

Рентгенофлуоресцентный анализатор «РЕАН»

Рентгенофлуоресцентный анализ стекла различного состава



В стеклообразное состояние можно перевести вещества различной природы. Это и расплавы ряда чистых оксидов и их смесей в бесчисленных вариантах, и солеобразные расплавы — галогенидные, нитратные и др. Наибольшее распространение получили силикатные стекла благодаря высокой химической устойчивости, а также дешевизне и доступности сырьевых компонентов. В их состав входит около 70% диоксида кремния, который является стеклообразующим, оксиды калия и натрия (около 14%) в качестве флюса (добавляют в виде карбонатов и сульфатов – сода, поташ, доломит) и оксид кальция (около 10%) в качестве стабилизатора (в качестве сырья используют известняк). Если заменить оксид кальция оксидом свинца получают свинцовые стекла. Другие типы оксидов, например, оксид алюминия или оксид магния, усиливают физические характеристики стекла, особенно стойкость к атмосферным условиям. Различный цвет окраски получают путем включения в состав стекла различных оксидов металлов - хрома, железа, марганца, меди и т.д.

В последнее время переработка стекла стала важной темой для стекольной промышленности. Химический состав стеклобоя (отходов стекла для вторичной переработки) может быть определен методом рентгенофлуоресцентного анализа (РФА). Одним из приборов реализующих метод РФА является анализатор «РЕАН» производства АО «Научные приборы». При помощи анализатора «РЕАН» возможно определение с высокой степенью точности как состава стеклобоя и его гомогенности, так и непосредственно готовой продукции стекольного производства без дополнительной пробоподготовки, и, следовательно, без ее разрушения.

Рентгенофлуоресцентный анализатор «РЕАН»



Рис.1 Внешний вид анализатора с автоматическим сменщиком образцов.



Рис.2 Внешний вид анализатора без автоматического сменщика образцов. 1 – верхняя поверхность аналитического блока, позволяющая установить образец для анализа любого размера; 2 – область анализа (измерительная камера со встроенной видеокамерой, позволяющей навестись на интересующую точку на исследуемом образце).

Характеристики анализатора «РЕАН»

- диапазон измеряемых элементов от углерода (С) до урана (U);
- пределы обнаружения - от 0,0001%;
- стабильность работы анализатора – СКО <0.3%;
- измерение легких элементов в вакууме или гелиевой атмосфере;
- максимальная емкость автоматического сменщика образцов - до 144 образцов.

Набор автоматически сменных фильтров первичного излучения для дополнительного повышения чувствительности анализатора;

Прибор внесен в государственный реестр средств измерений;

Прибор полностью безопасен – имеются все необходимые сертификаты, в том числе санитарно-эпидемиологическое заключение.

Результаты анализа

Анализируемые образцы: стекла различного состава.

Пробоподготовка: дополнительная пробоподготовка не проводилась - образцы помещали непосредственно в измерительную камеру (прибор позволяет анализировать объекты различного размера, формы и агрегатного состояния).



Образцы готовой продукции – бутылки различного цвета

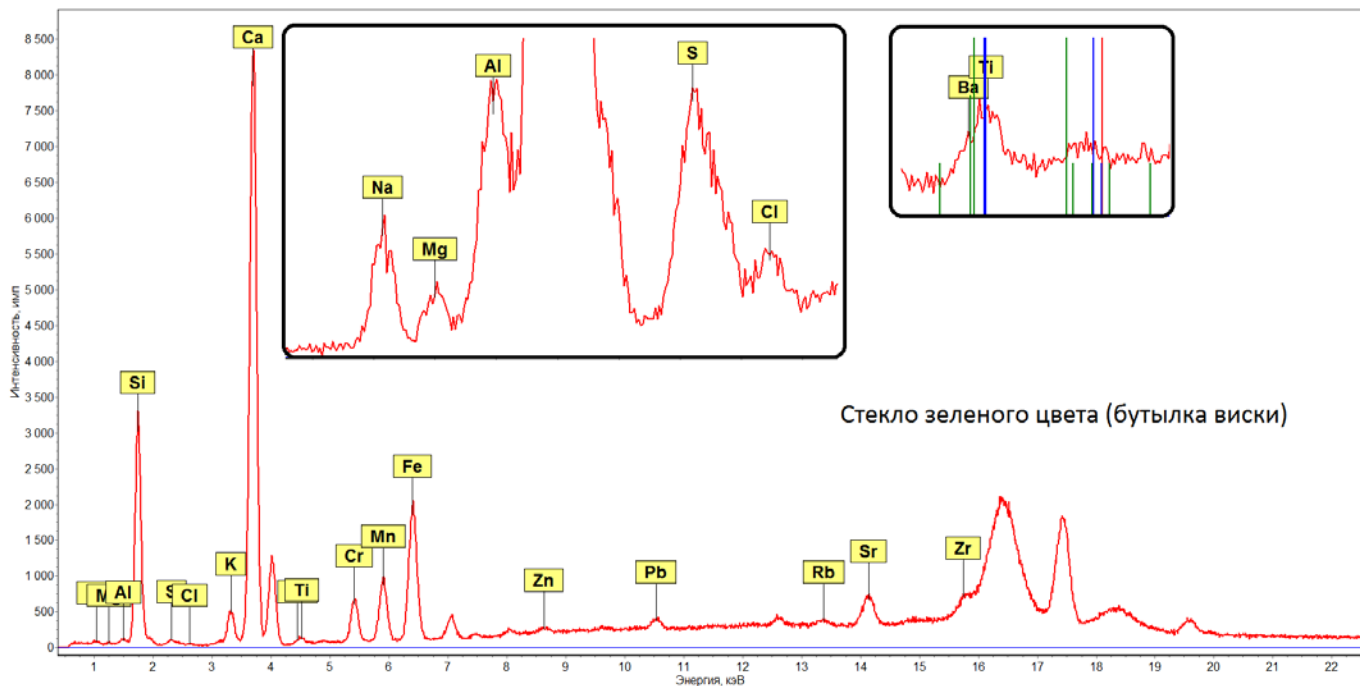


Рис.3 Спектр стекла зеленого цвета (бутылка «Виски»), с отмеченными пиками Na, Mg, Al, Si, S, Cl, K, Ca, Ti, Ba, Cr, Mn, Fe, Zn, Pb, Rb, Sr, Zr.



