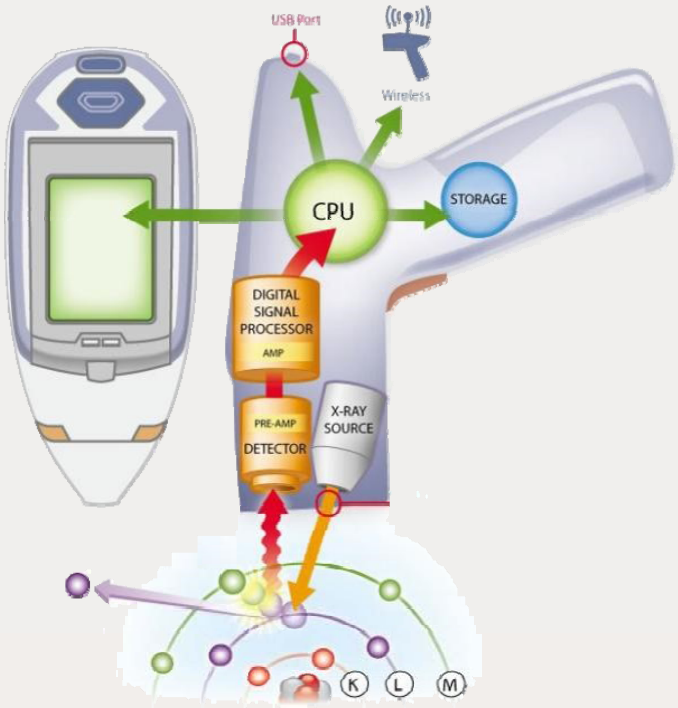
HOLGER HARTMANN
Kunnskap og kvalitet

Håndholdt XRF
Er XRF resultater fra felt troverdige ?

Arne K. Bjerklund
HOLGER HARTMANN AS

PRINSIPP

XRF



- Innkommende røntgenstråler treffer overflaten av prøven
- Den høye energien sparker ut et elektron i innerste skall og det oppstår en ledig plass
- Et elektron fra skallet utenfor hopper inn og fyller tomrommet
- Prosessen frigir energi i form av røntgenfluorescens
- Signalet detekteres av detektoren og forsterkes
- Signalprosessoren digitaliserer signalet, lager spekteret og beregner konsentrasjonen
- Resultatene av analysen vises på skjermen og analysen blir automatisk lagret
- Resultater overføres til PC via WiFi, Bluetooth eller USB

