

## **Quantification rapide et non destructive des éléments traces métalliques (et métalloïdes) et de certains éléments majeurs à partir d'échantillons en poudre ou liquide.**

**Analyseurs XRF portables JP500 et Emax de chez Z-SPEC**

**<https://zspecinc.com/>**

## **Principe**

Le dosage s'effectue par spectrométrie de microfluorescence de rayon X. L'échantillon broyé finement (250µm) est exposé à une source monochromatique de rayon X de sorte d'exciter de manière spécifique les atomes des éléments chimiques à doser. Le retour des électrons à leur orbite d'origine s'accompagne d'une émission secondaire de fluorescence X qui est quantifiée par un détecteur.

## **Mode opératoire de la quantification**

L'échantillon en poudre (broyé à 250µm minimum pour garantir l'homogénéité) est conditionné de manière très simple en une pastille recouverte d'un film en polypropylène, positionné à l'extrémité d'un dispositif en plastique de type seringue+piston+bague qui sert à faire la pastille. Ce dispositif est inséré dans la chambre de mesure de l'appareil et après avoir renseigné le type d'échantillon (terre, plante, liquide) qui conditionne la calibration utilisée, la mesure débute.

La prise d'essai minimale pour les poudres est de 50 mg. Pour les liquides, une capsule spécifique est remplie avec la solution avec un volume de l'ordre de 0.5ml.

Le temps de mesure est paramétrable et ajusté de sorte d'avoir une quantification avec un faible écart-type. Au terme du temps de comptage, les teneurs élémentaires sont affichées et peuvent être exportées au format texte séparateur virgule (.csv) pour être ensuite traitées.

## **Sensibilité de détection et limite de quantification**

Le JP500 permet la mesure de quelques majeurs (P, Ca, K, S) et de plusieurs éléments traces métalliques avec une limite de détection très faible pour Pb, As, Hg, Cu, Zn, and Se. Le Emax est quant à lui optimisé pour les très faibles teneurs en Cd et Sb tout en mesurant également les autres éléments traces avec une moindre sensibilité. Les spécificités des deux appareils sont fournies ci-après avec les plaquettes de documentation

## **Coûts d'achat, d'entretien et des consommables**

En décembre 2023, les JP500 et Emax coûtent environ 60 000 \$ chacun et environ 100 000\$ pour l'achat des deux (négociable). Les deux appareils sont nécessaires si on veut doser à de faible teneurs l'ensemble des éléments traces.

Les consommables sont les feuilles de polypropylènes, conditionnées par lots (1 feuille d'environ 8\*8cm par échantillons) au coût unitaire de 30 cents/feuille.

Les piston-seringues + bagues sont réutilisables après lavage et ne se dégradent pas. Ils valent environ 1\$ pièce.

Le fabricant estime que la durée de vie de la lampe source de rayons X est d'environ 4 ans et son remplacement coûte 10 000\$, incluant le réalignement avec le bloc optique..

Les deux appareils sont connectables à internet et les programmes/algorithmes peuvent être diagnostiqués et modifiés à distance par le fournisseur. Seules des pannes physiques ou le remplacement de la lampe nécessitent un retour aux États-Unis

## **Intérêt de la méthode et des appareils**

Pour bon nombre d'éléments, les seuils de quantification rivalisent avec les déterminations par ICP-MS et ICP-OES, les deux méthodes ICP étant nécessaires pour assurer une quantification équivalente à celles des deux analyseurs XRF. Les coût d'achats ICP et analyseurs XRF sont au final voisins mais l'analyseur XRF permet un gain pécuniaire et environnemental en économisant les pesées, minéralisation, filtration, dilutions /calibration nécessaires aux analyses par ICP. Le gain de temps est également considérable car la phase de pesée et minéralisation est économisée. Cela permet une réactivité souvent très utile pour avoir quasi-immédiatement les teneurs en ETM d'un échantillon en procédant juste à son broyage si c'est un solide.

Pour certains éléments comme le Cd, le seuil de quantification reste un peu supérieur à celui des meilleures ICP-MS.

