

# Анализ оксидных материалов и минералов на спектрометре ElvaX

## Вступление

Рентгенофлуоресцентный анализ – это простой и быстрый метод для количественного анализа силикатных материалов, цементов, керамики, природных минералов. Основные преимущества рентгенофлуоресцентного анализатора ElvaX – это простота пробоподготовки, высокая точность и скорость измерений, а также – неразрушаемость образца, что очень важно при анализе керамики и археологических объектов.

Основная задача прибора состоит в количественном определении оксидов: CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SO<sub>3</sub>, MgO, K<sub>2</sub>O, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, TiO<sub>2</sub>, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO, SrO и др.

## Применение

Оксидные материалы представляют собой широкий спектр объектов, включая следующие:

- цемент
- керамика
- глина
- археологические объекты
- силикатные материалы
- строительные материалы
- шлак и зола

## Оборудование

Оксидные материалы и природные минералы большей частью состоят из легких элементов, в связи с чем настольный спектрометр с возможностью продува гелием является лучшим выбором. ElvaX оснащен 45 кВ рентгеновской трубкой и современным SDD-детектором, который обладает хорошим энергетическим разрешением, высокой производительностью и низкими пределами обнаружения. Спектрометр позволяет анализировать элементы, начиная с магния и заканчивая ураном.

Спектрометр поставляется с фирменным программным обеспечением, которое не требует специальных навыков и имеет интуитивно понятный интерфейс.

## Пробоподготовка

Для получения точных результатов необходима правильная пробоподготовка исследуемого образца.

Образец должен быть измельчен до размера в 50 мкм, затем спрессован в таблетки с помощью пресса с усилием не менее 20 тонн в течение 30 секунд.

Если нет необходимости в высокоточных результатах, то возможно анализировать объекты в виде порошка (например, цемент) без пробоподготовки. Достаточно упаковать образец в кювету (слоем не менее 5 мм) и закрыть пленкой Ultralyne.

Археологические объекты и керамика, которые часто не могут быть размолоты, можно анализировать напрямую без пробоподготовки для получения полуколичественных результатов.

## Методика

8 стандартных образцов Портланд-цемента от NIST используются для калибровки ElvaX на 12 следующих оксидов: CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SO<sub>3</sub>, MgO, K<sub>2</sub>O, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, TiO<sub>2</sub>, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO, SrO. Расчет концентраций основан на методе фундаментальных параметров с предположением, что все элементы в образце представлены в виде оксидов, а также что в образце отсутствует влага и карбонаты. Данное предположение корректно для материалов, которые были предварительно прокалены, включая цемент, клинкер, керамику и др.

Рентгеновский режим для анализа: в легком режиме – напряжение анода трубки 12 кВ без фильтра, и в тяжелом режиме – напряжение 35 кВ с алюминиевым фильтром первичного пучка.

Типичное время анализа: 60 секунд. Время может быть увеличено для достижения большей точности измерения.

## Результаты

На рисунках 1-6 показаны сравнительные графики между аттестованными и измеренными концентрациями для различных оксидов в цементе.

Полученные данные аппроксимированы линейной функцией.

R<sup>2</sup> – это коэффициент достоверности аппроксимации, который показывает, насколько точно результаты измерений соответствуют аттестованным значениям.

