Расширение диапазона применения рентгенофлуоресцентных спектрометров ARL.

Бессонов Е.В.

ThermoFisher SCIENTIFIC

Кто мы

Лидирующий поставщик аналитического и вспомогательного оборудования, химических реактивов и материалов, ПО и сервисных услуг для исследований, контроля, открытий и диагностики

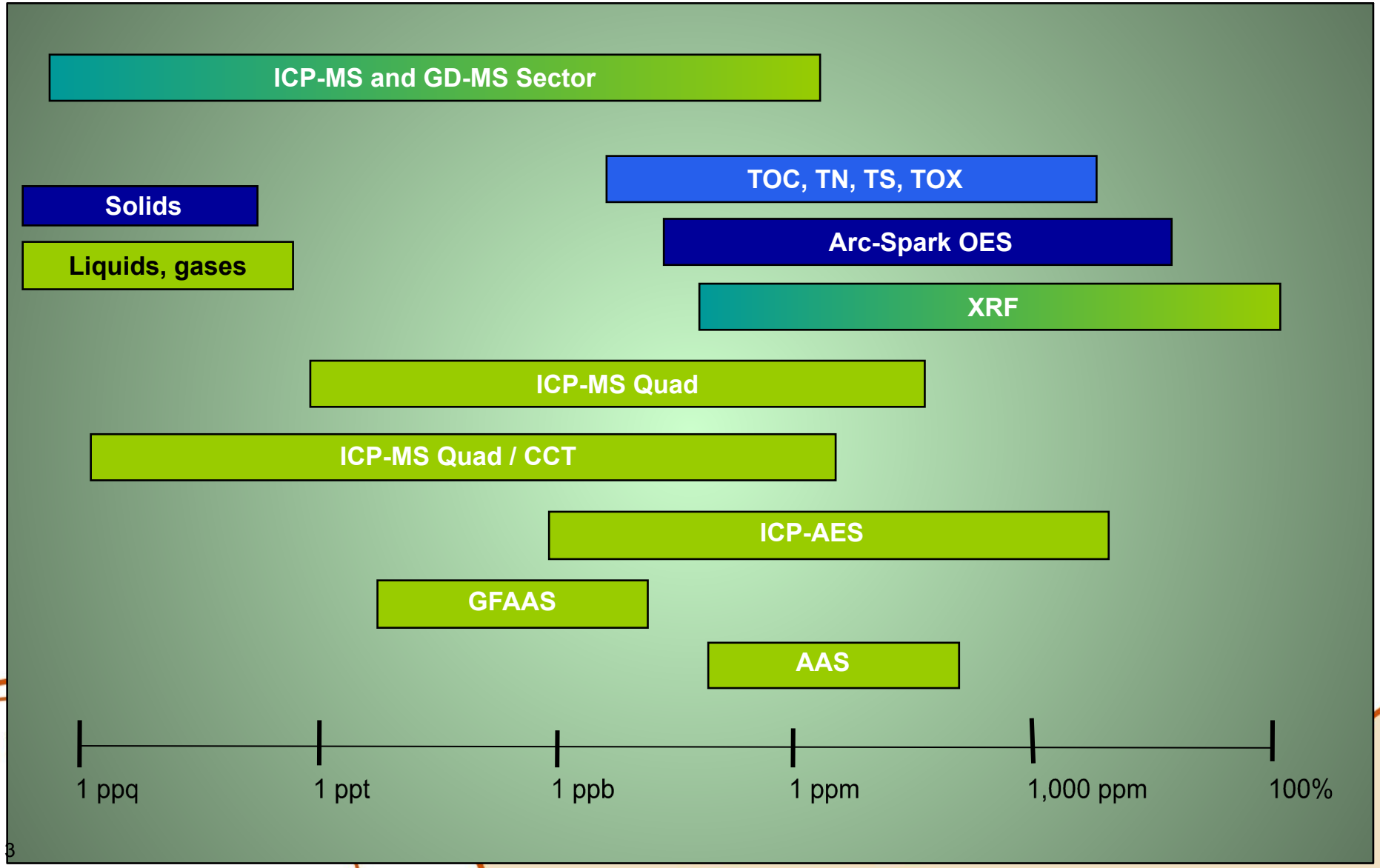
Сильные стороны

Масштаб	• $11 млрд оборот • 30,000 сотрудников • 350,000 пользователей • в 150 странах имеет представительства
Возможности	• Всеобъемлющее предложение • Технологии мирового уровня • Коммерческие
Опыт	• 150 лет совместного опыты
Брендовый капитал	• Только знаменитые бренды

Enabling customers to make the world healthier, cleaner and safer
Дать возможность жить людям здоровее, чище и безопаснее

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Задачи анализа химического состава, решаемые “Thermo Fisher Scientific”



Группа компаний Термо Техно

- Основана в России в январе 2000 года как сервисная служба, штат сотрудников – 5 человек
- В сентябре 2004 года получила статус эксклюзивного дистрибьютора Thermo Electron ARL
- В 2008 году создана компания Термо Техно Украина
- В 2009-2010гг. компания расширила список представляемых производителей оборудования – Thermo Gamma-Metrics, Nanosight, Dispersion, Brookhaven, SPEX/KATANAX, Porotech, Fritsch, Retsch, Ahura
- В штате группы компаний 56 сотрудников (50 в РФ, 6 в Украине)

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Комплексные решения

Термо Техно – **поставщик комплексных и экспертных решений на рынке аналитического оборудования и услуг**