Pour ce qui est du caractère « portable » des appareils, leur dimension (au maximum 30cm de large) et leur poids (9kg) permettent de les transporter aisément mais la batterie en option de 98Wh n'autorise pas une autonomie très importante et une alimentation sur secteur est recommandée. En outre, la chambre de mesure où se trouve le détecteur doit absolument être protégée des poussières et de l'humidité.

## **Conclusion**

La démonstration qui nous a été faite avec des tests sur nos échantillons végétaux et de terre était très concluant. Les valeurs trouvées par les analyseurs XRF étaient juste par rapport aux échantillons de références et par rapport aux valeurs déterminées par ICP-MS ou OES. La rapidité de traitement de l'échantillon pour avoir les teneurs multi-élémentaires est particulièrement séduisante tout comme le sont la sensibilité des appareils et les faibles limites de quantification. Pour certains éléments et certains de nos échantillons les appareils ne sont encore pas assez sensibles (notamment pour le Cd à moins de 0.05 mg/kg)

Rédacteur : Christophe Nguyen, UMR Ispa, Inrae, 33140 Villenave d'Ornon.  
christophe.nguyen@inrae.fr

# JP500

A Portable and Robust Analyzer  
Quantify Heavy Metals in Food

Optimized for Pb, As, Hg, Cu, Zn, and Se



Pb

As

Hg

Ni

Se

Powered by Monochromatic X-Ray Fluorescence (MXRF) technology, JP500 can rapidly and precisely quantify heavy-metal elements in food. Its excellent performance meets the challenge of reliably measuring extremely low-level Pb, As, and Hg, at the 0.1 ppm level for As and Pb requested by FDA regulations. Testing more samples in a shorter period with accurate, reliable analysis, JP500 is a powerful tool for risk assessments of heavy-metal contamination in food and it enables producers and customers to monitor and reduce the health risks from heavy-metal exposure.

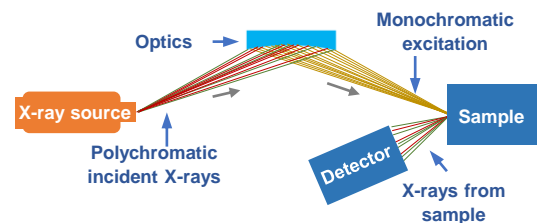
## Features

1. Ultra-high signal-to-background ratio and ultra-low detection limit;
2. Portable design: light-weight, and comfortable to carry;
3. Minimum sample preparation enables on-site sampling and quantification.

## MXRF Innovative Technology

JP500 is powered by Monochromatic X-ray Fluorescence (MXRF) technology: an elemental-analysis technique offering significantly enhanced detection performance over traditional Energy-Dispersive X-ray Fluorescence (EDXRF) technology. This technique applies state-of-the-art monochromating and focusing optics, enabling dramatically higher signal-to-background ratio compared to traditional polychromatic X-ray Fluorescence. Figure 1 shows the basic configuration of MXRF and its use of focused monochromatic excitation.

Figure 1. MXRF Technology



## Accuracy

Excellent linearity of measurement and standard values was used to verify the accuracy of the instrument, as shown below.