Det periodiske System

H Hydrogen 1																	He Helium 2
Li Lithium 3	Be Beryllium 4											0.18 B Boron 5	0.28 C Carbon 6	0.39 N Nitrogen 7	0.53 O Oxygen 8	0.68 F Fluorine 9	0.85 Ne Neon 10
1.04 1.07 Na Sodium 11	1.25 1.30 Mg Magnesium 12											1.49 1.55 Al Aluminum 13	1.74 1.83 Si Silicon 14	2.02 2.14 P Phosphorus 15	2.31 2.46 S Sulfur 16	2.62 2.82 Cl Chlorine 17	2.96 3.19 Ar Argon 18
3.31 3.59 K Potassium 19	3.69 4.01 Ca Calcium 20	4.09 4.46 Sc Scandium 21 0.40 0.40	4.51 4.93 Ti Titanium 22 0.45 0.46	4.95 5.43 V Vanadium 23 0.51 0.52	5.41 5.95 Cr Chromium 24 0.57 0.58	5.90 6.49 Mn Manganese 25 0.64 0.65	6.40 7.06 Fe Iron 26 0.70 0.72	6.93 7.65 Co Cobalt 27 0.78 0.79	7.48 8.26 Ni Nickel 28 0.85 0.87	8.05 8.90 Cu Copper 29 0.93 0.95	8.64 9.57 Zn Zinc 30 1.01 1.03	9.25 10.26 Ga Gallium 31 1.10 1.12	9.89 10.98 Ge Germanium 32 1.19 1.21	10.54 11.73 As Arsenic 33 1.28 1.32	11.22 12.50 Se Selenium 34 1.38 1.42	11.92 13.29 Br Bromine 35 1.48 1.53	12.65 14.11 Kr Krypton 36 1.59 1.64
13.39 14.96 Rb Rubidium 37 1.69 1.75	14.16 15.83 Sr Strontium 38 1.81 1.87	14.96 16.74 Y Yttrium 39 1.92 2.00	15.77 17.67 Zr Zirconium 40 2.04 2.12	16.61 18.62 Nb Niobium 41 2.17 2.26	17.48 19.61 Mo Molybdenum 42 2.29 2.40	18.41 20.59 Tc Technetium 43 2.42 2.54	19.28 21.66 Ru Ruthenium 44 2.56 2.68	20.21 22.72 Rh Rhodium 45 2.70 2.83	21.18 23.82 Pd Palladium 46 2.84 2.99	22.16 24.94 Ag Silver 47 2.98 3.15	23.17 26.09 Cd Cadmium 48 3.13 3.32	24.21 27.27 In Indium 49 3.29 3.49	25.27 28.48 Sn Tin 50 3.44 3.66	26.36 29.72 Sb Antimony 51 3.61 3.84	27.47 30.99 Te Tellurium 52 3.77 4.03	28.61 32.29 I Iodine 53 3.94 4.22	29.80 33.64 Xe Xenon 54 4.11 4.42
30.97 34.98 Cs Cesium 55 4.29 4.62	32.19 36.38 Ba Barium 56 4.47 4.83		55.76 63.21 Hf Hafnium 72 7.90 9.02	57.52 65.21 Ta Tantalum 73 8.15 9.34	59.31 67.23 W Tungsten 74 8.40 9.67	61.13 69.30 Re Rhenium 75 8.65 10.01	62.99 71.40 Os Osmium 76 8.91 10.35	64.89 73.55 Ir Iridium 77 9.19 10.71	66.82 75.74 Pt Platinum 78 9.44 11.07	68.79 77.97 Au Gold 79 9.71 11.44	70.82 80.26 Hg Mercury 80 9.99 11.82	72.86 82.56 Tl Thallium 81 10.27 12.21	74.96 84.97 Pb Lead 82 10.55 12.61	77.10 87.34 Bi Bismuth 83 10.84 13.02	79.30 89.81 Po Polonium 84 11.13 13.44	81.53 92.32 At Astatine 85 11.42 13.87	83.80 94.88 Rn Radon 86 11.72 14.32
86.11 97.47 Fr Francium 87 12.03 14.77	88.47 100.1 Ra Radium 88 12.34 15.23	57-71	33.44 37.80 La Lanthanum 57 4.65 5.04	34.72 39.26 Ce Cerium 58 4.84 5.26	36.02 40.75 Pr Praseodymium 59 5.03 5.49	37.36 42.27 Nd Neodymium 60 5.23 5.72	38.65 43.95 Pm Promethium 61 5.43 5.96	40.12 45.40 Sm Samarium 62 5.64 6.21	41.53 47.03 Eu Europium 63 5.85 6.46	42.98 48.72 Gd Gadolinium 64 6.06 6.71	44.47 50.39 Tb Terbium 65 6.28 6.98	45.99 52.17 Dy Dysprosium 66 6.50 7.25	47.53 53.93 Ho Holmium 67 6.72 7.53	49.10 55.69 Er Erbium 68 6.95 7.81	50.73 57.58 Tm Thulium 69 7.18 8.10	52.36 59.35 Yb Ytterbium 70 7.41 8.40	54.06 61.28 Lu Lutetium 71 7.65 8.71
		89-103	90.89 102.8 Ac Actinium 89 12.65 15.71	93.35 105.6 Th Thorium 90 12.97 16.20	95.86 108.4 Pa Protactinium 91 13.29 16.70	98.43 111.3 U Uranium 92 13.61 17.22	101.1 114.2 Np Neptunium 93 13.95 17.74	103.7 117.2 Pu Plutonium 94 14.28 18.28	106.5 120.3 Am Americium 95 14.62 18.83	109.3 123.4 Cm Curium 96 14.96 19.39	112.1 126.6 Bk Berkelium 97 15.31 19.97	115.0 129.8 Cf Californium 98 15.66 20.56	118.0 133.1 Es Einsteinium 99 16.02 21.17	121.1 136.5 Fm Fermium 100 16.38 21.79	125.2 141.0 Md Mendelevium 101 16.74 22.55	127.4 143.5 No Nobelium 102 17.11 23.23	130.6 147.1 Lr Lawrencium 103 17.48 23.93

HOLGER HARTMANN
Kunnskap og kvalitet

BRUKSOMRÅDER

- Metallanalyse
- Analyse av forurenset grunn
- Miljøkartlegging av bygg
- Trykkimpregnert trevirke
- Tungmetaller i konsumvarer
- Analyse av geologiske prøver
- Konservering og arkeologi
- Analyse av edle metaller
- Og mye annet…….