Весь диапазон тех. исполнения

Программно-техническая интеграция

Весь комплекс научно-технической поддержки пользователей

- Портативные приборы, лабораторное оборудование, on-line анализаторы и автоматизированные системы с пневмопочтой
- От систем управления единичными приборами до автоматизированных многокомпонентных аналитических комплексов для лаборатории и производства
- Инсталляции и гарантийное обслуживание

  Консультации, «горячая линия», поставка запасных частей со клада в Москве
- Постгарантийное обслуживание, ремонт и модернизация «уже установленного» оборудования

  Программная, аппаратная, функциональная модернизация
- Аналитическая и методическая поддержка

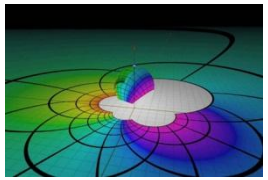
  Консультации и участие в разработке методик элементного и фазового анализа материалов
- Обучение пользователей

  Регулярные школы «Теория и практика рентгенофлуоресцентного анализа» и «Школа по рентгеновской дифракции»

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

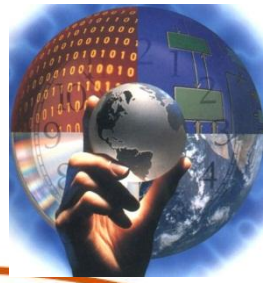
Наши крупнейшие пользователи

- **Наука и Образование**



МГУ, Химический факультет, ИНУМИТ
СПбГУ, Геологический факультет, Химический факультет
Казанский ГУ, Химический факультет
Южный Федеральный Университет (г.Ростов), Химический факультет, НКТБ «Пьезоприбор»
Сибирский Федеральный Университет (г.Красноярск), ЦКП
РГУНГ им.Губкина, г.Москва

МГСУ-МИСИ, НТЦ новых строительных технологий и материалов
Воронежский Государственный Университет
Белгородский Государственный Университет
Белгородский Государственный Технический Университет
Пермский Государственный Технический Университет
Новосибирский Государственный Университет
Новосибирский Государственный Технический Университет
МИСиС, г.Москва, Институт металлургии и экологии
Институт проблем химической физики РАН, г. Черноголовка
Институт химии высокочистых веществ РАН, г.Н.Новгород
«ОмЦКП» Омского Научного Центра СО РАН
Институт катализа РАН, г.Новосибирск
Институт Геологии РАН, г.Новосибирск
Институт геологии КНЦ РАН, г.Петрозаводск
ФГУП «ВНИГНИ», г.Москва
ФГУП ГИРЕДМЕТ , г.Москва
«ВСЕГЕИ им. А.П. Карпинского», г. Санкт-Петербург
«ЦНИИГЕОЛНЕРУД» , г.Казань
тут сверхтвердых материалов, г.Троицк
ВНИИТФ им. Е.Д. Забабахина, г. Снежинск и др.
ВНИИМ им.Бочвара, «ЦНИИТМАШ», «ВИЛС» и др.



ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Наши крупнейшие пользователи

- **Черная металлургия**

Северсталь, ММК(Магнитогорск), Уральская Сталь, НЛМК (Липецк), МЕЧЕЛ (Челябинск), ОМК, Выкса(Н.Новгород), Arcelor Mittal Steel (Кривой Рог), Азовсталь, ММК им.Ильича (Украина), Алчевский МК (Украина)

- **Цветная и редкоземельная металлургия**

Норильский Никель, РУСАЛ, КрасЦветМет (Красноярск), УГМК, ПЗЦМ (Касимов), Артемовский ОЦМ, Ступинская МК, ТВЭЛ ...

- **Цементная промышленность**

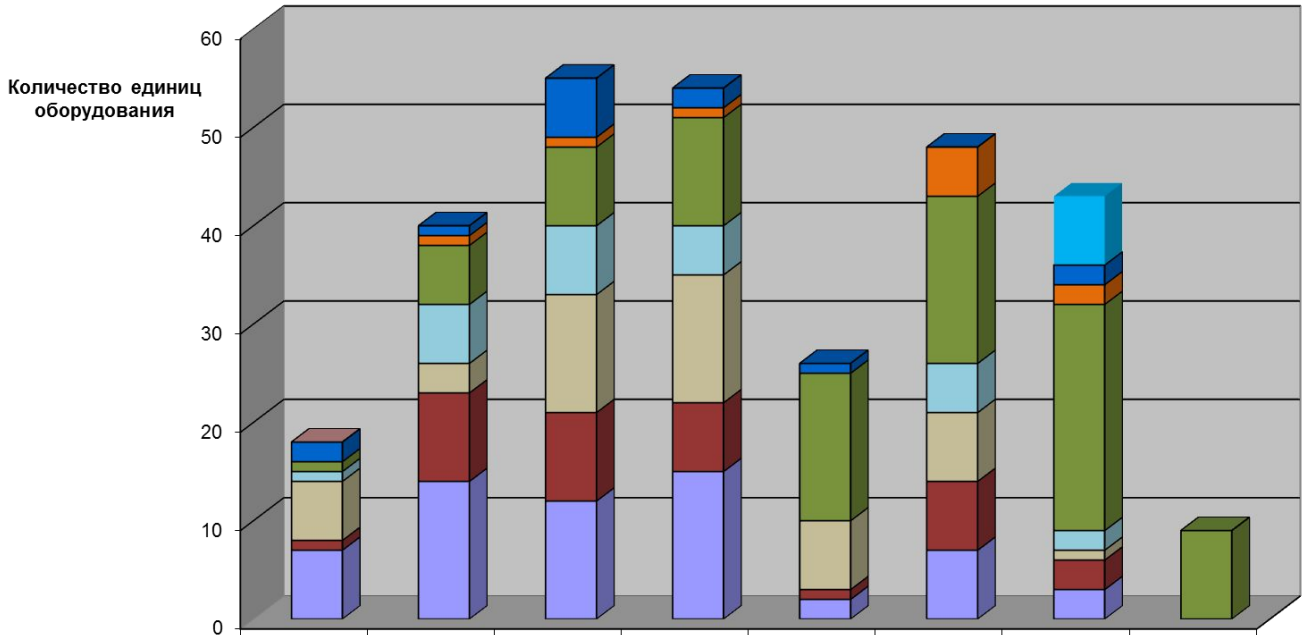
Евроцемент, Сибирский Цемент, Себряков Цемент, Lafarge, Holcim, Heidelberg, CRH, Dyckerhoff ...

