支持计算值与标准样品标准值之间建立校正曲线，进一步提升元素定量精度。





## 4. 产品的易操作性



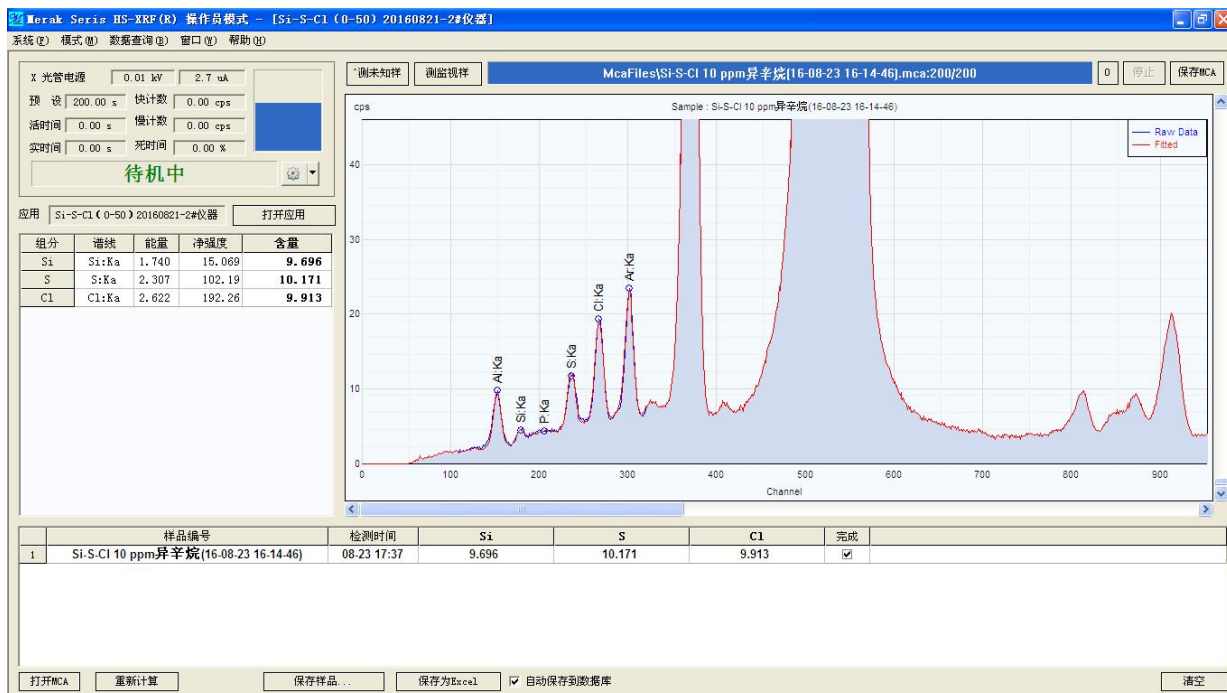
### 4.1 仪器基本操作

- (1) 依次仪器主机开关和氢气发生器电源开关，打开电脑。
- (2) 双击桌面图标，选择操作人员，输入密码，仪器联机。
- (3) 放入压好膜的样品，点击“测未知样”，输入样品编号，点“OK”开始测试。



- (4) 测试结果显示在谱图下方，同时数据将自动保存。
- (5) 点击“数据查询”可查看已测样品的测试结果，再次点击“数据查询”返回测试界面。
- (6) 纯中文操作界面，简单易懂。

谱图与数据一同显示，对未知样品可从谱图出峰的情况直观看到元素含量情况。



Merak Series HS-XRF(R) 操作员模式 - [数据查询 [操作员:Admin]]

系统(F) 登录 模式(M) 数据查询(B) 窗口(W) 帮助(H)

专家模式 操作员模式 数据查询 纯元素谱 退出系统 关于Merak

应用 Si-S-Cl (0-50) 2017-03-05 ① 样品名称 ② 时间从 2017/ 3/ 6 ③ 2017/ 3/ 8 ④ 查询 删除选中 保存到文档