KALIBRERING

- Matriksavhengig teknikk som krever ulike kalibreringer
- Kalibreringene er basert på prøver som er tørre, finmalte, homogene og har en tykkelse som, for instrumentet, er «uendelig tykke»
- Utstyret kommer kalibrert fra leverandør og er verifisert med sertifiserte standarder
- Daglig kontroll og justering utføres av operatør
- Årlig kalibrering og verifisering mot sertifiserte standarder av leverandør

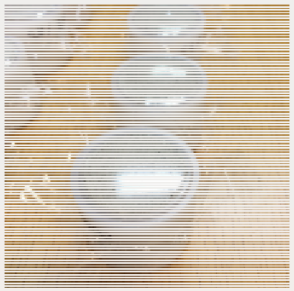
Prøvepreparering

Analyse av jord

Prøve:
«Kvantitative / kvalitative» resultater?

Kartleggingsresultater:
- Fjern løv, kvister
- Analyser rett på bakken.

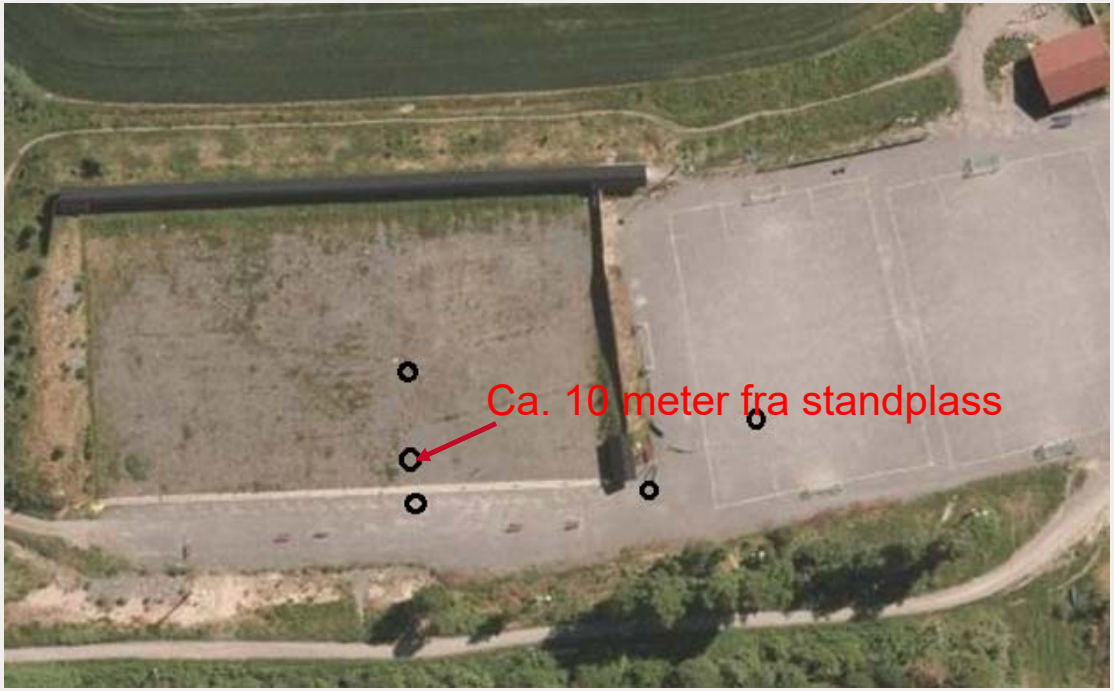
Labresultater:
- Tørkes
- Homogeniseres
- Knuses
- Siktes
- Overføres til prøvekopper



HOLGER HARTMANN
Kunnskap og kvalitet

EKSEMPEL

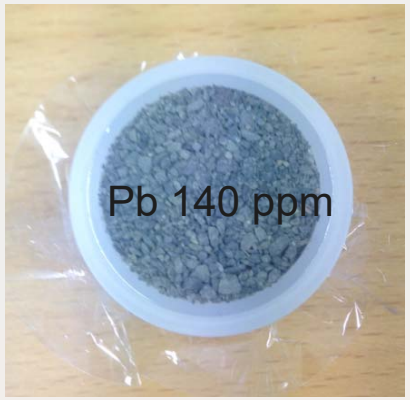
Blyforurenset grunn

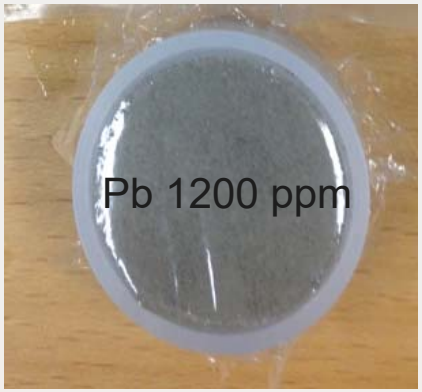


10 METER
STANDPLASS
Nasco WHIRL-PAK
Original prøve
Pb 300 ppm

2mm maske

250um (0,25mm) maske


Pb 140 ppm


Pb 1200 ppm

Prøven finmalt med kaffekvern

Vegdirektoratet
Trafikksikkerhet, miljø- og teknologiavdelingen
Tunnel og betong
15.12.2016