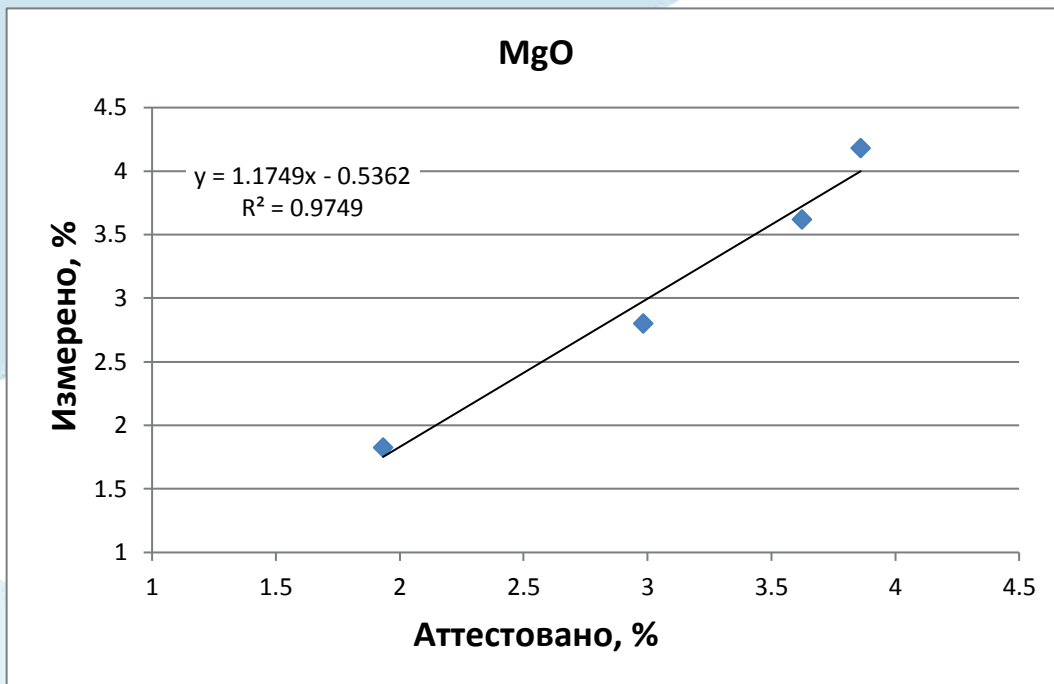


Рисунок 1. График соответствия по оксиду магния в цементе.

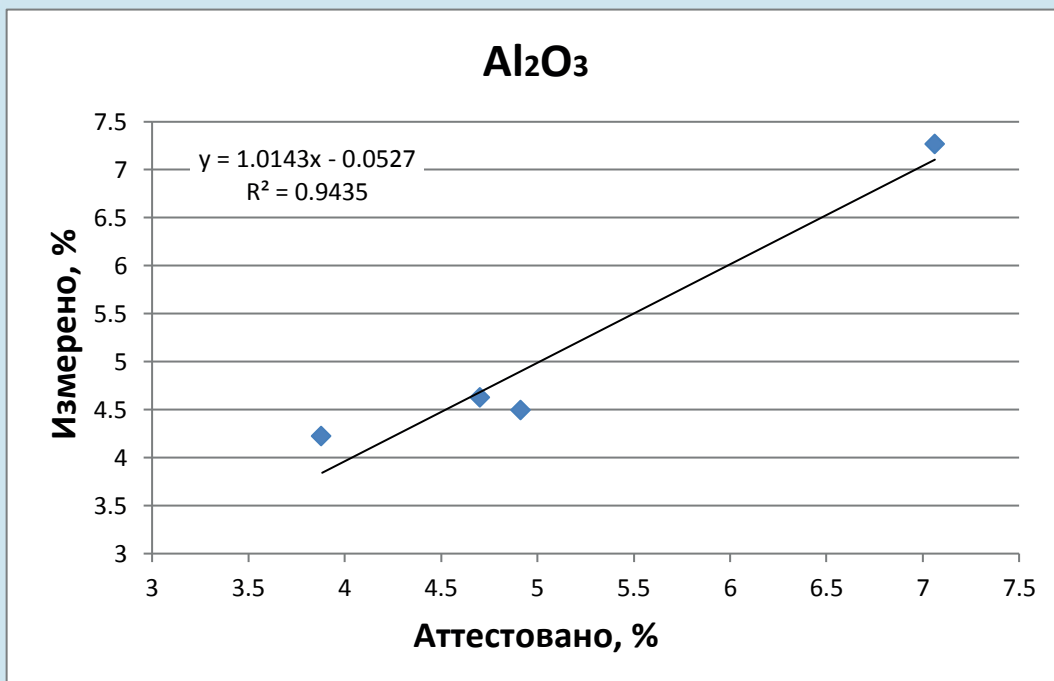


Рисунок 2. График соответствия по оксиду алюминия в цементе.