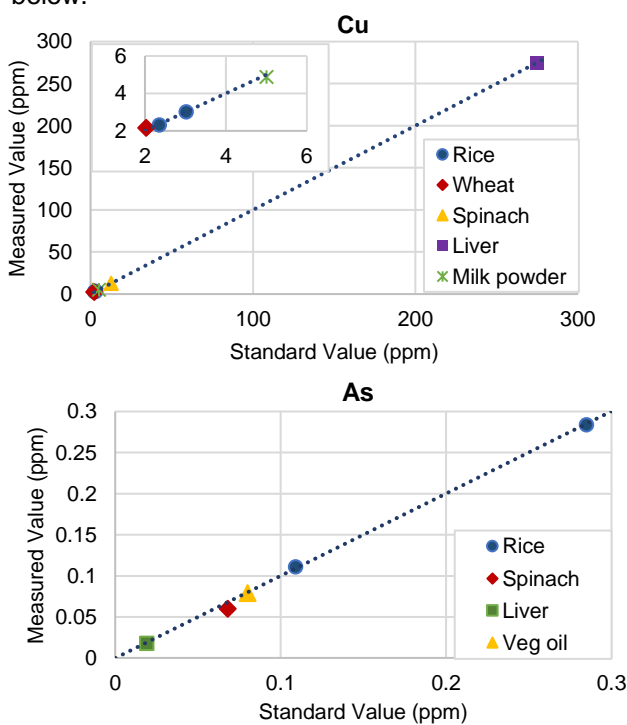


Table 1 shows the results of repeated measurements on different standard samples to verify the stability and the accuracy.

Table 1: Repeatability Test (ppm)												
Element	Cu		Ni		As		Pb		Se		Hg	
Sample	NIST1567 Wheat	BD151 Milk powder	Veg oil	NMIJ7502 Rice	Veg oil	NMIJ7502 Rice	NIST1577 Liver	BD151 Milk powder	NIST1570 Spinach	NIST1568 Rice	NIST1570 Spinach	BD151 Milk powder
1	2.27	4.88	0.115	0.406	0.075	0.110	0.072	0.197	0.117	0.356	0.049	0.474
2	2.28	4.87	0.111	0.408	0.086	0.115	0.049	0.181	0.113	0.359	0.032	0.512
3	2.26	4.90	0.093	0.416	0.076	0.118	0.064	0.215	0.107	0.358	0.036	0.480
4	2.29	4.84	0.102	0.418	0.080	0.114	0.063	0.207	0.106	0.352	0.036	0.473
5	2.27	4.84	0.112	0.418	0.086	0.110	0.048	0.230	0.111	0.358	0.046	0.483
6	2.24	4.86	0.110	0.407	0.082	0.099	0.078	0.213	0.110	0.353	0.029	0.486
7	2.28	4.85	0.102	0.398	0.075	0.115	0.059	0.214	0.121	0.348	0.030	0.496
Average	2.27	4.86	0.106	0.410	0.080	0.111	0.062	0.208	0.112	0.355	0.037	0.486
Standard	2.03	5.00	0.100	0.390	0.100	0.109	0.062	0.207	0.110	0.365	0.030	0.520
SD	0.016	0.022	0.008	0.007	0.005	0.006	0.011	0.015	0.005	0.004	0.008	0.014
RSD (%)	0.7	0.5	7.2	1.8	5.9	5.4	17.9	7.3	4.7	1.1	21.1	2.9


**Realistic Sample Analysis**

Table 2 shows the results for heavy metal analysis using JP500 for different kinds of food on the market, proving its capability of quantifying trace heavy metals in food.


