

# Аналіз оксидних матеріалів і мінералів на спектрометрі ElvaX

## Вступ

Рентгенофлуоресцентний аналіз — це простий і швидкий метод для кількісного аналізу силікатних матеріалів, цементів, кераміки, природних мінералів. Основні переваги рентгенофлуоресцентного аналізатора ElvaX — це простота пробопідготовки, висока точність і швидкість вимірювань, а також — незруйновність зразка, що дуже важливо при аналізі кераміки і археологічних об'єктів.

Основне завдання приладу полягає у кількісному визначенні оксидів: 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 та ін.

## Застосування

Оксидні матеріали являють собою широкий спектр об'єктів, включаючи наступні:

- цемент
- кераміка
- глина
- археологічні об'єкти
- силікатні матеріали
- будівельні матеріали
- шлаки та зола

## Обладнання

Оксидні матеріали і природні мінерали здебільшого складаються з легких елементів, у зв'язку з чим настільний спектрометр із можливістю продувки гелієм є найкращим вибором. ElvaX оснащений 45 кВ рентгенівською трубкою і сучасним SDD-детектором, який володіє хорошим енергетичним розрізненням, високою продуктивністю і має низькі межі виявлення. Спектрометр дає змогу аналізувати елементи починаючи з магнію і закінчуючи ураном.

Спектрометр поставляється з фірмовим програмним забезпеченням, яке не вимагає спеціальних навичок і має інтуїтивно зрозумілий інтерфейс.

## Пробопідготовка

Для отримання точних результатів необхідна правильна пробопідготовка досліджуваного зразка.

Зразок повинен бути подрібнений до розміру в 50 мкм, потім спресований у таблетки за допомогою преса із зусиллям не менше 20 тонн протягом 30 секунд.

Якщо немає необхідності у високоточних результатах, то можливо аналізувати об'єкти у вигляді порошку (наприклад, цемент) без пробопідготовки. Досить упакувати зразок у кювету (шаром не менше 5 мм) і закрити плівкою Ultralyne.

Археологічні об'єкти і кераміка, які часто не можуть бути розмелені, можна аналізувати безпосередньо без пробопідготовки для отримання напівкількісних результатів.

## Методика

8 стандартних зразків цементу Портланд від NIST використовуються для калібрування ElvaX на 12 наступних оксидів: 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. Розрахунок концентрацій заснований на методі фундаментальних параметрів із припущенням, що всі елементи у зразку представлені у вигляді оксидів, а також що в зразку відсутні волога і карбонати. Це припущення коректно для матеріалів, які були попередньо пропечені, включаючи цемент, клінкер, кераміку та ін.

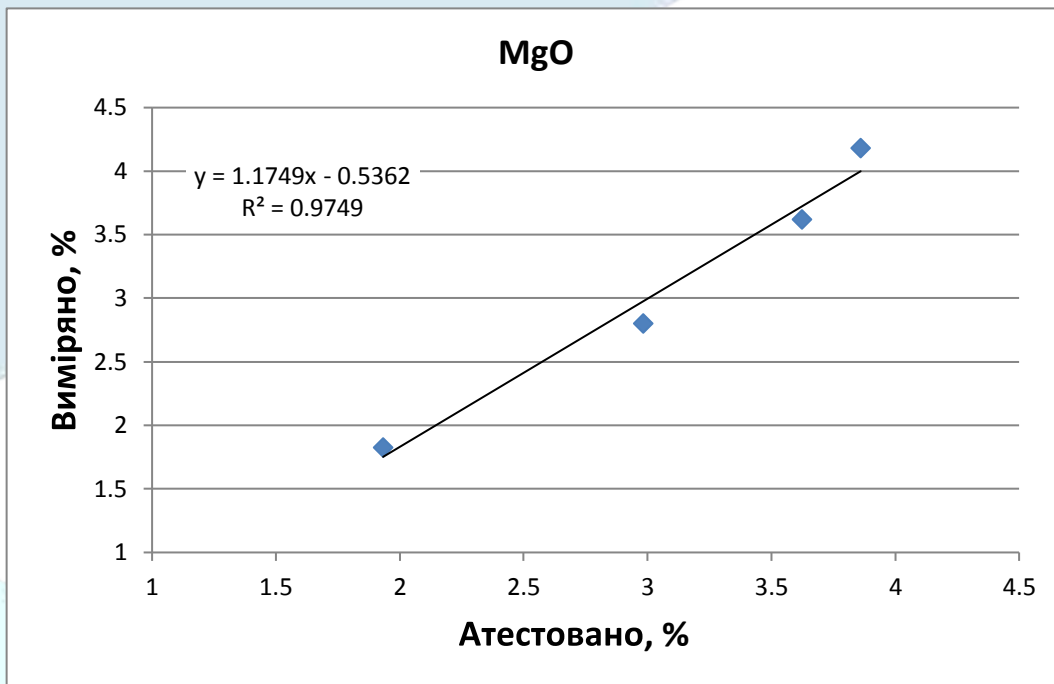
Рентгенівський режим для аналізу: в легкому режимі — напруга анода трубки 12 кВ без фільтра та у важкому режимі: напруга 35 кВ з алюмінієвим фільтром первинного пучка. Типичне время анализа: 60 секунд. Время может быть увеличено для достижения большей точности измерения.