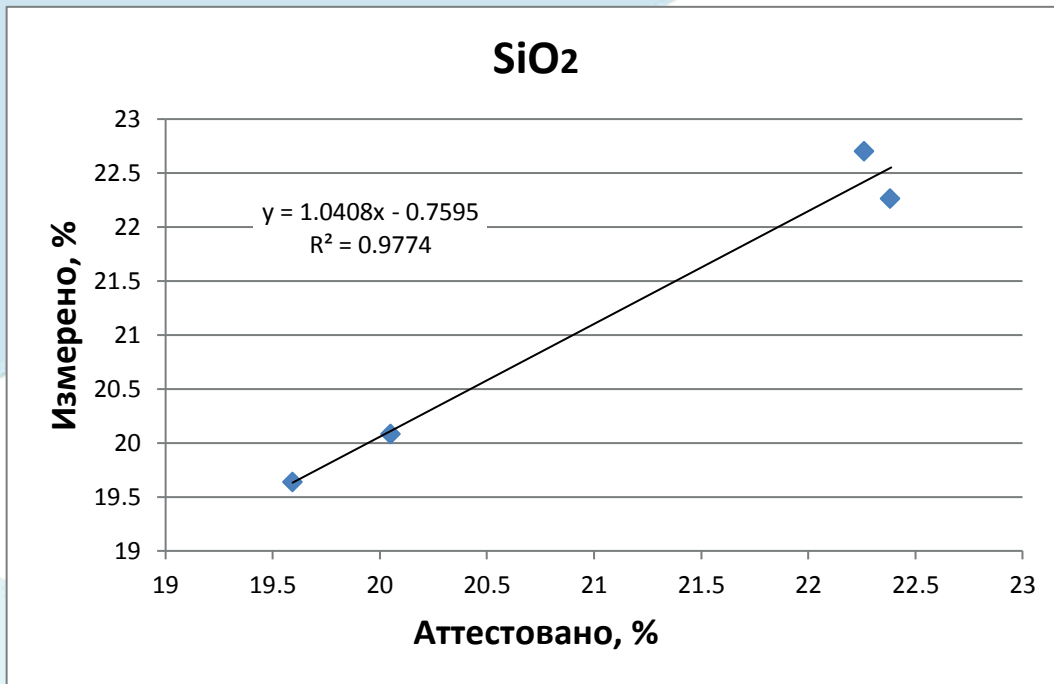


Рисунок 3. График соответствия по оксиду кремния в цементе.