Рис.5 Спектр стекла светло-коричневого цвета (бутылка «Коньяк»), с отмеченными пиками Na, Mg, Al, Si, S, Cl, K, Ca, Ti, Cr, Fe, Sr, Zr.

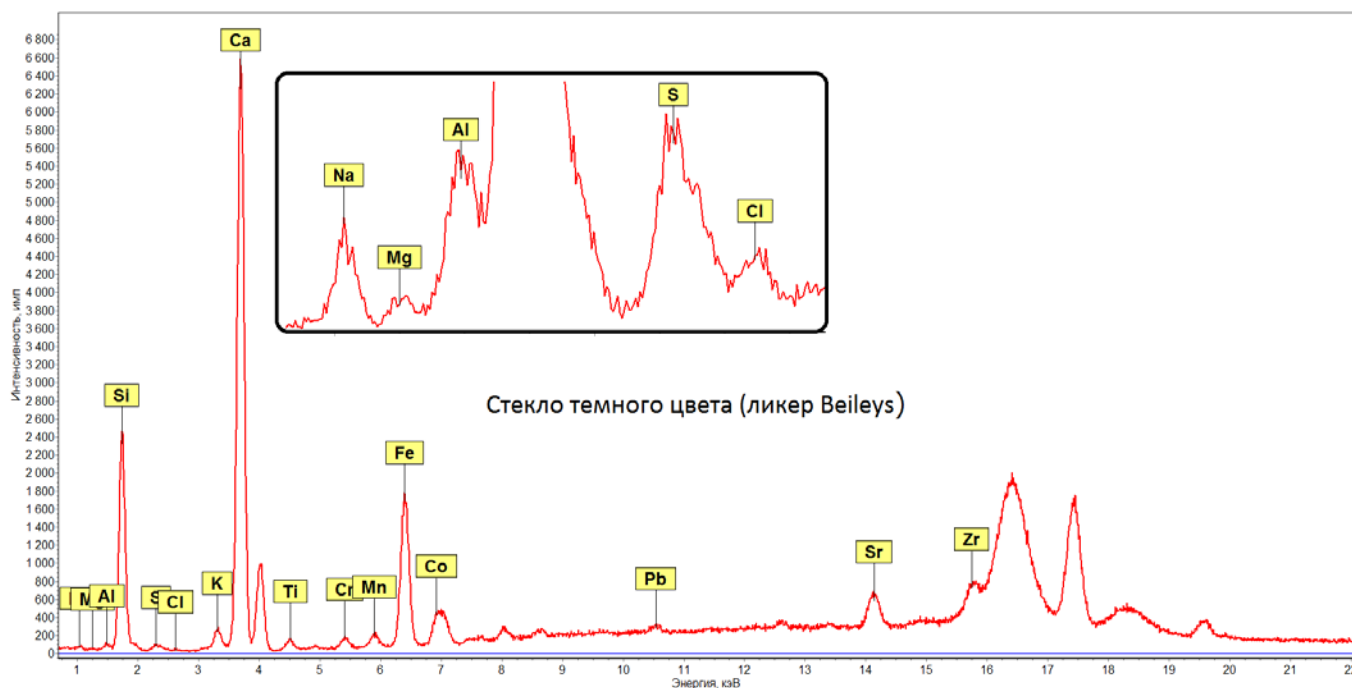


Рис.7 Спектр стекла темного цвета (бутылка «Бейлиз»), с отмеченными пиками Na, Mg, Al, Si, S, Cl, K, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Co, Pb, Sr, Zr.

Сравнение различных образцов бутылок

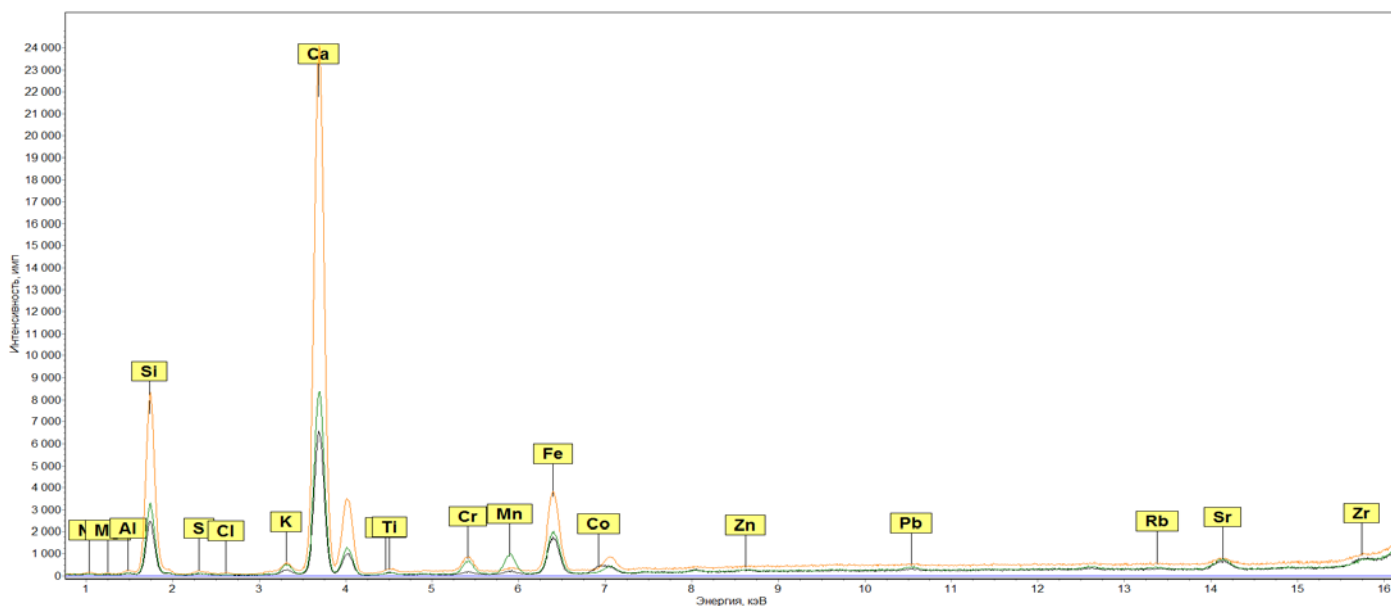


Рис. 9 Спектры образцов бутылок: желтый – коньяк, светло-зеленый – виски, темно-зеленый – бейлиз.