## Результати

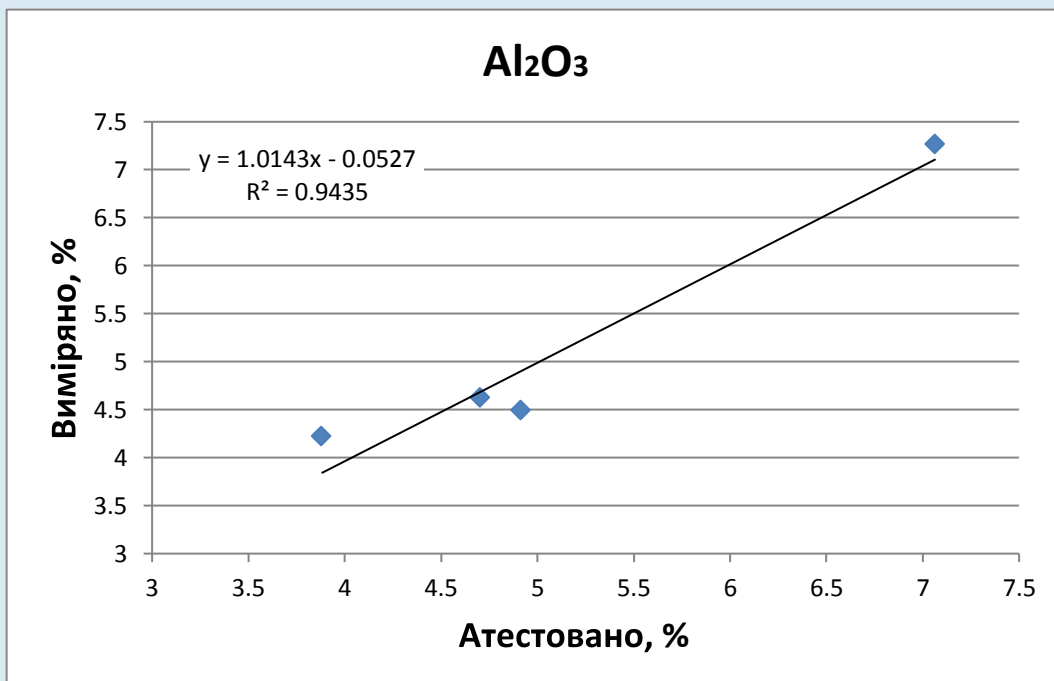
На малюнках 1-6 показані порівняльні графіки між атестованими і вимірюваними концентраціями для різних оксидів у цементі.

Отримані дані апроксимовані лінійною функцією.

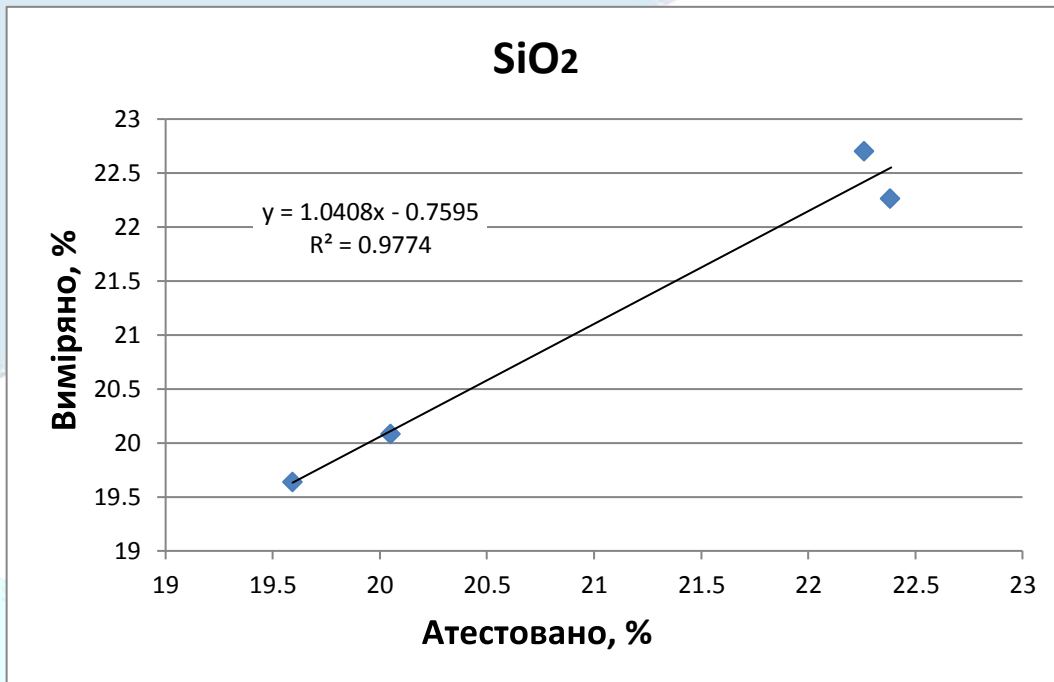
R<sup>2</sup> – це коефіцієнт достовірності апроксимації, який показує, наскільки точно результати вимірювань відповідають атестованим значенням.