Statens vegvesen

Bruk av XRF på bergartar for vurdering av miljørisiko

Eksempel frå Rv 4 Gran og E18 Grimstad – Kristiansand

STATENS VEGVESENS RAPPORTAR Nr. 516

HOLGER HARTMANN
Kunnskap og kvalitet

Bergartsprøver, f.eks. alunskifer

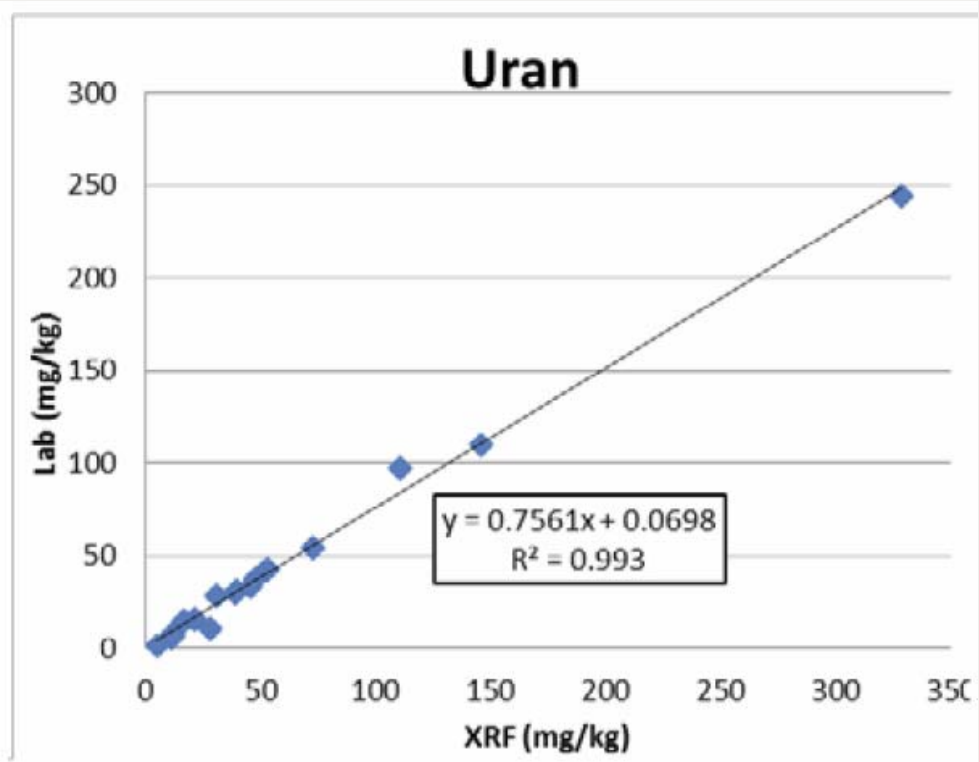
Kilde: Statens vegvesen rapport 516

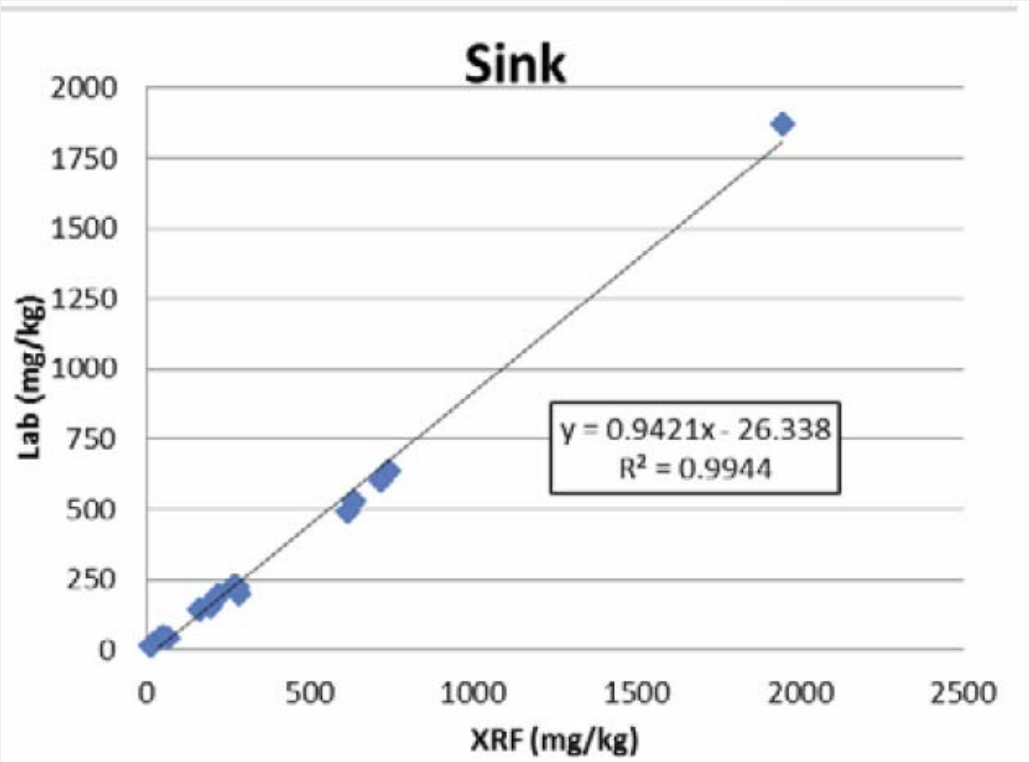
Det er ofte nødvendig å etablere eit sett av *kalibreringsstandardar* :