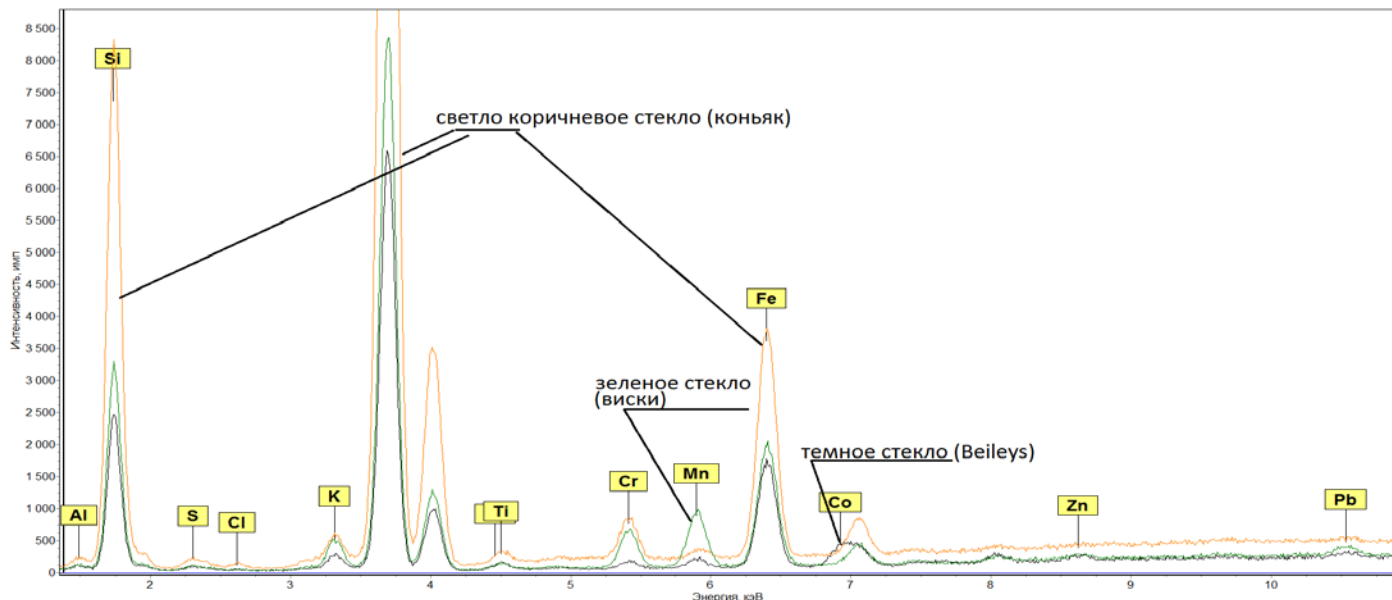


Рис. 10 Спектры образцов бутылок: желтый – коньяк, светло-зеленый – виски, темно-зеленый – бейлиз. Выделен участок спектров отображающий наибольшие отличия по элементному составу.

Таблица 1. Относительные концентрации элементов в 3-х образцах бутылок полученные методом Фундаментальных параметров.

	Al ₂ O ₃	SiO ₂	KO	CaO	TiO ₂	Cr ₂ O ₃	MnO	Fe ₂ O ₃	PbO	CoO	SrO
Бутылка «Виски»	2.8	81.8	0.9	12.7	0.12	0.3	0.4	0.8	0.05	-	0.1
Бутылка «Коньяк»	2.8	81.1	0.3	14.8	0.11	0.2	0.02	0.6	0.01	-	0.02
Бутылка «Бейлиз»	3.3	81.5	0.5	13.2	0.14	0.1	0.1	0.9	0.04	0.2	0.14

Метод Фундаментальных параметров является безэталоным методом, поэтому результаты, полученные с использованием этого метода, являются приблизительными и нормируются на 100%. Для более точного расчёта концентраций необходимо наличие стандартных образцов для построения градуировочных зависимостей.



Образцы разноцветного декоративного стекла (Китай)