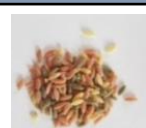




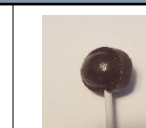
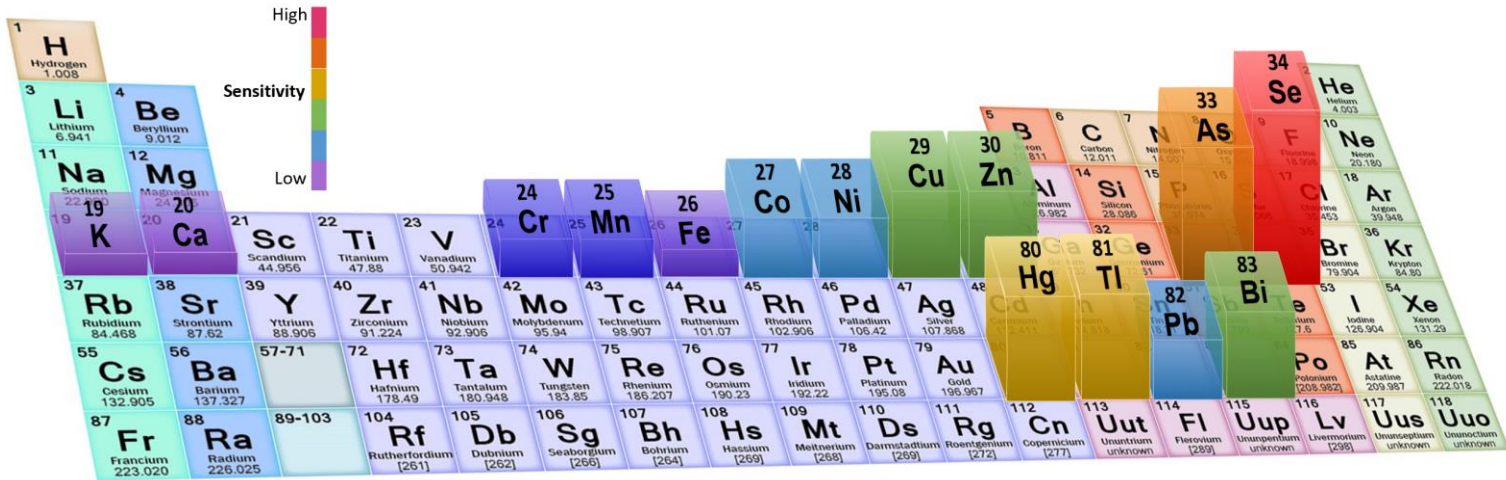


Table 2: Element Test in Food Sample (ppm)							
Sample							
	Cereal	Orzo pasta	Dark Chocolate	Wine	Fresh tuna	Fresh spinach	Lolli pop
Cr	1.85	12.21	ND	0.203	0.142	2.18	0.200
Mn	25.24	10.84	7.58	1.61	0.085	2.30	ND
Fe	187.3	64.76	27.85	3.25	3.29	36.55	2.28
Ni	1.38	1.92	2.39	ND	0.211	0.532	0.108
Cu	2.51	3.53	8.09	0.134	1.39	1.25	0.181
Zn	18.90	14.36	16.69	1.41	4.29	12.91	0.134
As	0.015	0.022	0.031	0.018	0.613	0.017	ND
Se	0.127	0.559	0.050	ND	0.917	0.016	ND
Hg	ND	ND	ND	ND	0.362	ND	ND
Pb	0.042	0.070	ND	ND	0.087	0.137	ND

Table 3: JP500 – Limit of Detection (ppm) Application: Trace Heavy Metals in Food												
Element	As	Hg	Pb	Cr	Cu	Ni	Zn	Mn	Co	Se	Tl	Bi
Scan mode (100s)	0.035	0.035	0.07	0.25	0.06	0.07	0.06	0.25	0.07	0.02	0.035	0.07
Quantitative mode (600s)	0.015	0.015	0.03	0.10	0.025	0.03	0.025	0.10	0.03	0.009	0.015	0.015

The following figure shows the detection sensitivity of JP500 to different elements.



JP500 Specifications	
Measuring time	30 - 1200 s
Element range	40 elements between Al - U
Data storage and output	Printout, Ethernet, USB, internal storage, U disk
I/O port	Ethernet 10/100, USB
Power	110-240 VAC $\pm$ 10%, 50-60 Hz (Hertz) Built-in battery 98 Wh (optional)
Working temperature & humidity	+41°F - 104°F (5°C - 40°C), 30 - 85 %
Weight	9 kg
Dimensions	30 cm W x 23 cm L x 26 cm H 



## Z-SPEC & XOS

Z-Spec is a fast-growing manufacturer of X-ray analyzers founded by the inventor of the MXRF technique who formerly served as the chief scientist and advanced director of R&D for XOS. Through a strategic partnership with XOS, Z-Spec offers accurate, efficient, and reliable elemental analysis solutions optimized for environmental protection and public safety, like soil, water, food, and agriculture products.