- Ein vel først ut ein serie med typiske bergartsprøver som dekker observert variasjon innan eige prosjektområde. Dette må bygge på relativt grundig geologisk feltarbeid.
- Deretter analyserer ein desse bergartane med ein kvantitativ metode ved akkreditert laboratorium for å skaffe fram «fasit»: Det er viktig at det eksterne laboratoriet leverer tilbake finknust representativt pulver.
- Analyserer til slutt dei same prøvane (finknust pulver) med XRF-instrumentet stabilt plassert i holdar etter metoden vist i Figur 4.

XRF vs. LAB

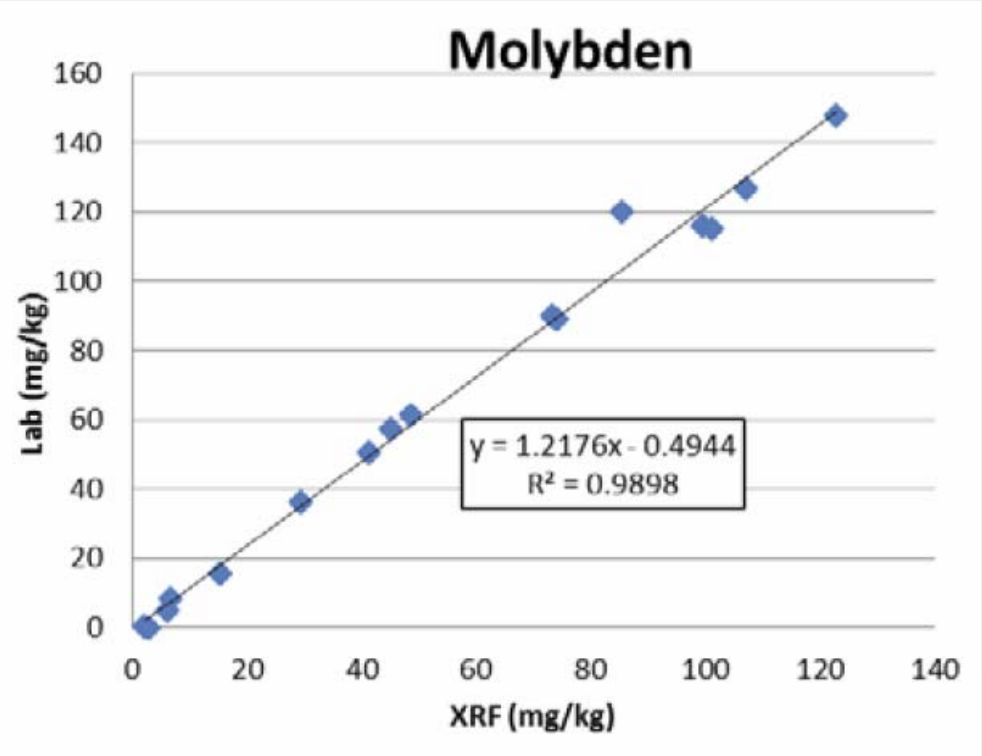
Kilde: Statens vegvesen rapport 516