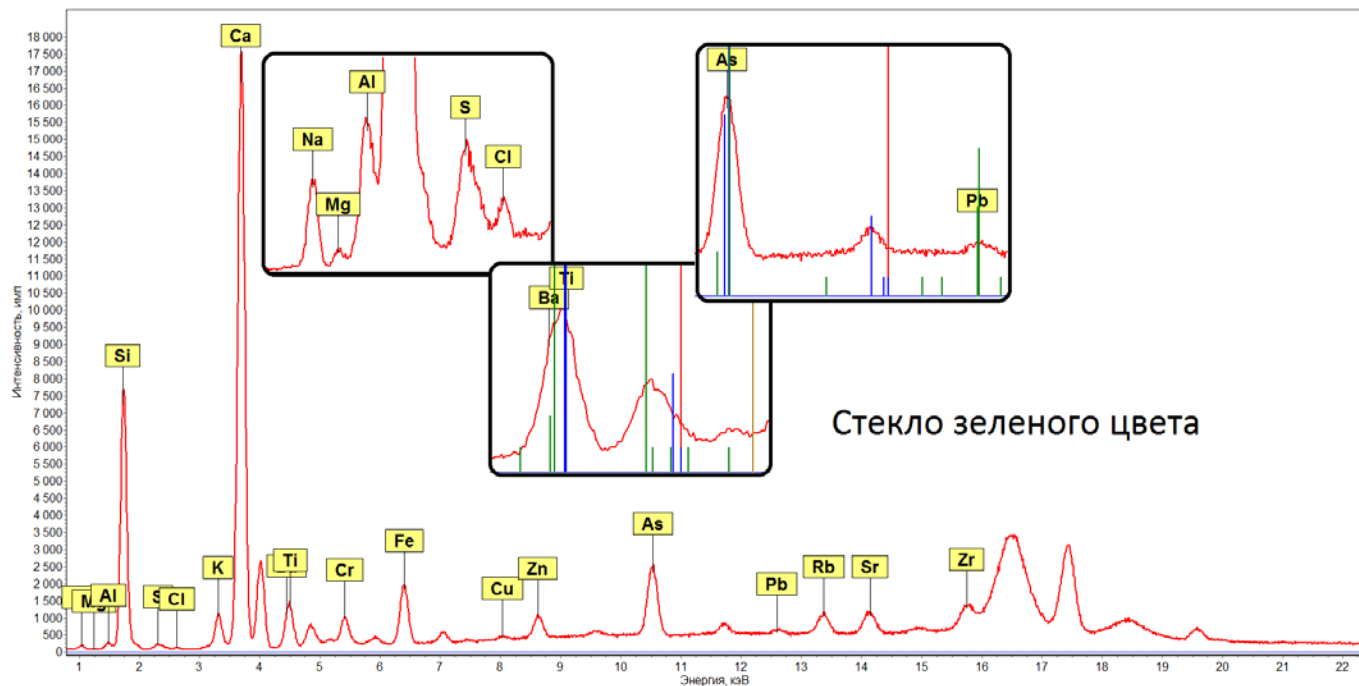


Рис.11 Спектр стекла зеленого цвета, с отмеченными пиками Na, Mg, Al, Si, S, Cl, K, Ca, Ti, Ba, Cr, Fe, Cu, Zn, As, Pb, Rb, Sr, Zr.

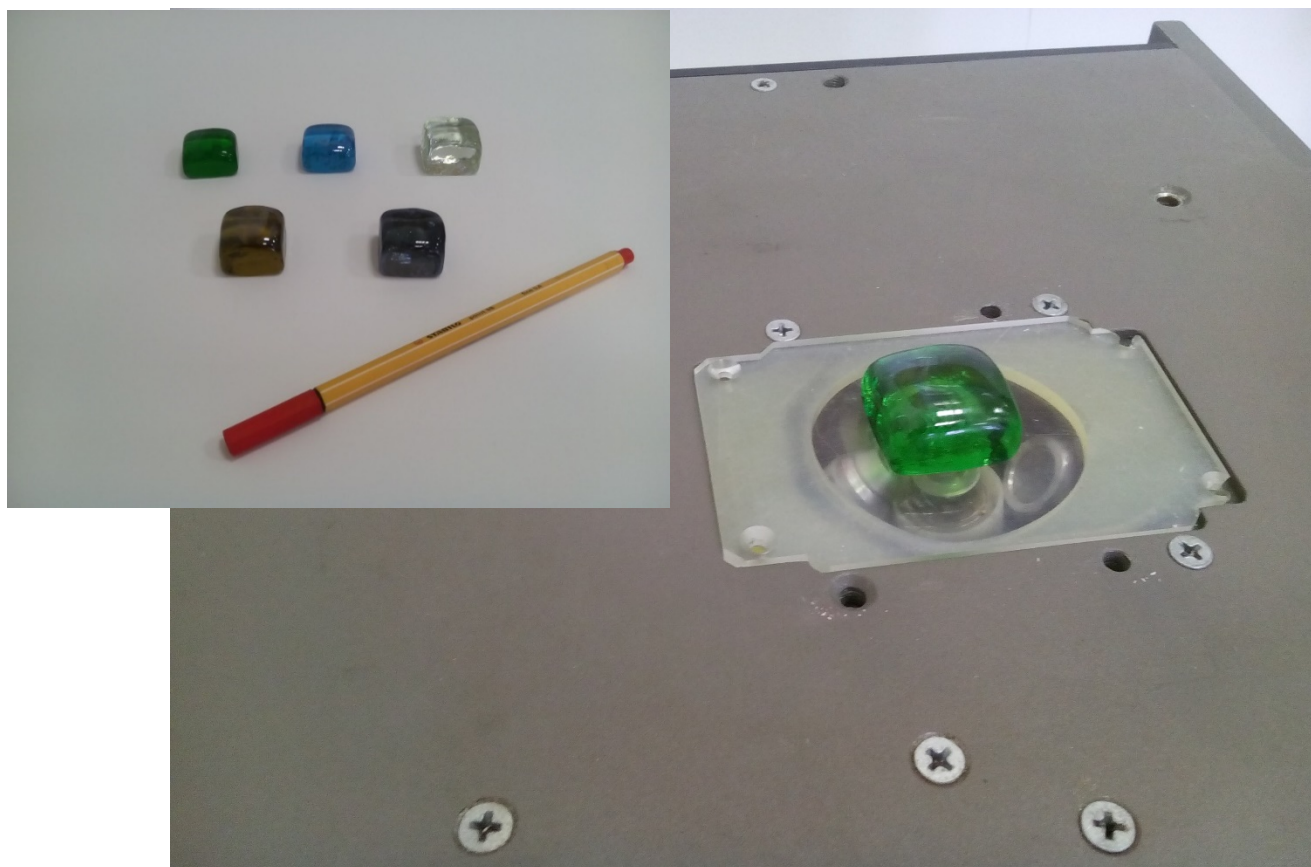


Рис. 12 Образцы декоративного цветного стекла. Процесс измерения. Образец устанавливается непосредственно над областью анализа.