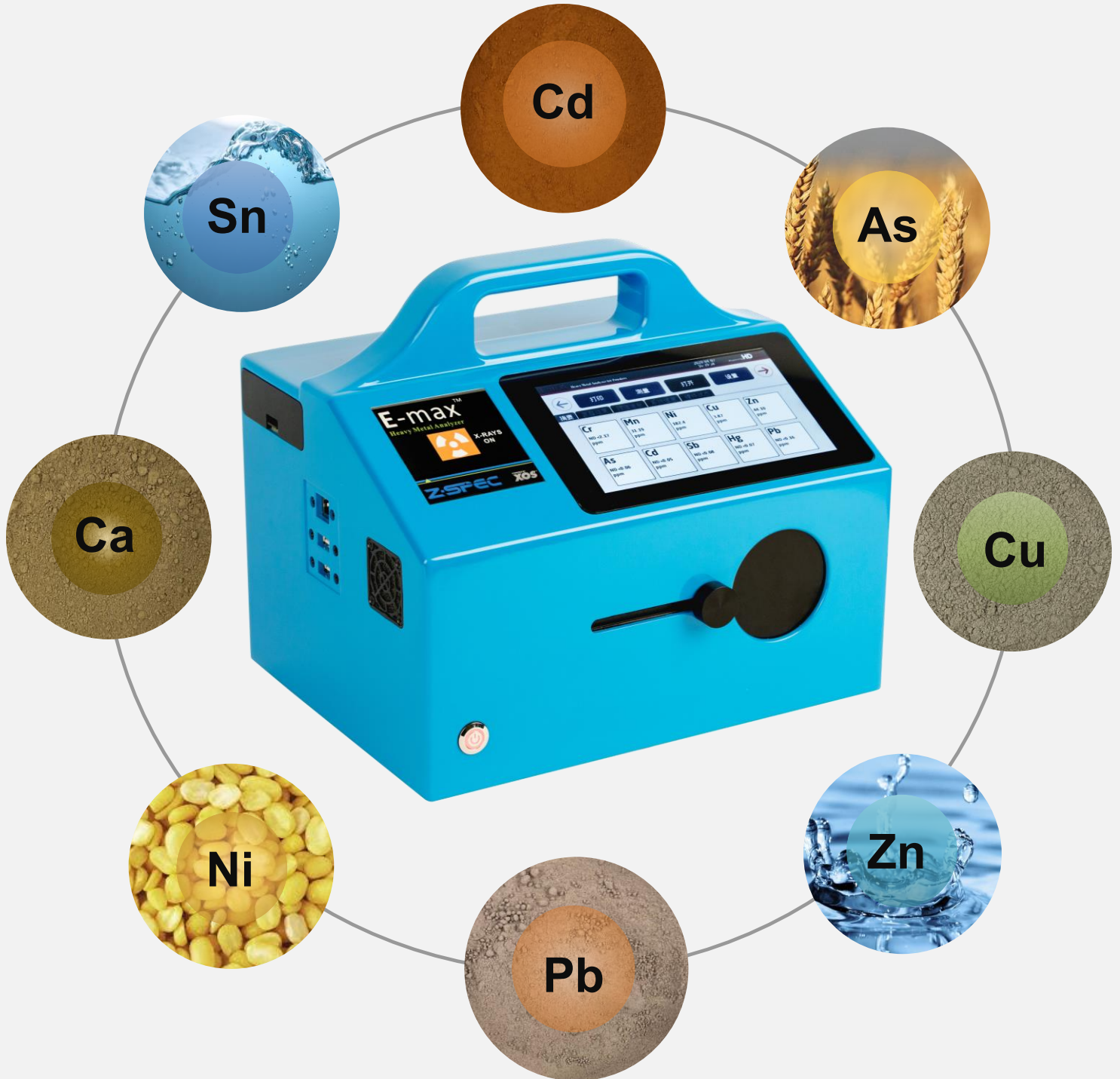




# E-max™

A portable and robust analyzer

Quantify cadmium and other heavy metals in soil and food.