- **Горнодобывающая промышленность**

Лебединский ГОК, Комбинат «Магнезит» (Сатка), «АЛРОСА», «ФОСАГРО», УК «Петропавловск»…

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

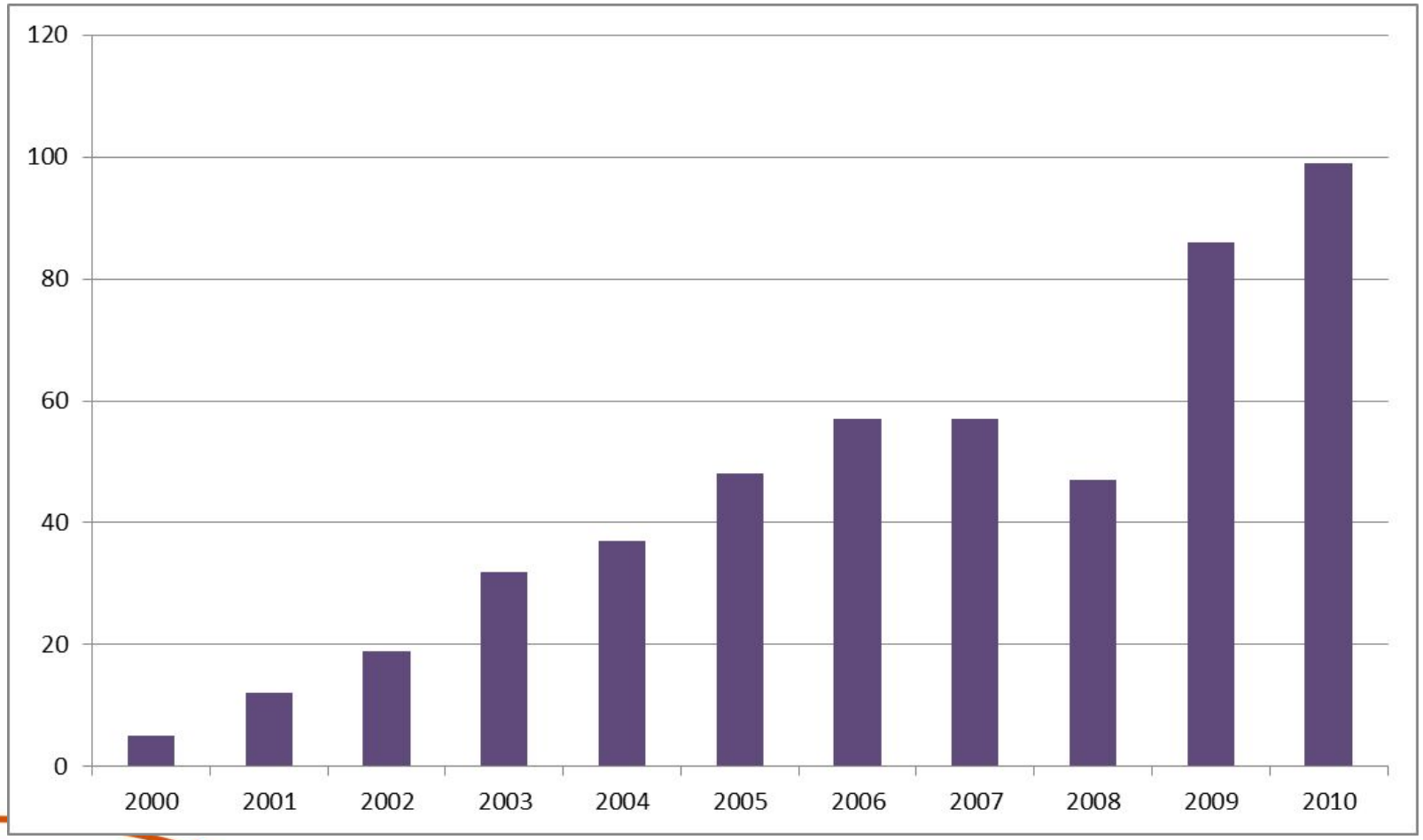
Продажи оборудования 2005-2010



	2005	2006	2007	2008	2009	2010 (прогноз)	2010 (факт)	в т.ч. новое оборудование
Стекло	0						7	
Горнорудная	2	1	6	2	1	0	2	
Нефтехимия	0	1	1	1	0	5	2	
Наука	1	6	8	11	15	17	23	9
Машиностроение	1	6	7	5	0	5	2	
Цемент	6	3	12	13	7	7	1	
Цветная металлургия	1	9	9	7	1	7	3	
Черная металлургия	7	14	12	15	2	7	3	
ИТОГО	**18**	**40**	**55**	**54**	**26**	**48**	**43**	**9**

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Договора на послегарантийное обслуживание 2000-2010



ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Рентгенофлуоресцентный анализ

Thermo SCIENTIFIC

От портативных приборов до мощных универсальных инструментов

портативный

ARL X'TRA

EDX **WDX**

ARL Quant'X

ARL 9900

ARL Optim'X

ARL PERFORM'X

ARL Advant'X

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Привлекательные стороны спектрометров **Thermo Scientific**