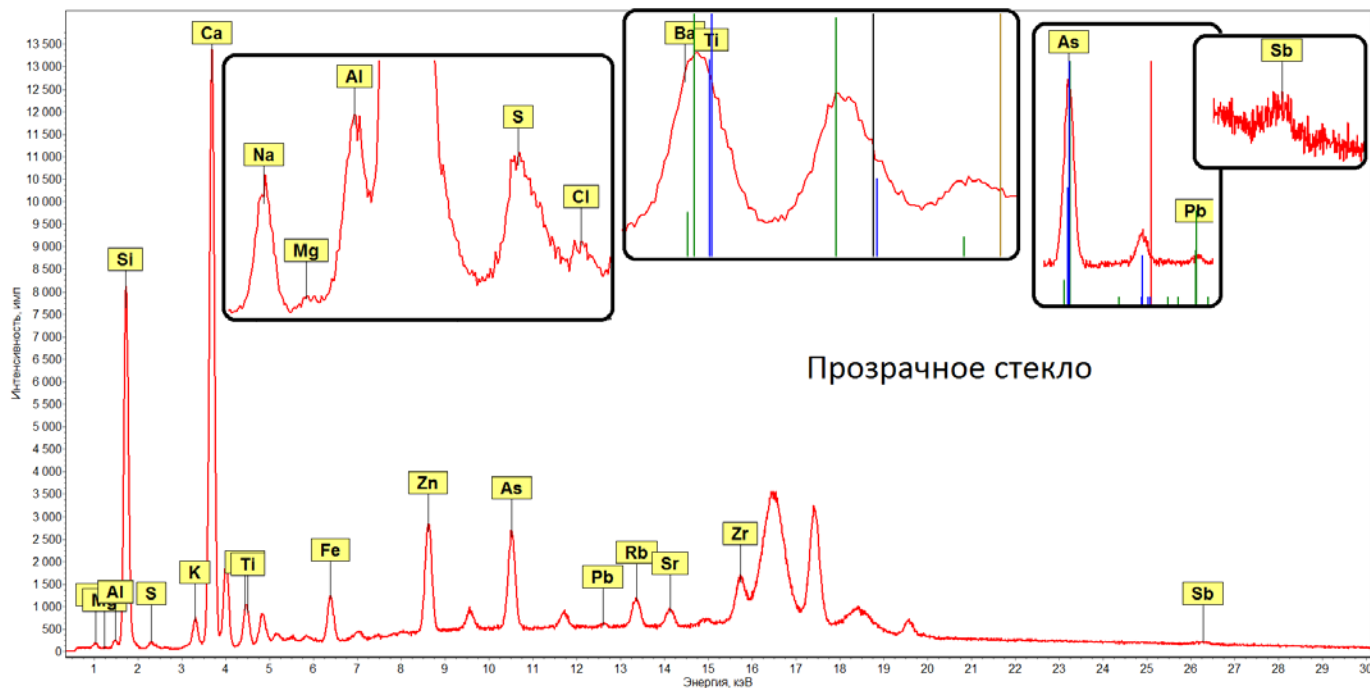


Рис.13 Спектр стекла прозрачного цвета, с отмеченными пиками Na, Mg, Al, Si, S, Cl, K, Ca, Ti, Ba, Fe, Zn, As, Pb, Rb, Sr, Zr, Sb.

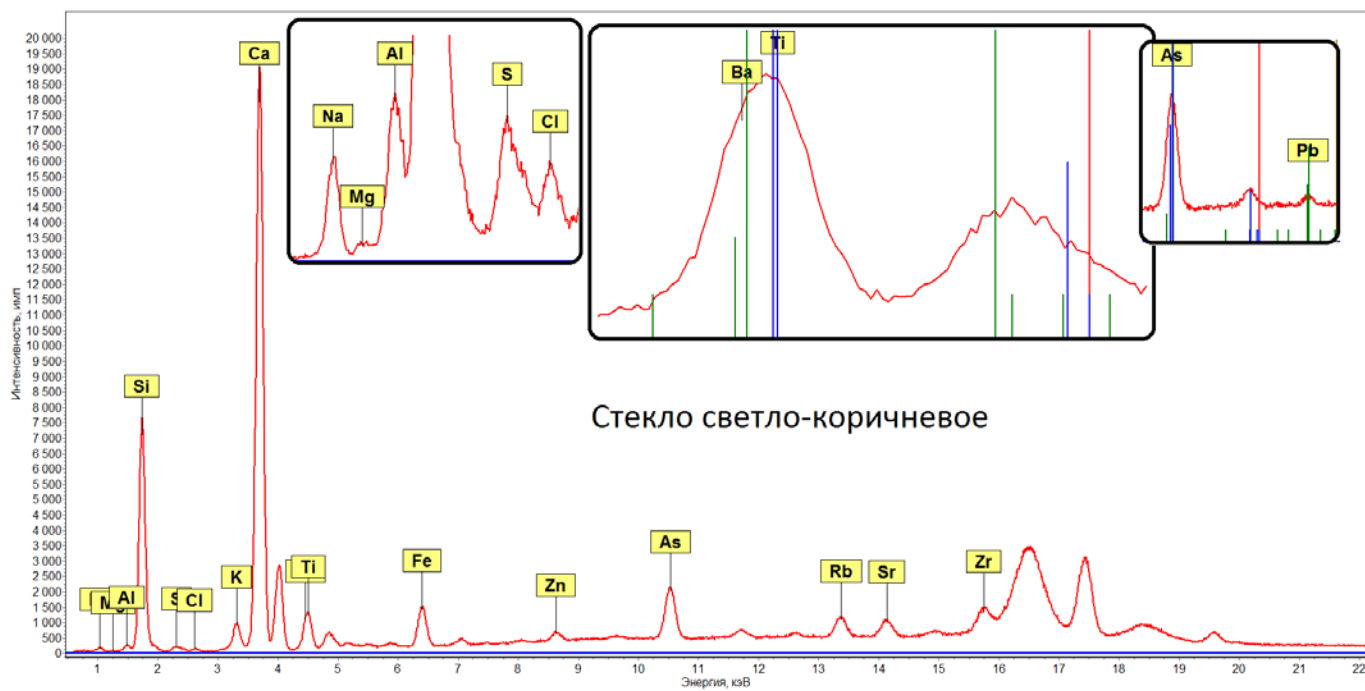


Рис.14 Спектр стекла светло-коричневого цвета, с отмеченными пиками Na, Mg, Al, Si, S, Cl, K, Ca, Ti, Ba, Fe, Zn, As, Pb, Rb, Sr, Zr.