# Quantify Cd at Unprecedented Low Level

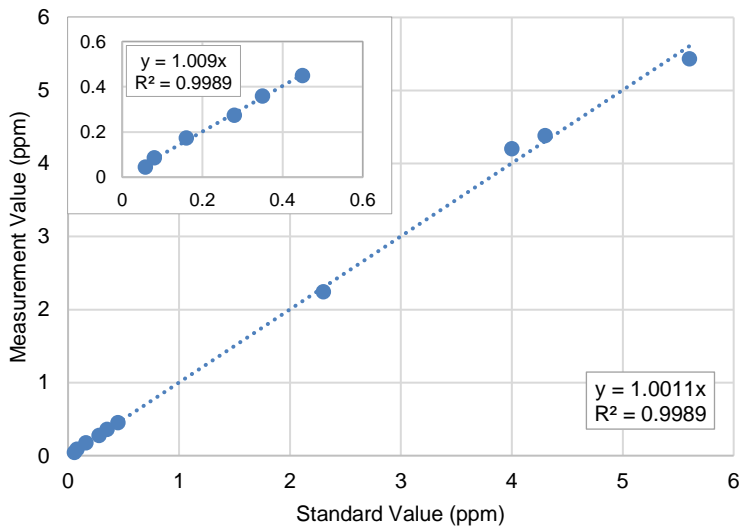
Powered by low power Monochromatic X-Ray Fluorescence analysis technology, HDXRF<sup>®</sup> technology, E-max meets the challenge of measuring low level Cd in agriculture soil. In addition, Emax offers simultaneous measurement of other heavy metals like As, Pb, Cu, Ni, and Cr in soil and agricultural products such as rice and other agriculture products. Whether you are an agricultural inspector or environmental assessor, E-max enables you to run more samples in less time, allowing you to conduct a more thorough analysis for improved site remediation and land use decisions.



## Accuracy

With complex matrices such as soil, it is essential to demonstrate accurate results that compare well with various standards. **Figure 1** shows that HDXRF can deliver accurate results across a wide range of Cd concentrations, including soils that have contamination below 0.3 ppm.

**Figure 1:**  
Cd Concentration vs Certified Reference Standard



## Features

1. Ultra-high signal-to-background ratio and ultra-low detection limit
2. Portable design: light weight and comfortable to carry
3. Minimum sample preparation enables on-site sampling and quantification



## Repeatability

Reliable data is repeatable when following the same measurement process with well-prepared samples. **Table 1** depicts repeatable results for each of the reference standards with below-limit concentration of Cd in soil.