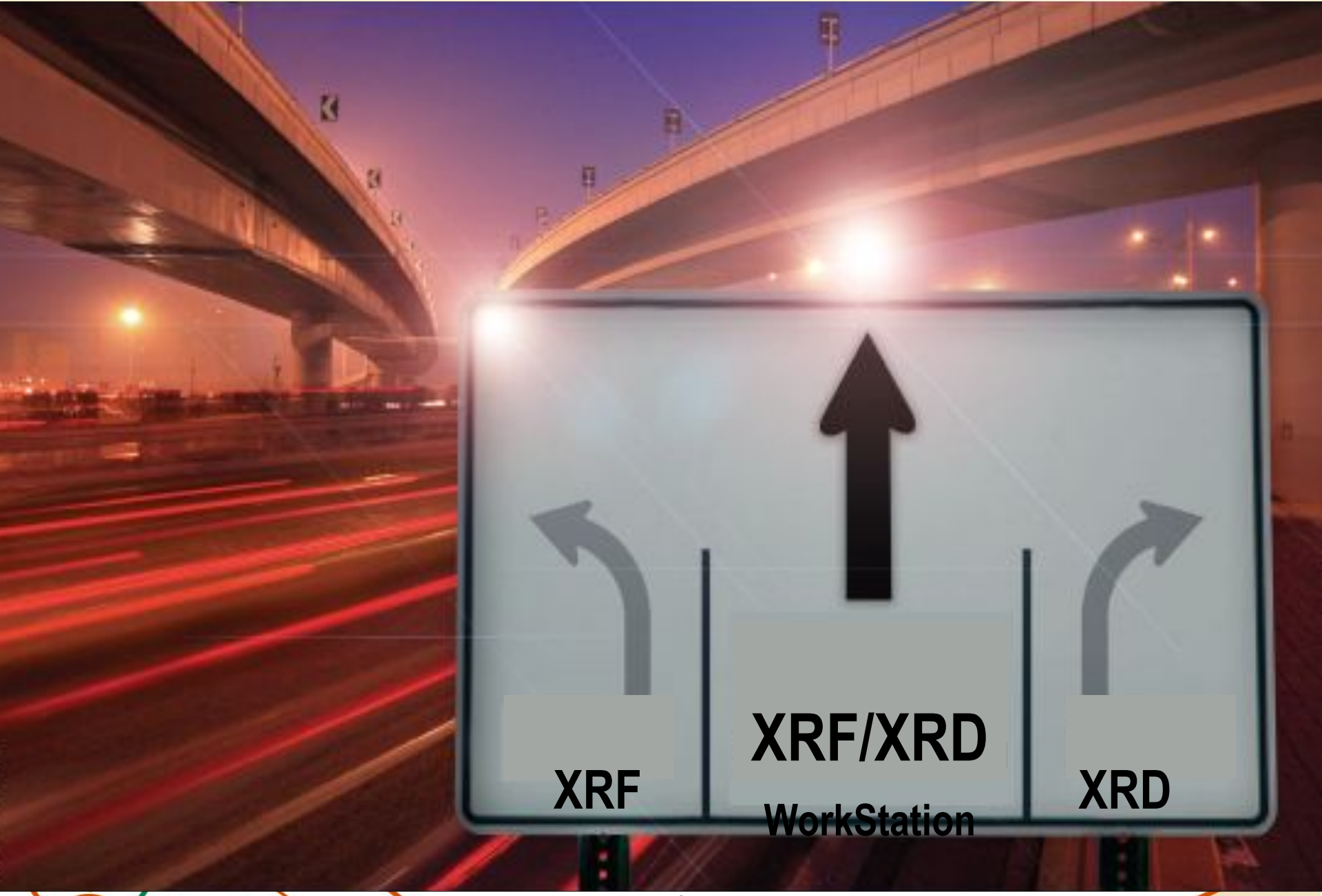
- **Богатая история, с более чем 70 летним опытом работы.**
  На всем ее протяжении множество новаторских идей, реализованных в современных моделях спектрометров.
- **Высокая стабильность работы приборов, обеспеченная вакуумной и термостабилизированной аналитической емкостью приборов, контролем температуры каждого кристалла-монохроматора.**
  Литой корпус с единственным уплотнителем.
- **Спектрометры с расположением аналитической емкости над прибором (для исключения загрязнения порошковыми материалами) и под пробой с возможностью анализа жидкостей.**
- **Можно выбирать:**
  - **экспресс-анализ с использованием фиксированных каналов,**
  - **последовательный анализ с возможностью выбора спектральной линии, учета фона, применения методов внутреннего стандарта, стандарта-фона …. До 3 гониометров в одном приборе!**

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Привлекательные стороны спектрометров Thermo Scientific