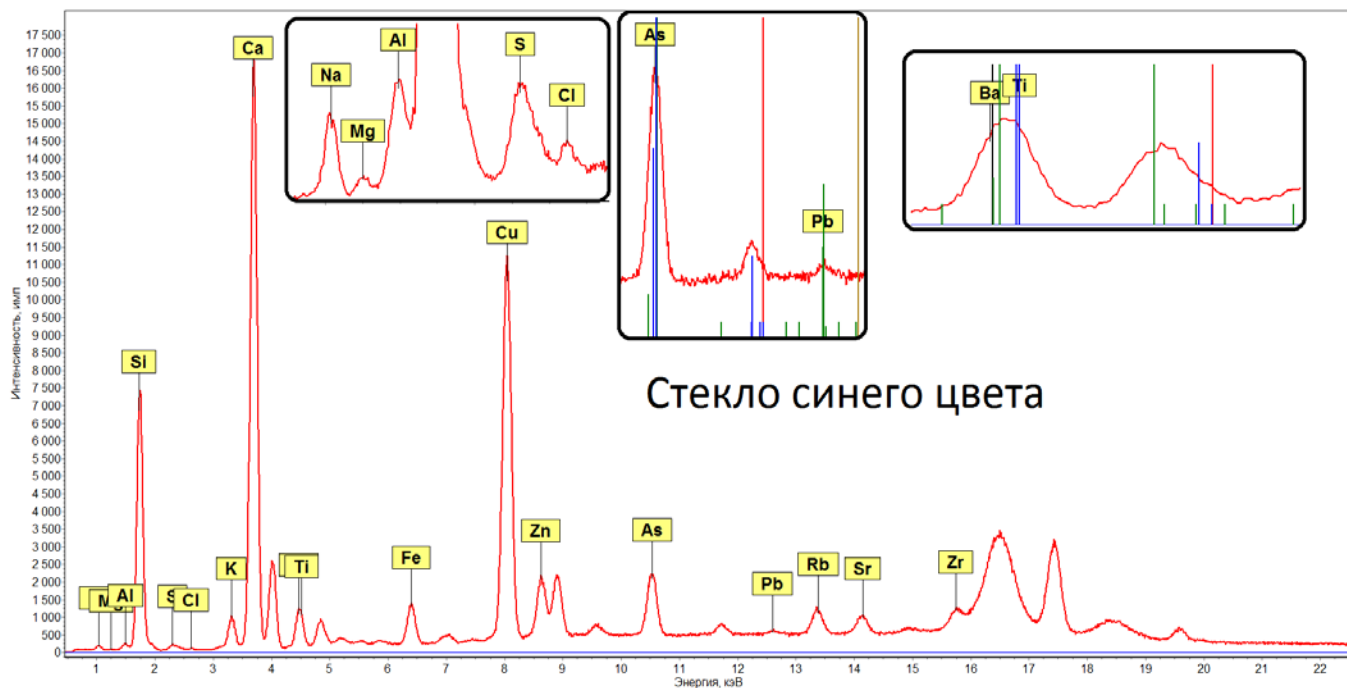


Рис.15 Спектр стекла синего цвета, с отмеченными пиками Na, Mg, Al, Si, S, Cl, K, Ca, Ti, Ba, Fe, Cu, Zn, As, Pb, Rb, Sr, Zr.

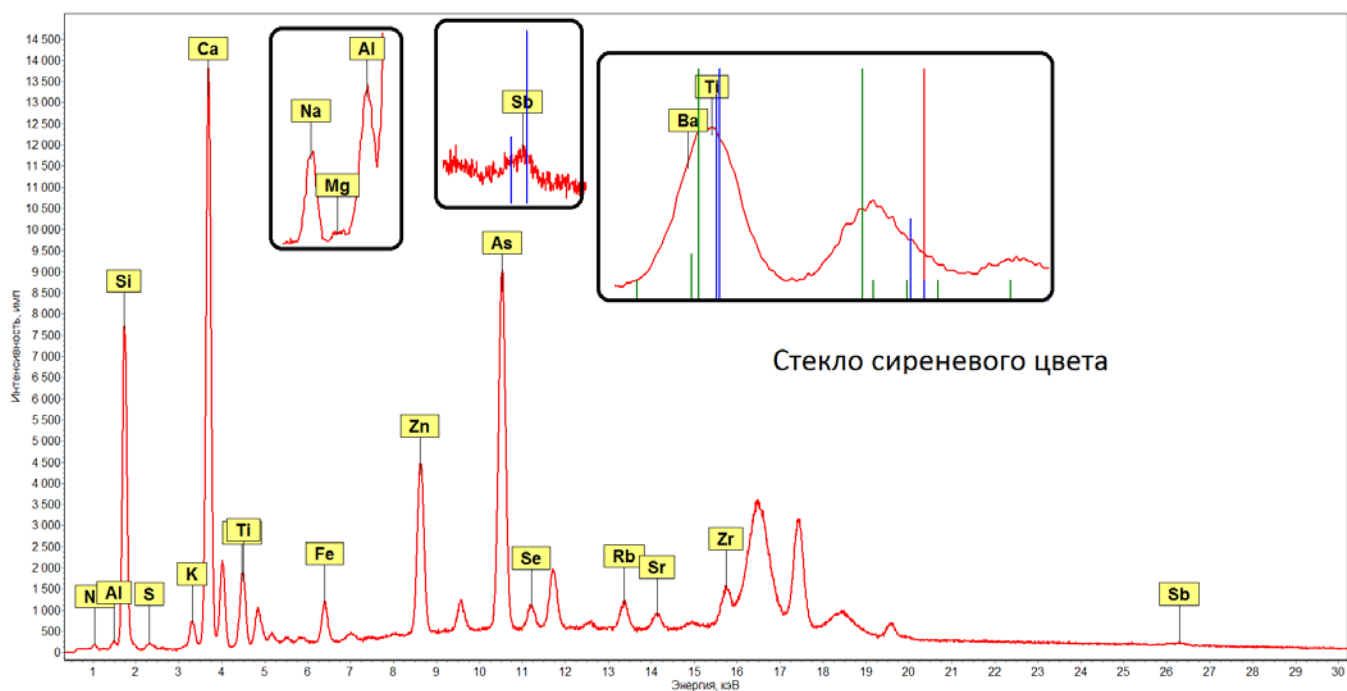


Рис.16 Спектр стекла сиреневого цвета, с отмеченными пиками Na, Mg, Al, Si, S, K, Ca, Ti, Ba, Fe, Zn, As, Rb, Sr, Zr, Sb.