样品编号	检测时间	操作员	Si	S	Cl
1 5 ppm-01	17-03-06 10:44	Admin	5.13	4.99	4.77
2 5 ppm-02	17-03-06 10:50	Admin	5.59	4.84	4.74
3 5 ppm-04	17-03-06 11:03	Admin	4.58	4.83	4.55
4 5 ppm-05	17-03-06 11:09	Admin	4.95	4.93	5.02
5 5 ppm-06	17-03-06 11:15	Admin	5.75	4.92	4.80
6 5 ppm-07	17-03-06 11:20	Admin	4.85	4.78	4.66
7 5 ppm-08	17-03-06 11:26	Admin	5.13	4.90	4.59
8 5 ppm-09	17-03-06 11:32	Admin	6.42	4.84	4.74
9 5 ppm-10	17-03-06 11:45	Admin	5.35	4.67	4.70
10 5 ppm-11	17-03-06 11:50	Admin	4.30	4.83	4.66
11 5 ppm-12	17-03-06 11:58	Admin	6.65	5.01	4.92
12 5 ppm-13	17-03-06 12:03	Admin	5.87	4.82	4.82
13 50 ppm-1	17-03-06 12:39	Admin	51.36	49.10	49.58
14 50 ppm-2	17-03-06 12:45	Admin	51.12	49.70	49.70
15 50 ppm-3	17-03-06 12:50	Admin	50.80	49.56	49.70
16 10 ppm-1	17-03-06 12:59	Admin	10.39	10.04	9.86
17 10 ppm-2	17-03-06 13:04	Admin	10.88	9.83	9.96
18 10 ppm-3	17-03-07 08:47	Admin	11.62	10.10	10.05
19 10 ppm-4	17-03-07 08:54	Admin	10.37	10.22	10.17
20 10 ppm-5	17-03-07 08:59	Admin	10.35	10.23	10.19
21 10 ppm-6	17-03-07 09:06	Admin	12.20	10.10	10.17
22 10 ppm-7	17-03-07 09:12	Admin	10.38	10.21	10.08
23 1 ppm-1	17-03-07 09:28	Admin	1.46	1.05	0.92
24 1 ppm-2	17-03-07 09:34	Admin	2.17	1.06	0.89

统计量 成分或含量 S 样本个数 12 平均值 4.8633 标准偏差 0.0935 RSD 1.92%

## 5. 技术参数和规格

### 5.1 原理

依赖全聚焦型双曲面弯晶技术实现 X 射线光管出射谱单色化聚焦激发样品，降低 X 射线管散射线背景干扰，大幅降低元素检出限，达到对样品中痕量元素分析能力；

### 5.2 X-射线照射方式

下照射（X 射线激发及检测系统在分析样品的下方），全聚焦型双曲面弯晶技术，单色化聚焦入射样品；

### 5.3 X 射线管

铬阳极靶，微焦斑 X 射线光管，最大功率 20W；

### 5.4 样品口

使用样品杯时，固体直径 50mm，样品最大允许高度 50mm。液体和粉末样 $\geq 20$  mL。具有自旋装置，可以减少由于样品不均匀造成的分析误差；具有二次窗口防护膜，易于更换和维护。另外自动开关盖设计，软件控制；

### 5.5 探测器

硅漂移探测器 SDD 探测器，装机实测分辨率 $\leq 130\text{eV}$  @ Mn K $\alpha$ ，最大计数率 $\geq 1100\text{Kcps}$ ；

### 5.6 射线安全

X-射线光管具有自动保护装置，样品盖与光管高压电源联动，具有自动锁定功能，仪器周围与环境背景一致；

### 5.7 气氛保护

提供自动氦气气路系统，提升轻元素检出能力；

### 5.8 自动进样盘

位数 31 位，样品位都带有用于液体样品分析的二次安全窗，防止泄露；

## 5.9 测定样品类型

固体、粉末、液体。

## 5.10 能量自动锁定功能

样品盘内置仪器能量锁定用的固体校正样，保证分析稳定性。仪器带有 3 个 SUS 样，可用于校准曲线的再标准化，减少日常使用中液体标样的使用，降低使用费用；

## 5.11 数据处理及软件系统

(1) 经验系数法软件：对物理学明确的 X 射线荧光理论建立和采用基本参数库，包括谱线分数、质量吸收系数、荧光产额等，同时采用全谱拟合算法；

(2) 先进数学模型：建立背景扣除、探测器效应等先进的数学模型，达到对 X 射线荧光谱图智能、精确处理；

(3) 探测器相应反馈控制 X 射线管技术；仪器硬件状态全景参数配置与显示；

(4) 可实现便捷的简单例行分析、定性和全定量分析，全面的 X 射线校准模式，可储存分析结果、显示光谱扫描、下载校准曲线、输出数据和简单易用的数据备份；

(5) 具备工作曲线自动再标准化功能，能够进行工作曲线漂移自动校准；

(6) 分析时间：30 秒至 600 秒。

## 5.12 环境要求及湿度要求

(1) 温度 10℃ 至 40℃；

(2) 湿度 < 85Rh

本产品为我公司原产正品，保证质检合格后全新状态出库。我公司对产品品质做出承诺和保证，确保所提供产品的品质，完全符合国家强制性标准、行业推荐标准及我公司的企业标准。