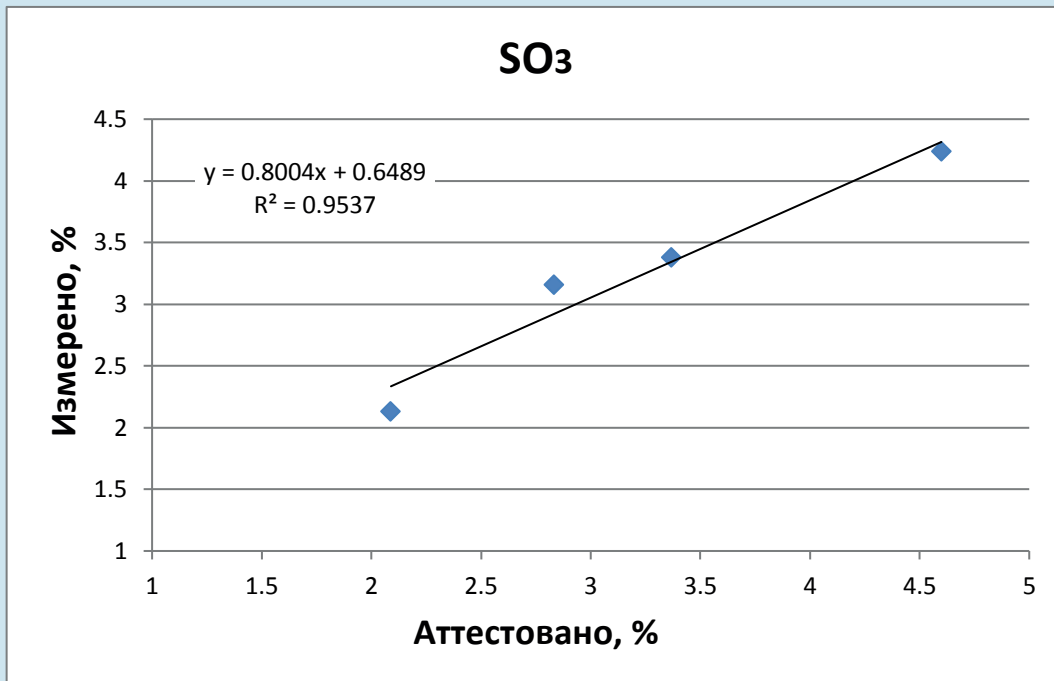


Рисунок 4. График соответствия по оксиду серы (VI) в цементе.

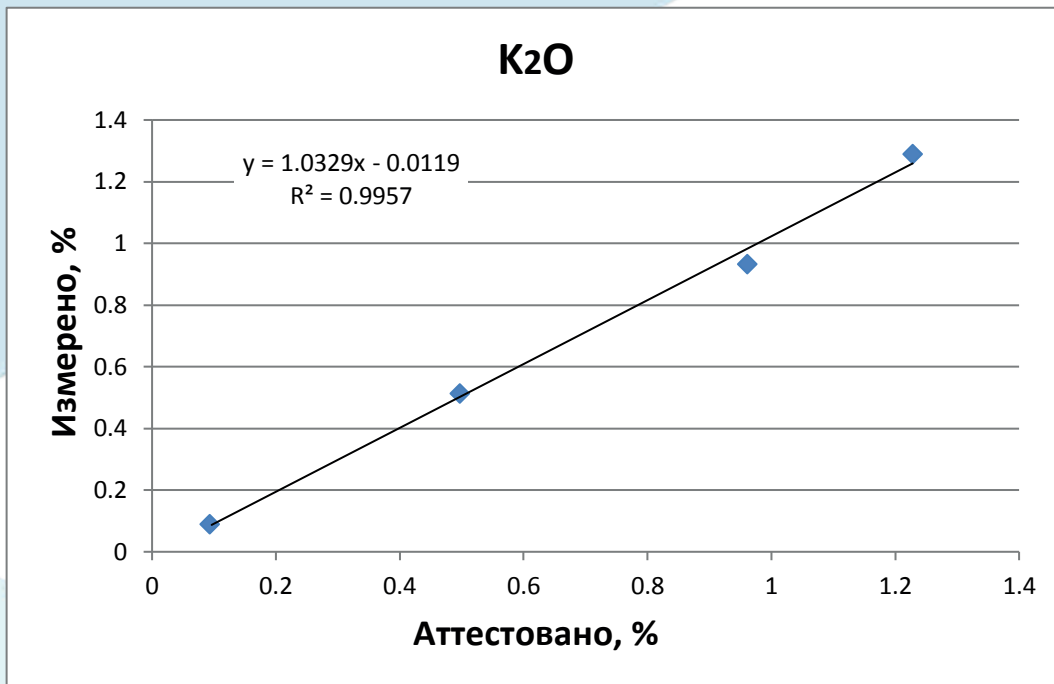


Рисунок 5. График соответствия по оксиду магния в цементе.