Сравнение различных образцов декоративного стекла

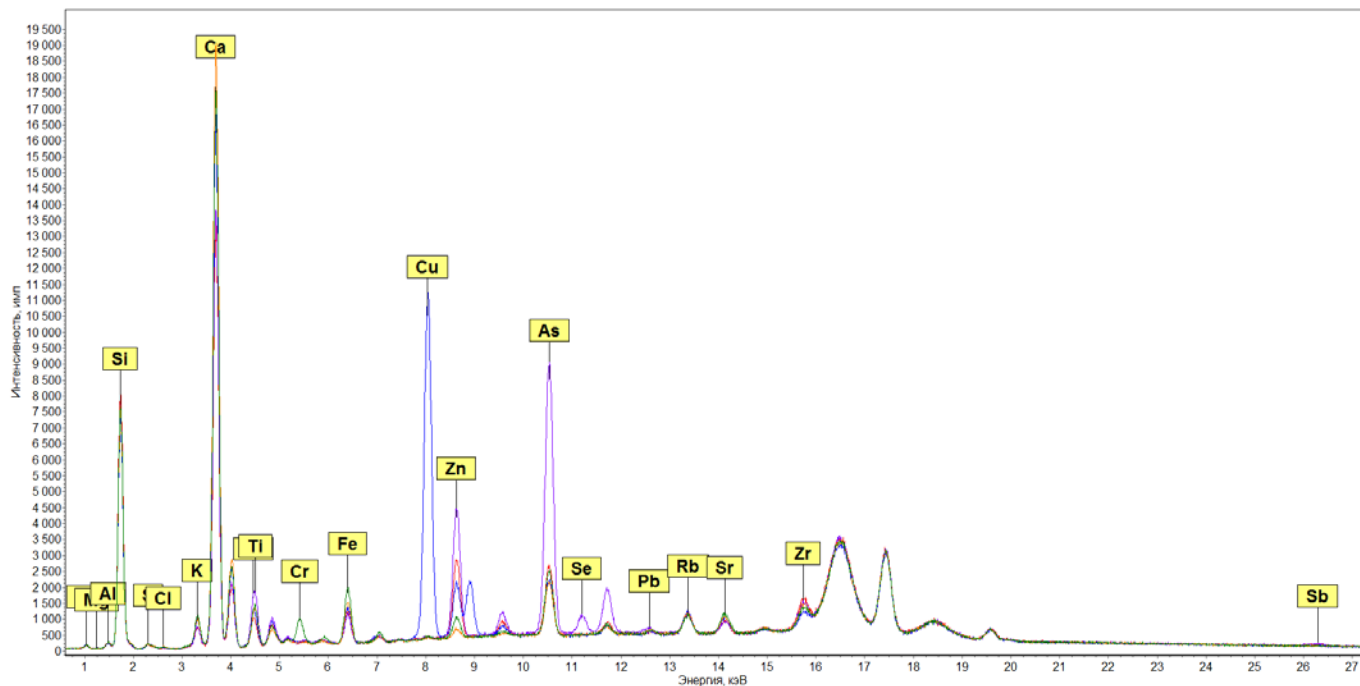


Рис. 17 Наложение спектров образцов декоративного стекла различного цвета.

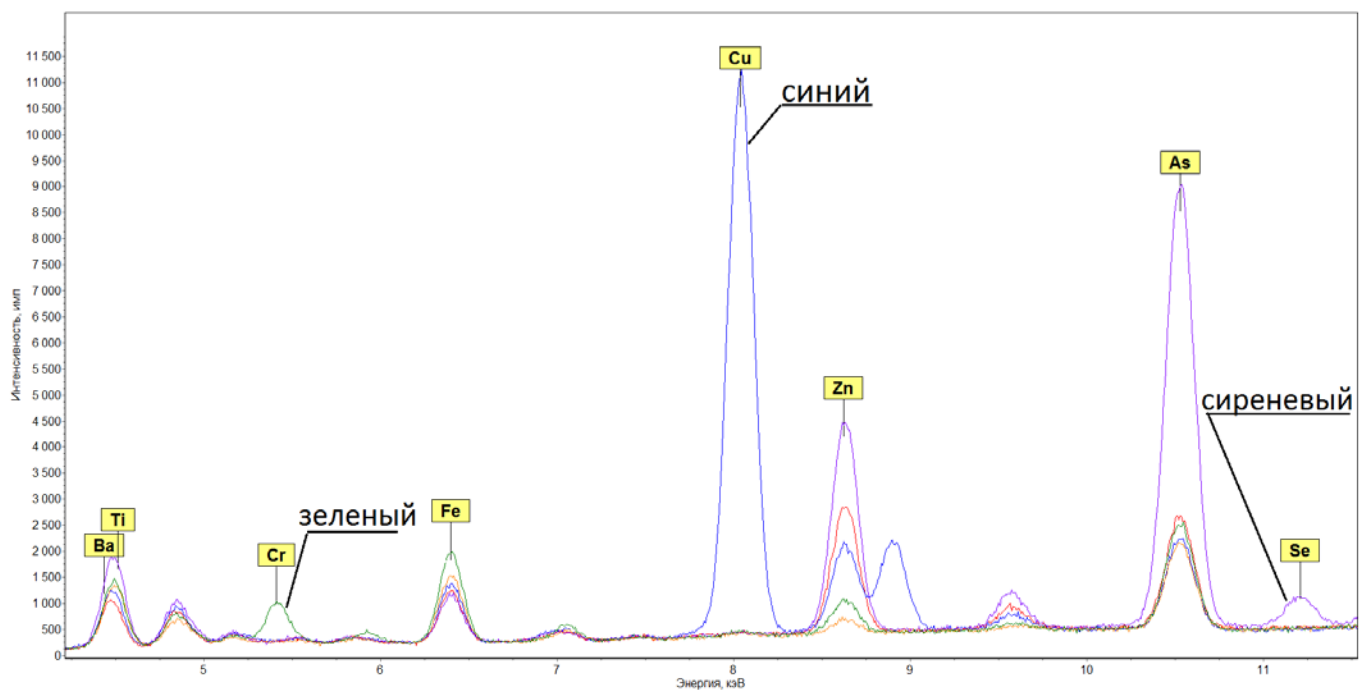


Рис. 18 Наложение спектров образцов декоративного стекла различного цвета. Выделен участок спектров отображающий наибольшие отличия по элементному составу.