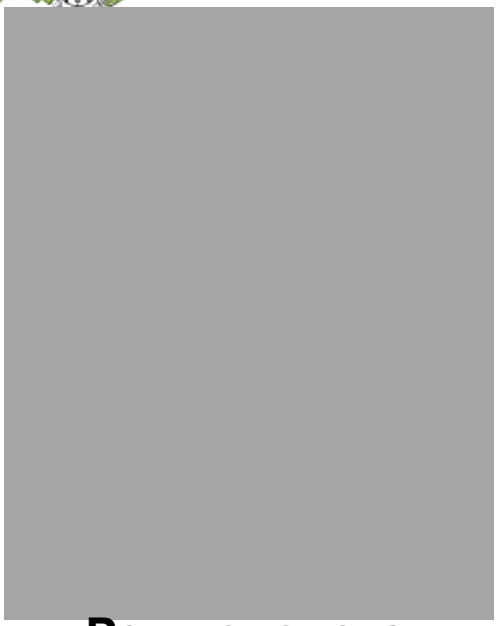
- Уникальный бесшестереночный гониометр, с контролем положения по углам на основе эффекта Муара. Гониометр обладает набором кристаллов-монохроматоров для определения элементов от Be до U.
- Интеграция рентгенофлуоресцентного спектрометра и дифрактометра.
- Широкий выбор приборов с различной мощностью (двух и одно-контурные системы охлаждения). Не нужен блок охлаждения.
- Программы для проведения анализа без использования градуировочных образцов QuantAS (разработка ARL) и знаменитая UniQuant (компания Omega Data System – подразделение Thermo Fisher Scientific).
- Программное обеспечение, позволяющее не только проводить диагностику и выявление неисправных узлов и деталей без остановки прибора, но и выявлять тенденции в изменении работы отдельных его узлов.
- Развитая система технической и аналитической поддержки со стороны ООО “Термо Техно”

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

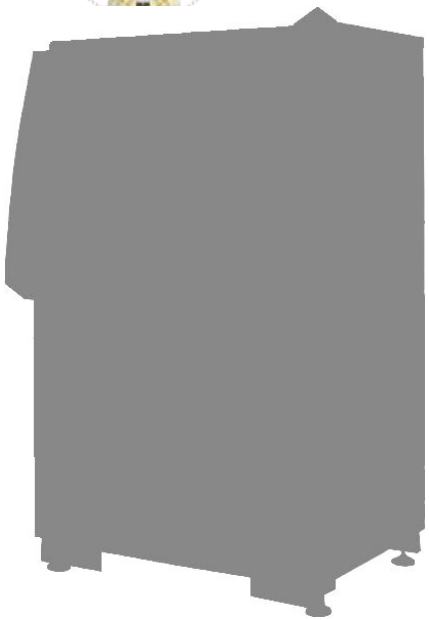


… Полные XRF and XRD анализы в одном приборе

ARL 9900 X-Ray WorkStation
2 прибора в 1



Рентгеновская флуоресценция



Рентгеновская дифракция

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

ARL 9900 X-Ray WorkStation

Полный химический и фазовый анализы за одно и тоже время на одной пробе

Рентгеновская флуоресценция

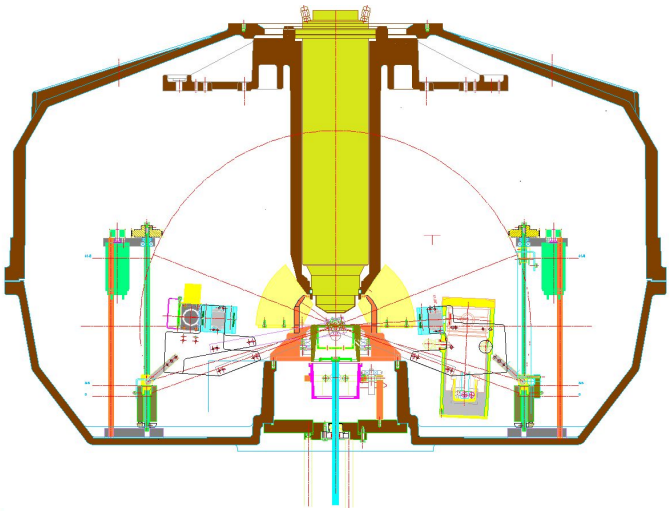
Рентгеновская дифракция

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Совмещение дифрактометра и рентгенофлуоресцентного спектрометра в ARL 9900

ARL 9900 с интегрированным дифрактометром

ARL X'TRA: Порошковый дифрактометр широкого применения



Thermo X-ray Workstation

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Новый ARL 9900 X-ray WorkStation с полным дифрактометром

XRF
Гониометры
Последовательный, всеобъемлющий, элементный анализ

XRF
Монохроматоры
Быстрый, точный рутинный анализ

Образец

Полный
Дифрактометр
Фазовый & минералогический анализы

Мощные
программы
OXSAS
UniQuant
Visual Crystal

IntelliPower
1200/2500 Вт
Без внешнего холодильника

IntelliPower
3600/4200 Вт
Высочайшие возможности

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Варианты конфигурации ARL 9900WS

Количество Universal Goniometer F45 или SmartGonio™	Интегрированная запатентованная XRD система	Количество фиксированных моноканалов ARL 9900
0	-	32
0	Да	24
1	-	24
1	Да	16
2	-	16
2	Да	10
3	-	10

ГИБКАЯ КОМПЛЕКТАЦИЯ:
Несколько каналов, несколько гониометров, 1-2 дифрактометрических канала

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Элементный анализ

Thermo OXSAS SQA - Thermo Electron - CH

File Analysis and Data Operation Setup Tools Views Help

Quantitative Analysis

CEM 42.5R - CEM 52.5 -

Task: XRF-XRD

Grade:

Type Standard:

Method: Pressed_Powder

Parameter	Value
Sample Name	CEM 52.5
Sample N°	
Runs Requested	1
Sample Position In	7

Result Format: ARL by Runs

Element Format: XRF-XRD

Element	Units	AVG
CaO	%	64.89
SiO2	%	21.97
Al2O3	%	4.85
Fe2O3	%	2.50
MgO	%	1.74
K2O	%	1.45
Mn2O3	%	0.04
Na2O	%	0.19
P2O5	%	0.09
SO3	%	3.10
TiO2	%	0.20
C3S	%	-
C2S	%	-
C3A Cubic	%	-
C3A Ortho	%	-
C4AF	%	-
Lime	%	-
Portlandite	%	-
Arcanite	%	-
Gypse	%	-
Bassanite	%	-
Anhydrite	%	-