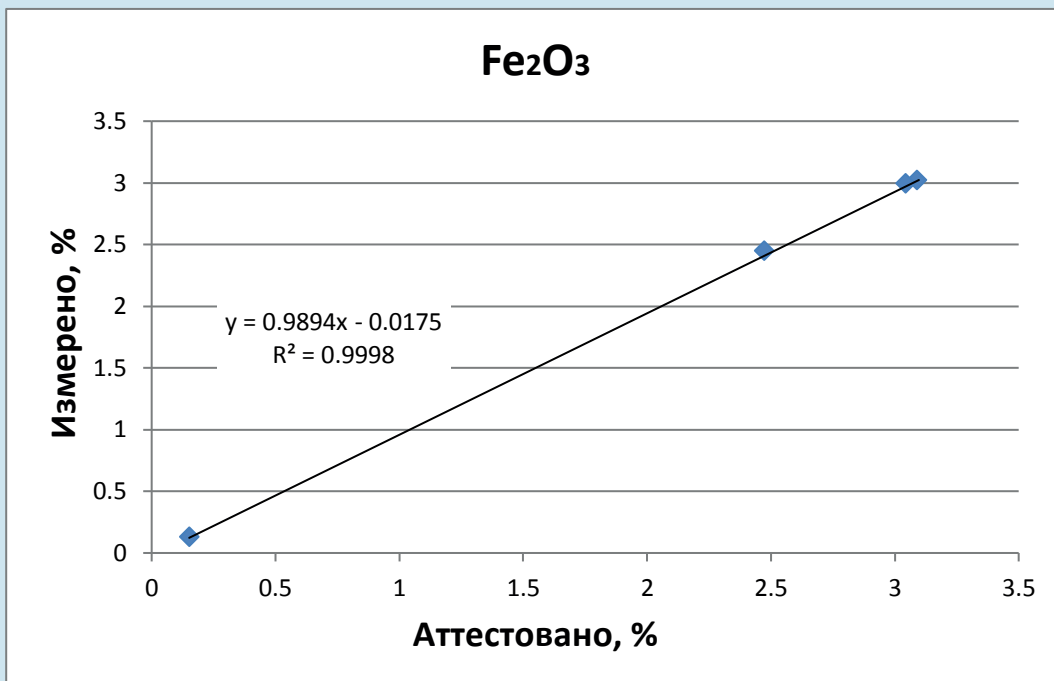


Рисунок 6. График соответствия по оксиду железа (III) в цементе.

Также был проведен тест повторяемости результатов. Один образец цемента (NIST 1881a) был измерян 10 раз подряд по 60 секунд каждый раз. Рассчитаны среднее значение, среднеквадратическое отклонение (СКО) и относительное СКО (оСКО – в процентах) для концентраций 12-ти оксидов. Результаты теста даны в таблице 1.

| Оксид                              | Концентрация, % |         |        |        |
|------------------------------------|-----------------|---------|--------|--------|
|                                    | Аттестованно    | Среднее | СКО    | % оСКО |
| <b>MgO</b>                         | 2.981           | 2.705   | 0.0547 | 2.022  |
| <b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> | 7.06            | 7.304   | 0.0232 | 0.318  |
| <b>SiO<sub>2</sub></b>             | 22.26           | 22.875  | 0.0993 | 0.434  |
| <b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>  | 0.1459          | 0.155   | 0.0139 | 8.968  |
| <b>SO<sub>3</sub></b>              | 3.366           | 3.368   | 0.0091 | 0.27   |
| <b>K<sub>2</sub>O</b>              | 1.228           | 1.378   | 0.0293 | 2.126  |
| <b>CaO</b>                         | 57.58           | 56.963  | 0.0591 | 0.104  |
| <b>TiO<sub>2</sub></b>             | 0.3663          | 0.369   | 0.0048 | 1.301  |
| <b>Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> | 0.1042          | 0.101   | 0.0011 | 1.089  |
| <b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b> | 3.09            | 2.977   | 0.018  | 0.605  |
| <b>ZnO</b>                         | 0.0489          | 0.046   | 0.0005 | 1.087  |
| <b>SrO</b>                         | 0.036           | 0.036   | 0.0004 | 1.111  |

Таблица 1. Тест повторяемости по образцу Портланд цемента NIST 1881a.

## Выводы

Полученные результаты показывают отличную корреляцию между аттестованными и измеренными значениями концентрации 12-ти основных оксидов в Портланд цементе.

ElvaX предлагает быстрый, точный и недорогой анализ цемента, керамики, глины, различных строительных материалов и силикатов. Благодаря неразрушающей методике анализа, прибор является незаменимым для оценки состава археологических объектов.