Образец богемского стекла (BOHEMIA, CZECH REPUBLIC)

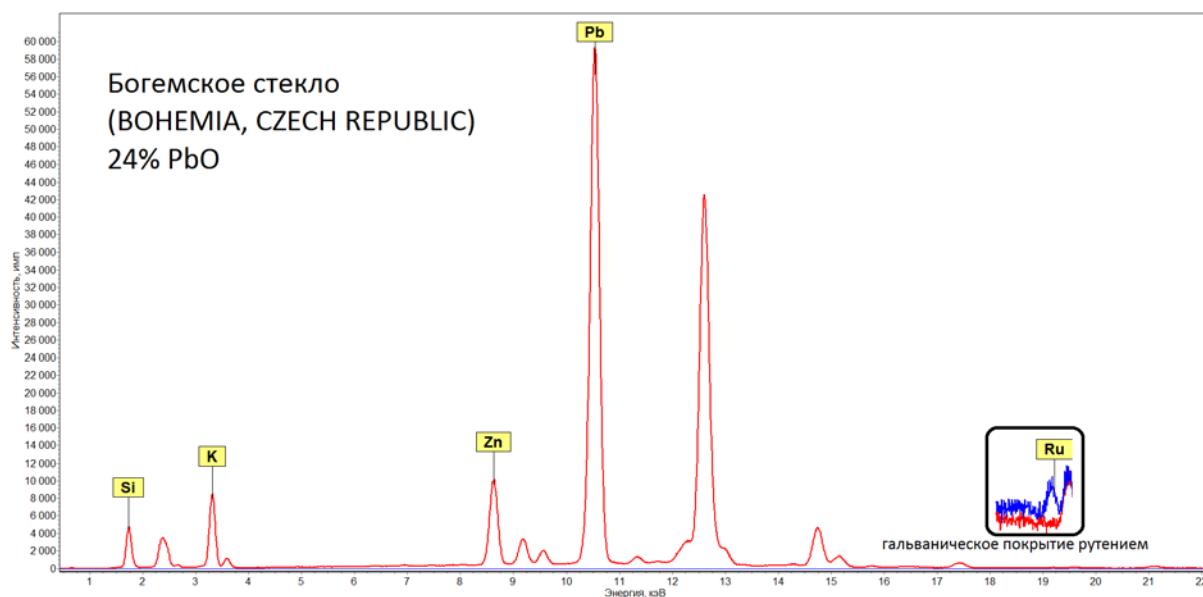


Рис.19. Спектр богемского стекла, с отмеченными пиками Si, K, Zn, Pb, Ru.



Рис. 20. Процесс измерения. Образец устанавливается непосредственно над областью анализа.



Образец защитного свинцового стекла

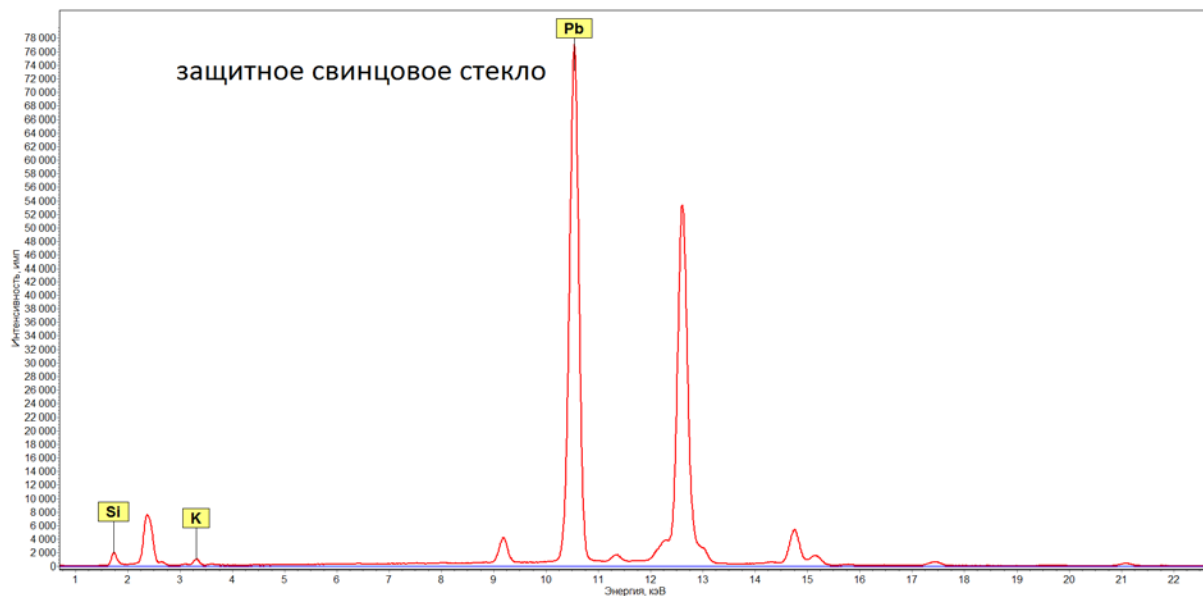


Рис.21. Спектр защитного свинцового стекла, с отмеченными пиками Si, K, Pb.



Рис. 22. Процесс измерения. Образец устанавливается непосредственно над областью анализа.



Выводы:

Для обеспечения стабильных свойств стекла, необходимых для успешной работы стеклоформирующих машин, требуется своевременный контроль состава сырьевых материалов и стекла. Аналитические методы контроля («мокрая химия»), принятые в стекольной отрасли, не имеют достаточной точности, воспроизводимости и экспрессности. Именно поэтому стекольные предприятия в настоящее время переходят на инструментальные методы контроля состава исходного сырья и готовой продукции. Метод рентгенофлуоресцентного анализа является экспрессным методом контроля, позволяющим с минимальными временными и материальными затратами на пробоподготовку осуществлять точный и неразрушающий элементный анализ сырьевых материалов и стекла в технологическом процессе. Данный метод позволяет также быстро определить состав примесей и включений в стекле.

УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

- | | |
|---------------------------|----------------------------|
| - напряжение: 10 кВ/40 кВ | - атмосфера: воздух, гелий |
| - ток: 1500 мкА/100 мкА | - время измерения: 100 сек |
| - трубка: Rh (Mo) анод | - мертвое время: 4-20% |