SID Ok | Continue | Delete | Bad Sample | Finish | New Sample

Monitoring and Troubleshooting

Check Detector

Acquiring Data (12% completed) | No Batch in progress

Icon Panel | Quantitative Analysis | Investigate Diffractograms

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Фазовый анализ

Thermo OXSAS SQA - Thermo Electron - CH

File Analysis and Data Operation Setup Tools Views Help

Quantitative Analysis

CEM 42.5R - CEM 52.5 -

Task: XRF-XRD

Grade:

Type Standard:

Method: Pressed_Powder

Parameter	Value	Parame
Analysis Date	28/06/2007 15:53:02	Runs Reque
Sample Name	CEM 52.5	Sample Pos
Sample N°		
XRD Quantification	cement_B	

Result Format: ARL by Runs

Element Format: XRF-XRD

Element	Units	AVG
CaO	%	64.89
SiO2	%	21.97
Al2O3	%	4.85
Fe2O3	%	2.50
MgO	%	1.74
K2O	%	1.45
Mn2O3	%	0.04
Na2O	%	0.19
P2O5	%	0.09
SO3	%	3.10
TiO2	%	0.20
C3S	%	54.78
C2S	%	11.68
C3A Cubic	%	5.15
C3A Ortho	%	2.78
C4AF	%	9.32
Lime	%	-
Portlandite	%	3.53
Arcanite	%	2.40
Gypse	%	0.08
Bassanite	%	10.25
Anhydrite	%	-