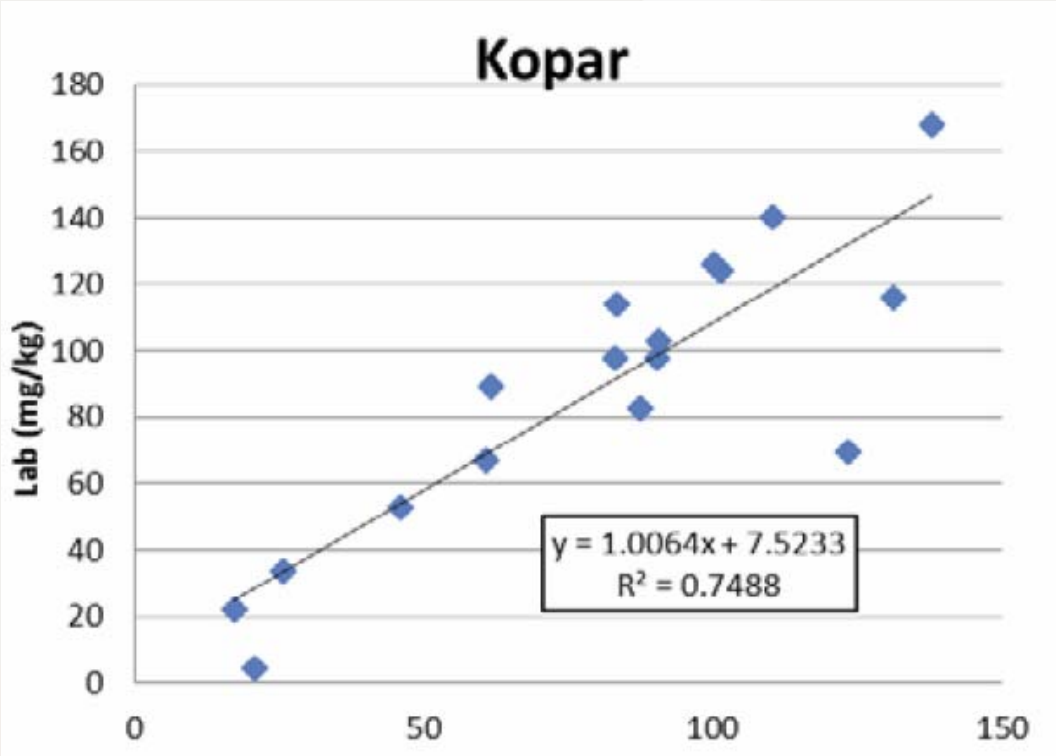




XRF vs. LAB

Kilde: Statens vegvesen rapport 516

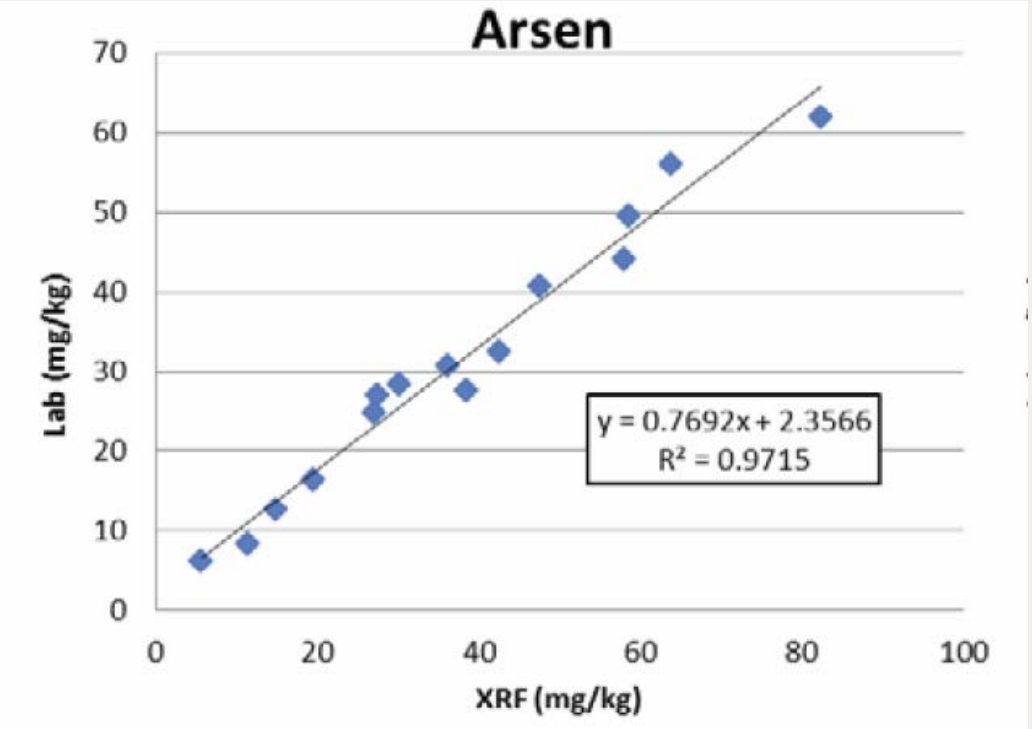


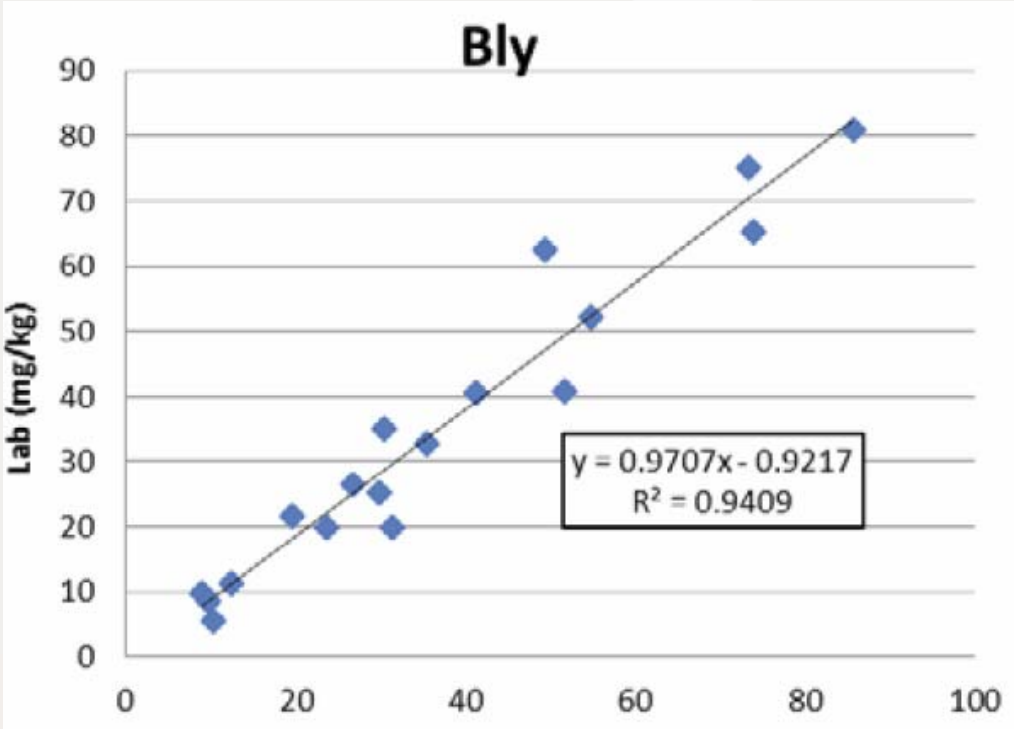


HOLGER HARTMANN
Kunnskap og kvalitet

XRF vs. LAB

Kilde: Statens vegvesen rapport 516

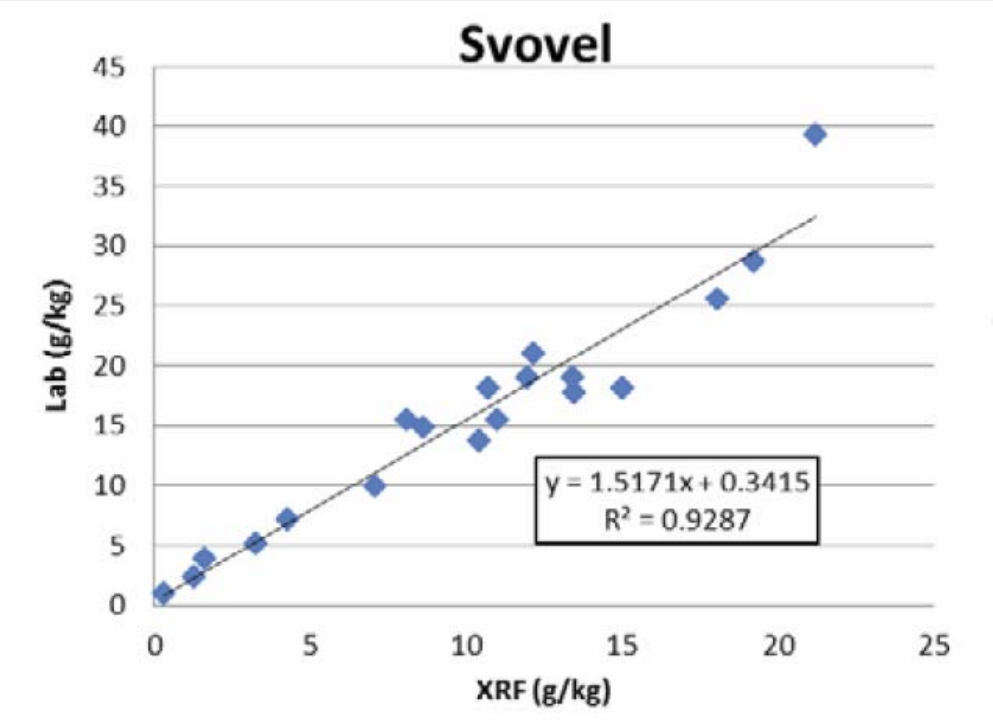


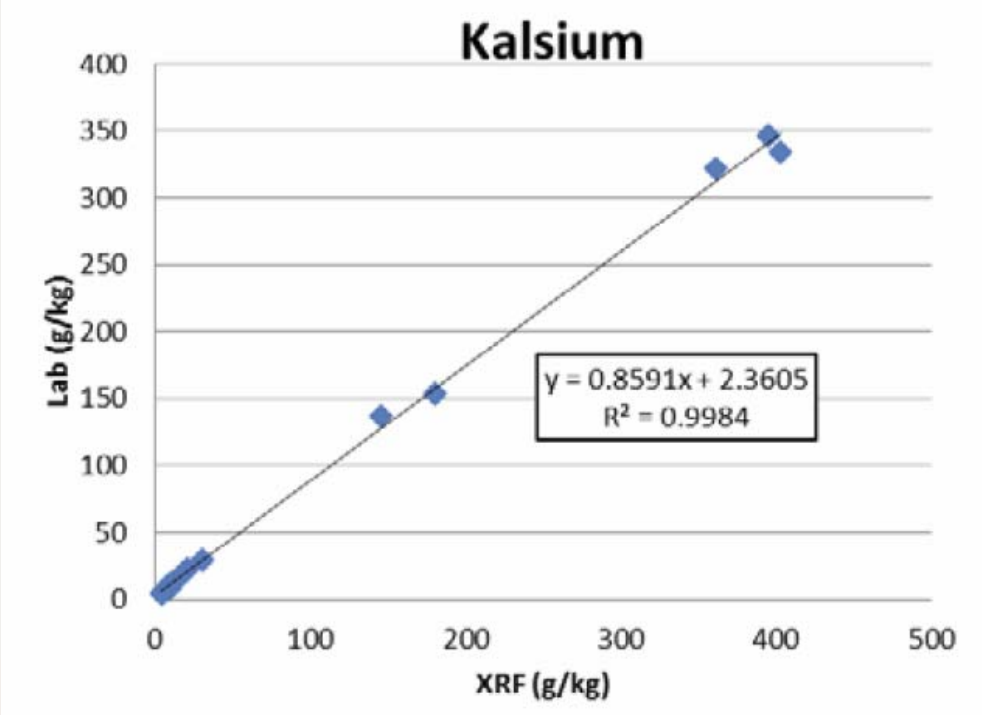


HOLGER HARTMANN
Kunnskap og kvalitet

XRF vs. LAB

Kilde: Statens vegvesen rapport 516





HOLGER HARTMANN
Kunnskap og kvalitet

Alunskifer - Radioaktivt avfall

Kilde: Statens vegvesen rapport 516

4.4.3 Urankonsentrasjon målt ved XRF i alunskifer samsvarer med Bq/gram