**Table 1: Repeats of Reference Standard Concentration: 0.2 +/- 0.02 ppm Cd**

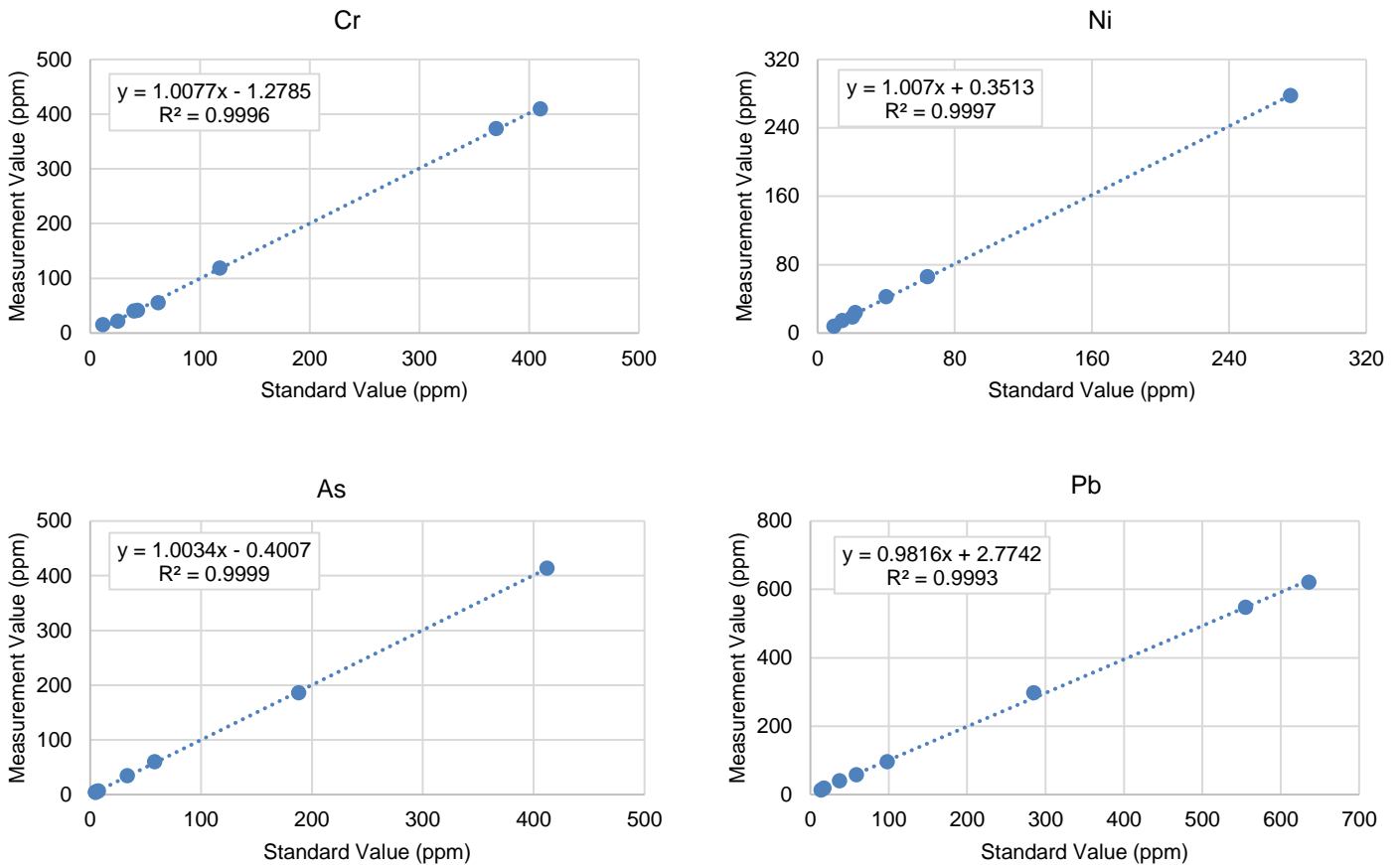
Repeat	Single Measurement (ppm)	Avg of 2 Measurements (ppm)
1	0.227	
2	0.286	0.256
3	0.218	0.252
4	0.280	0.249
5	0.205	0.243
6	0.206	0.205
7	0.251	0.228
8	0.219	0.235
9	0.218	0.219
10	0.200	0.209
11	0.293	0.246
12	0.217	0.255
13	0.232	0.225
14	0.263	0.248
Avg	0.235	
SD	0.032	0.017
RSD	17%	11%





E-max delivers multi-elemental analysis for other metal contaminants, including Cr, Mn, Ni, Cu, Zn, As, Hg, Pb, Sn, Sb, and other heavy metals. As shown in **Figure 2**, E-max gives accurate results for Cr, Ni, As and Pb for various types of soil standards.

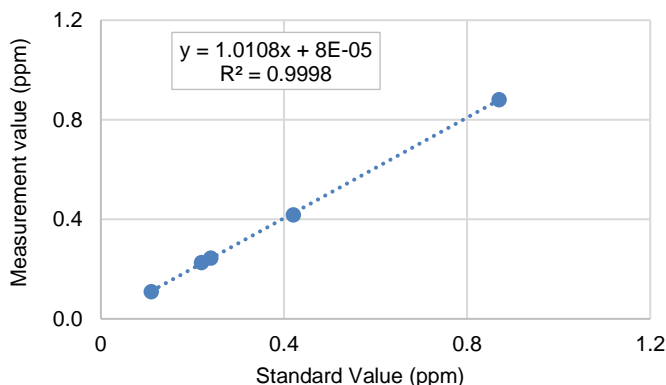
**Figure 2. Quantification of multi-elements in soil**



## Rice Applications

While E-max is excellent for quantifying contamination in complex matrices such as soil, it also delivers exceptional accuracy when measuring other powders such as rice as shown in **Figure 3**. As with soil, repeated measurements with E-max summarized in **Table 2** show the limit of quantification for rice is below 0.1 ppm, providing a level of consistency only rivaled by wet chemistry.