SID Ok | Continue | Delete | Bad Sample | Finish | New Sample

Tools Window

8.94599 °, 0.594 kcps

25 30 35 40 45 50 55 60 65 70 75 80

2 Theta [°]

File name

OXSAS_Data\Scan

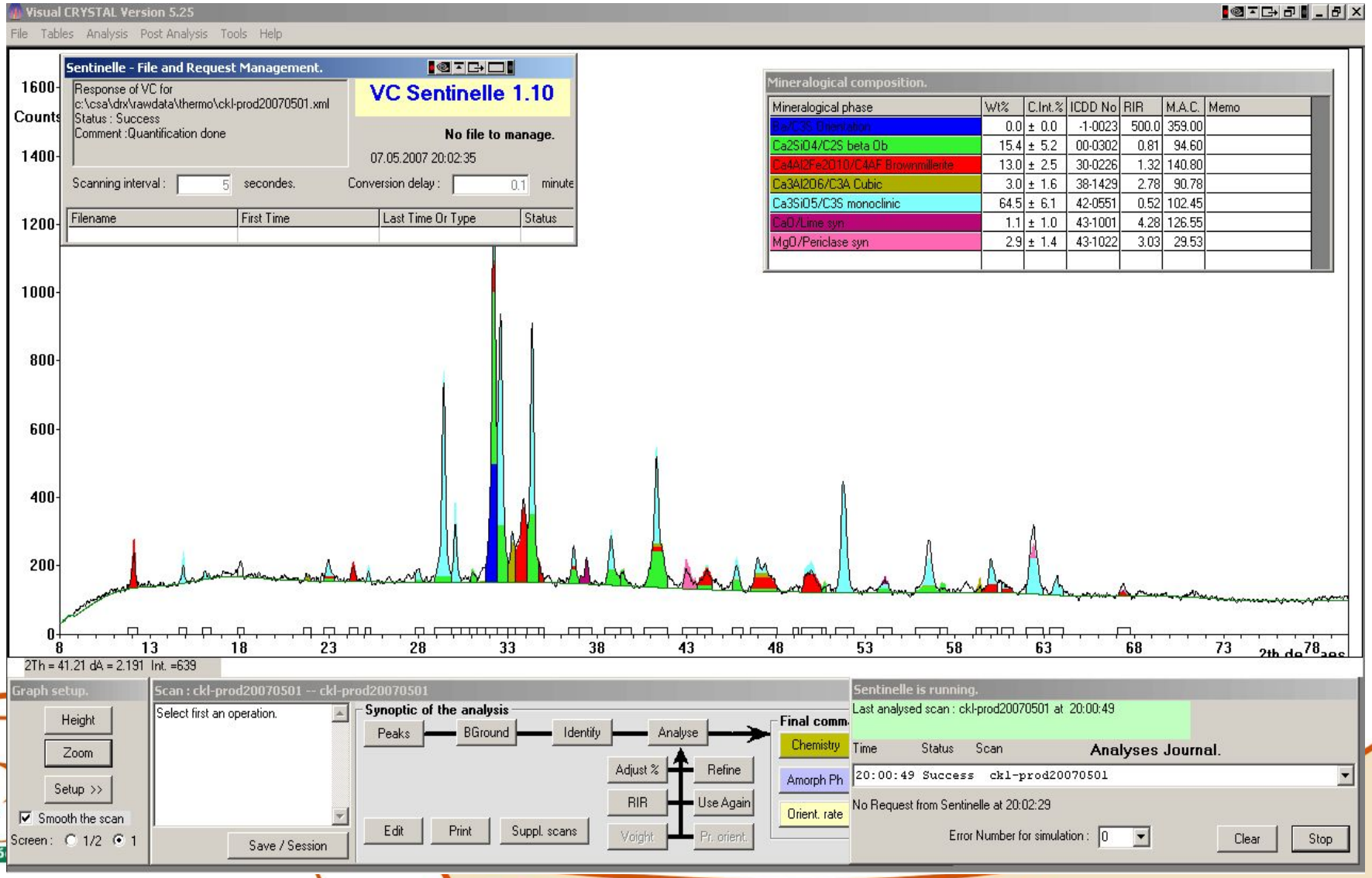
Panora

No Batch in progress

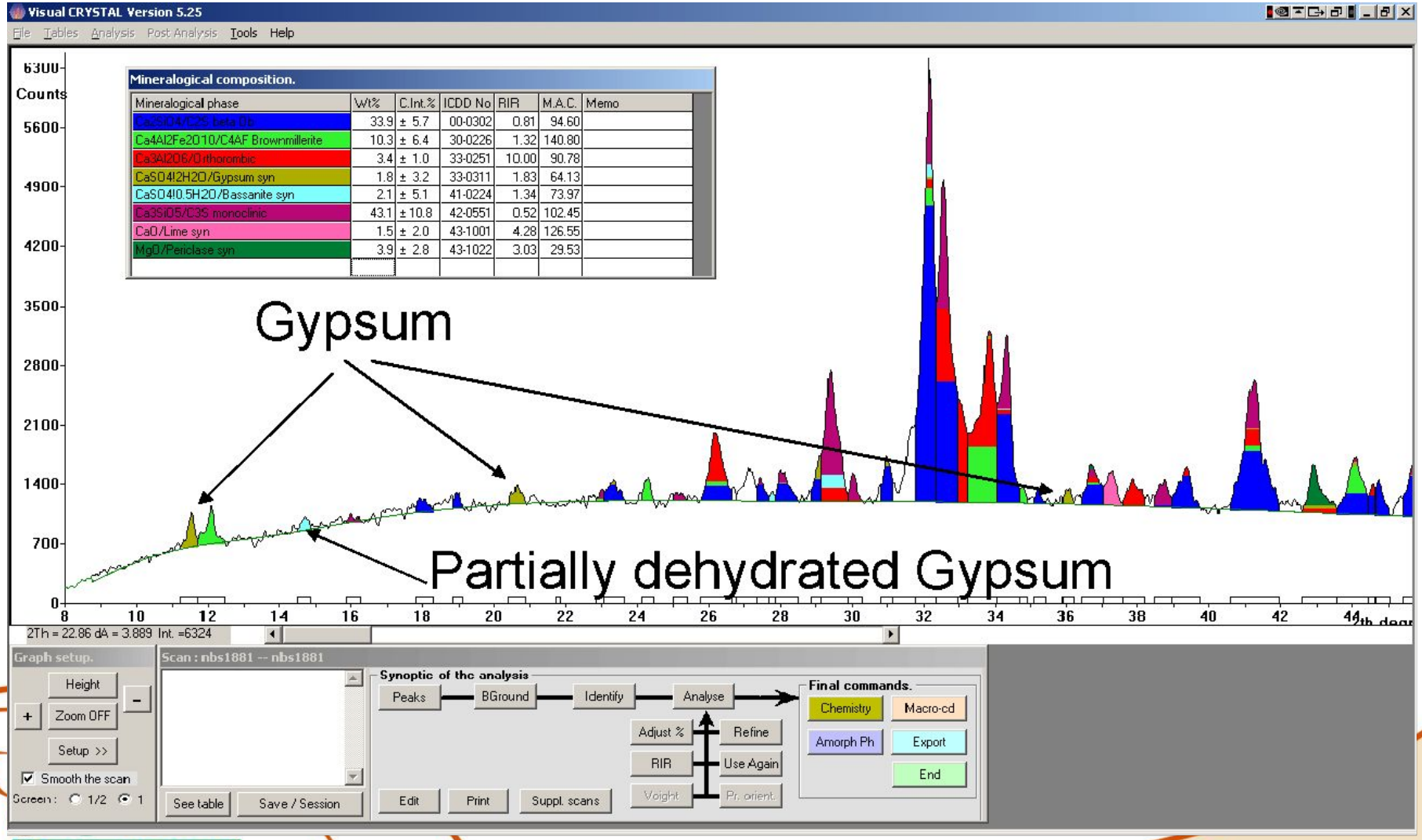
Icon Panel | Quantitative Analysis | Investigate Diffractograms

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Visual Crystal:
Автоматическая идентификация - клинкер



ARL 9900 X-Ray WorkStation
Анализ гипса в цементе



больше чем измерение

Пример эффективного использования комбинированного спектрометра ARL 9900WS

Задача:

Разработка высокоточного инструментального метода определения FeO (а, точнее Fe2+) в железных рудах и продуктах передела (агломератах, железорудном концентрате и т.п.).

Решение этой задачи позволит обеспечить проведение полного экспресс-анализа указанных материалов без привлечения титриметрических методов.

В качестве наиболее перспективного инструментального метода анализа в настоящее время рассматривают метод порошковой рентгеновской дифракции (обычно в варианте калибровки по абсолютной или интегральной интенсивности рефлексов Fe2+-содержащих фаз).

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Пример эффективного использования комбинированного спектрометра ARL 9900WS

Это метод решения поставленной задачи имеет следующие недостатки:

1) Невозможность учета матричных эффектов (точнее, изменения массового коэффициента смеси)

2) Невозможность учета текстуры

3) В варианте калибровки по абсолютной интенсивности – сильная зависимость от среднего размера кристаллитов.

4) Невозможность учета изменения состава (и средней степени окисления Fe) в некоторых оксидах (вюстит, магнетит/маггемит) и сульфидах (пирротит).

5) Присутствие в образцах аморфной фазы.

Таким образом, на обычном дифрактометре эту задачу не решить!