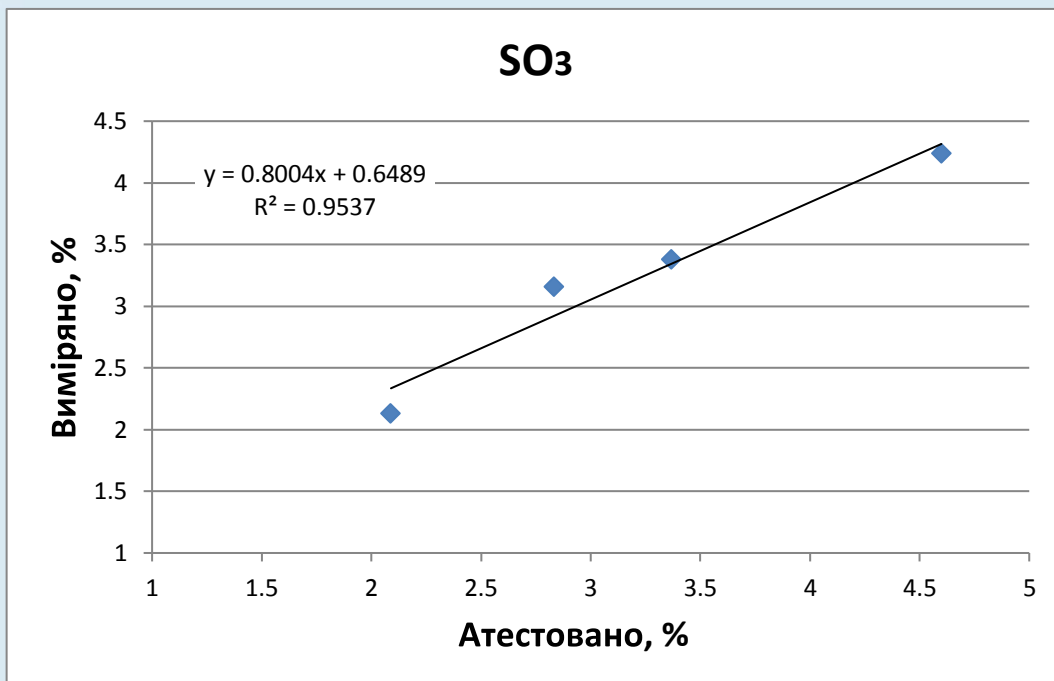
Малюнок 1. Графік відповідності по оксиду магнію в цементі.



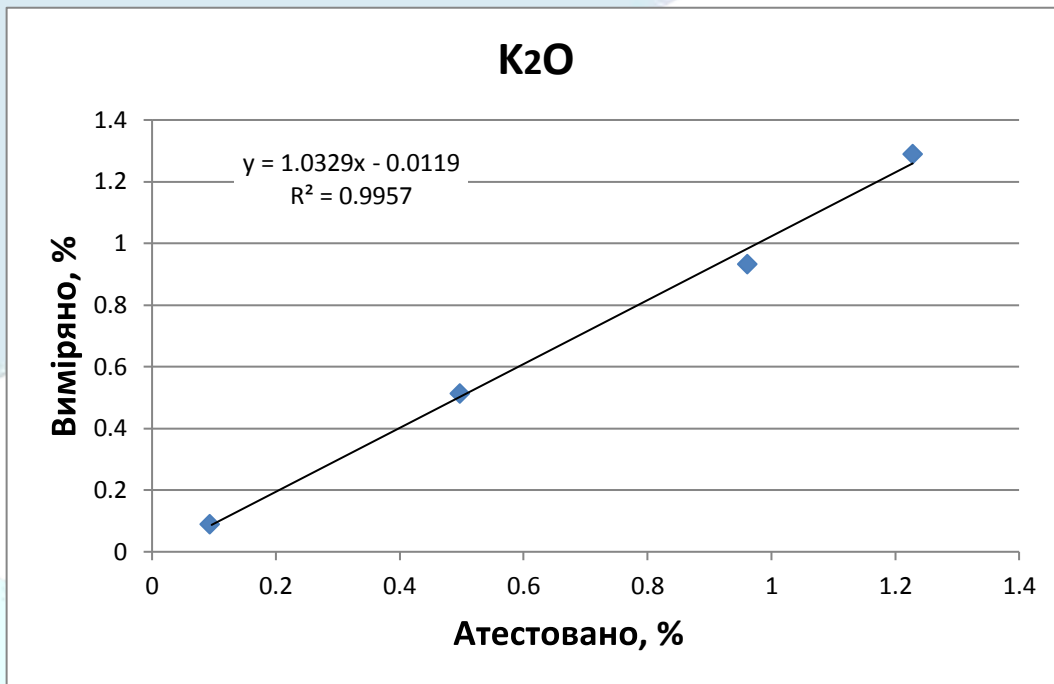
Малюнок 2. Графік відповідності по оксиду алюмінію в цементі.