**Figure 3. Cd in Rice**



**Table 2: Repeats of Reference Standards**

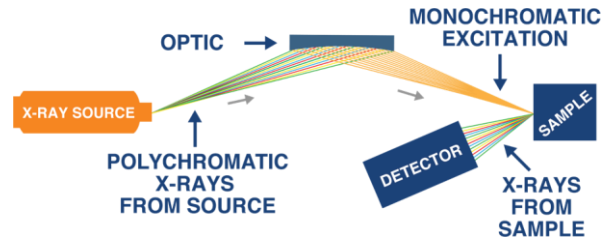
Repeat	Cd Concentration in Rice Standards		
	0.052 ppm	0.11 ppm	0.22 ppm
1	0.039	0.109	0.210
2	0.052	0.128	0.225
3	0.055	0.123	0.225
4	0.048	0.118	0.220
5	0.050	0.112	0.215
6	0.066	0.120	0.234
7	0.056	0.103	0.209
8	0.064	0.124	0.212
9	0.045	0.122	0.207
10	0.051	0.117	0.224
<b>Avg</b>	0.053	0.118	0.218
<b>SD</b>	0.0082	0.0072	0.0080
<b>RSD</b>	15.5%	6.1%	3.8%
<b>LOD</b>	0.025	0.022	0.024
<b>LOQ</b>	0.075	0.066	0.072



## Quantifiable Cd Analysis with HDXRF

E-max is powered by High Definition X-ray Fluorescence (HDXRF®) technology: an elemental analysis technique offering significantly enhanced detection performance over traditional Energy Dispersive X-ray Fluorescence (EDXRF) technology. This technique applies state-of-the-art monochromating and focusing optics, enabling dramatically higher signal-to-background ratio compared to traditional polychromatic X-ray Fluorescence. Figure 4 shows the basic configuration of HDXRF and its use of focused monochromatic excitation.

Figure 4: HDXRF Technology




## Technical Specifications

### E-max - Limit of Detection (ppm) Application: Trace Heavy Metals in Soil

Element	Cd	As	Hg	Pb	Cr	Cu	Ni	Zn	Mn	Co	Se	V	Sb	Tl	Mo
Screening	0.15	0.6	1.2	2	15	1.5	3	1.5	15	40	1.5	100	0.2	1.2	1.5
Quantification	0.05	0.2	0.4	0.8	5	0.5	1	0.5	5	16	0.5	40	0.07	0.4	0.5

### E-max Specifications

Method Compliance	EPA 6200
Measurement Time	30-1800 seconds
Element Range	Up to 40 Elements from K - U
Data Storage & Output	Printout, Ethernet, USB, Internal Storage, USB Flash Drive
I/O Ports	Ethernet 10/100, USB
Power Supply	110-240 VAC ± 10%, 50-60 Hz (hertz) Built in Battery: 12-24V 98mAh
Operating Temperature	5°C to 40°C
Operating Humidity	30 – 85 %
Weight	8kg
Dimensions	23 cm W x 30 cm L x 26 cm H 



## Z-SPEC & XOS

Z-Spec is a fast-growing manufacturer of X-ray analyzers founded by the inventor of the HDXRF technique who formerly served as the chief-scientist and advanced director of R&D for XOS. Through a strategic partnership with XOS, Z-Spec offers accurate, efficient, and reliable element analysis solutions in areas of environmental protection and public safety, like soil, water, food, and agriculture products.

POWERED BY XOS®

Z-SPEC