Vi gjorde også ei svært viktig erfaring med tanke på uran. NGI hadde gjort eit utval av representative prøver for å finne ut om utsprengt masse kunne overskride *grenseverdien på 1 Bq/gram*. Prøvene blei undersøkt ved IFE og viste at *alle innsendte prøver låg under grensa.* Ei enkelt prøve av kalkkonkresjon overskreid grensa (Endre 2012), og vi la derfor til grunn at ingen deler av alunskifermassen kunne reknast som radioaktivt avfall. Ved hjelp av XRF blei det etablert ein korrelasjon mellom uraninnhald i ppm og Bq/gram som viste at grenseverdien låg på nær 100 ppm uran. Denne *korrelasjonen gjeld bare for alunskifer* som har lite av andre radioaktive element (typisk låge thoriumkonsentrasjonar).

Under rutinemessig systematisk analyse av tunnelstein viste det seg at uran i nokre tilfelle var høgare enn 100 ppm. Eksempelet viser at dersom ein hadde brukt handheldt XRF også i forundersøkingane ville ein kunne ha avdekt variasjonen på eit mykje tidlegare tidspunkt. Nå var det likevel slik at all alunskifer gjekk til masselageret på Gran, og det aller meste hadde < 100 ppm uran (< 1 Bq/gram).

Miljødirektoratet setter nå grenseverdien for uran ved 90 ppm (NGI 2015a).

HOLGER HARTMANN
Kunnskap og kvalitet