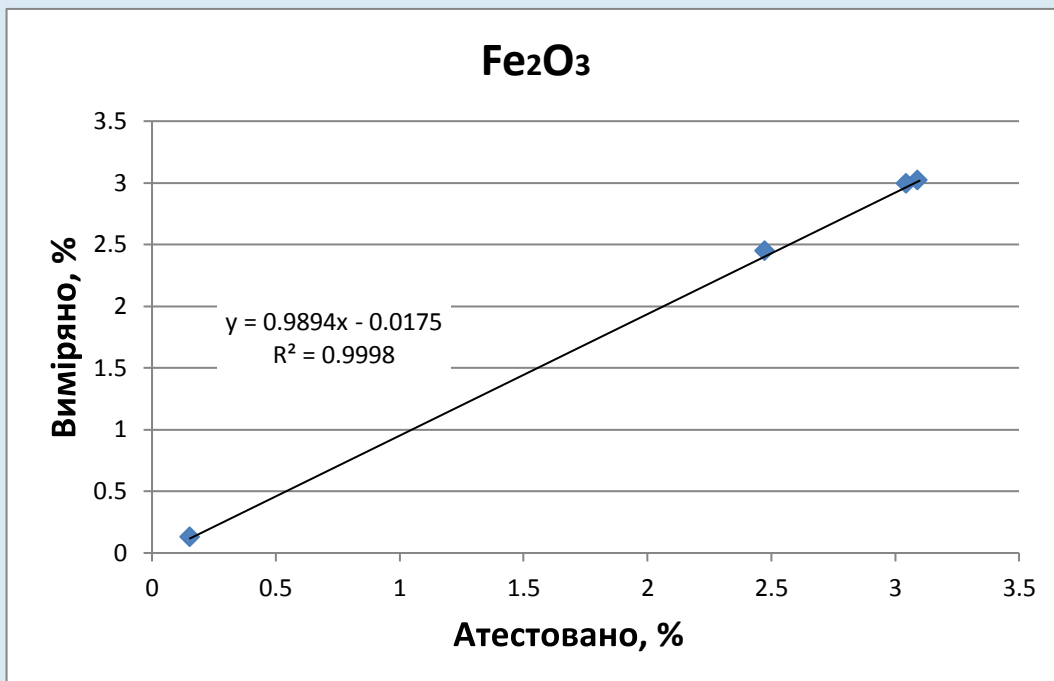
Малюнок 3. Графік відповідності по оксиду кремнію в цементі.



Малюнок 4. Графік відповідності по оксиду сірки (VI) у цементі.



Малюнок 5. Графік відповідності по оксиду магнію в цементі.



Малюнок 6. Графік відповідності по оксиду заліза (III) в цементі.

Також був проведений тест повторюваності результатів. Один зразок цементу (NIST 1881a) було виміряно 10 разів поспіль по 60 секунд кожен раз. Розраховані середнє значення, середньоквадратичне відхилення (СКВ) і відносне СКВ (вСКВ — у відсотках) для концентрацій 12-ти оксидів. Результати тесту дані в таблиці 1.

Оксид	Концентрація, %			% вСКВ
	Атестовано	Середнє	СКВ	
<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

Таблиця 1. Тест повторюваності за зразком цементу Портланд NIST 1881a.

## Висновки

Отримані результати показують відмінну кореляцію між атестованими і вимірюваними значеннями концентрації 12-ти основних оксидів у цементі Портланд.

ElvaX пропонує швидкий, точний і недорогий аналіз цементу, кераміки, глини, різних будматеріалів і силікатів. Завдяки неруйнівній методиці аналізу, прилад є незамінним для оцінювання складу археологічних об'єктів.