Пример эффективного использования комбинированного спектрометра ARL 9900WS

Для устранения указанных недостатков был разработан уникальный метод «калибровки по *k*μ», основанный на одновременном использовании данных рентгенофлуоресцентного анализа (определение *смеси* $\mu_{смеси}$) и полнопрофильном анализе дифрактограмм проб (уточнение текстуры, содержания Fe/O в фазах переменного состава и т.п.).

Его реализация на приборе **ARL 9900 WS** позволяет, дополнительно, рассчитывать абсолютное содержание кристаллических фаз и определять содержание/состав аморфной фазы за счет применения метода внешнего стандарта с одновременным ускорением анализа за счет регистрации и рентгеноспектральных, и рентгенодифракционных данных на одном образце.

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Пример эффективного использования комбинированного спектрометра ARL 9900WS

Для проверки этого метода определения FeO были взяты 21 проба агломерата с данными химического анализа.

Основной Fe^{2+}-содержащей фазой в представленных образцах является магнетит Fe_3O_4, однако расчеты привели к выводу, что в аморфной составляющей и сложном алюмоферросиликате кальция $Ca_5Si_2(Fe_{1-x}Al_x)_{18}O_{36}$ также присутствует Fe^{2+}.

В связи с этим для расчета содержания FeO применяли коррекцию на содержание в образце аморфной фазы и ферроалюмосиликатов.

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Пример эффективного использования комбинированного спектрометра ARL 9900WS

№	Массовая доля *w*,%																	
	S		FeO		CaO		SiO_2		MgO		MnO		Al_2O_3		$Fe_{общ}$		P	
	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.
146	0.015	0.015	11.25	11.11	12.1	12.2	6.3	6.6	0.85	0.88	0.41	0.40	1.37	1.40	54.0	54.3		0.041
148	0.015	0.015	10.47	10.55	11.8	11.9	6.5	6.5	0.89	0.89	0.41	0.41	1.46	1.39	54.6	54.7	0.041	0.042
150	0.014	0.013	9.61	9.75	11.7	11.8	7.1	7.2	0.91	0.92	0.37	0.37	1.43	1.45	54.2	54.2		0.039
152	0.014	0.014	10.20	10.25	11.7	11.6	7.1	7.1	0.95	0.92	0.37	0.36	1.53	1.43	54.6	54.5	0.039	0.038
154	0.016	0.016	7.79	8.10	11.6	11.3	7.4	7.5	1.09	1.07	0.38	0.37	1.48	1.50	54.4	53.8		0.035
156	0.016	0.017	8.87	9.25	11.2	11.1	7.3	7.3	1.01	1.01	0.39	0.38	1.51	1.50	54.8	54.7	0.038	0.037
160	0.017	0.016	11.11	10.98	11.4	11.4	7.8	7.7	0.77	0.77	0.41	0.42	1.53	1.53	54.7	54.8	0.035	0.035
162	0.016	0.014	9.00	9.33	11.8	11.7	7.3	7.2	0.94	0.89	0.35	0.35	1.47	1.39	54.5	53.6		0.034
164	0.015	0.014	9.66	10.07	12.1	12.2	6.7	6.9	1.03	1.07	0.36	0.36	1.40	1.40	53.8	53.9	0.036	0.038
166	0.023	0.022	9.62	9.56	10.8	10.5	7.6	7.7	0.83	0.86	0.38	0.38	1.45	1.44	55.1	54.4		0.030
170	0.017	0.018	9.62	9.68	11.4	11.5	7.8	7.7	0.62	0.61	0.38	0.38	1.27	1.27	54.6	54.8		0.026

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

Пример эффективного использования комбинированного спектрометра ARL 9900WS

№	Массовая доля w,%																	
	S		FeO		CaO		SiO_2		MgO		MnO		Al_2O_3		$Fe_{общ}$		P	
	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.	Пасп.	Эксп.
172	0.020	0.021	8.91	9.14	12.3	12.4	7.8	7.7	0.62	0.62	0.35	0.35	1.14	1.12	53.3	54.0		0.026
174	0.016	0.017	8.05	7.70	11.0	11.0	8.6	8.5	0.59	0.60	0.33	0.35	1.08	1.20	55.3	55.2		0.023
178	0.013	0.014	7.53	7.13	10.2	10.3	8.6	8.5	0.61	0.59	0.32	0.35	1.16	1.14	56.1	56.1		0.022
180	0.017	0.018	7.71	7.55	10.5	10.6	8.2	8.3	0.60	0.63	0.33	0.35	1.07	1.13	55.7	55.9	0.023	0.024
182	0.023	0.023	6.06	6.34	12.1	12.1	8.0	8.1	1.08	1.05	0.32	0.32	<1	1.10	53.5	53.9		0.021
184	0.026	0.025	10.11	9.90	12.7	12.7	7.7	7.4	0.72	0.68	0.38	0.37	1.24	1.25	53.1	52.9	0.029	0.027
186	0.022	0.021	10.55	10.08	12.6	12.6	7.4	7.0	0.69	0.66	0.39	0.39	1.08	1.04	53.3	53.2	0.021	0.022
318	0.016	0.017	8.80	8.58	12.7	12.6	7.8	7.8	0.63	0.64	0.35	0.34	<1	0.91	53.0	53.3		0.024
328	0.014	0.016	9.86	9.64	12.2	12.4	7.0	7.2	0.68	0.66	0.40	0.40	<1	0.83	53.9	53.9		0.025
338	0.025	0.027	7.88	7.96	14.0	14.4	7.5	7.2	0.66	0.65	0.40	0.40	<1	0.89	51.3	51.4	0.027	0.028

На ARL 9900WS можно учитывать все Fe+2 содержащие фазы, в том числе аморфную фазу!

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

ARL PERFORM’X

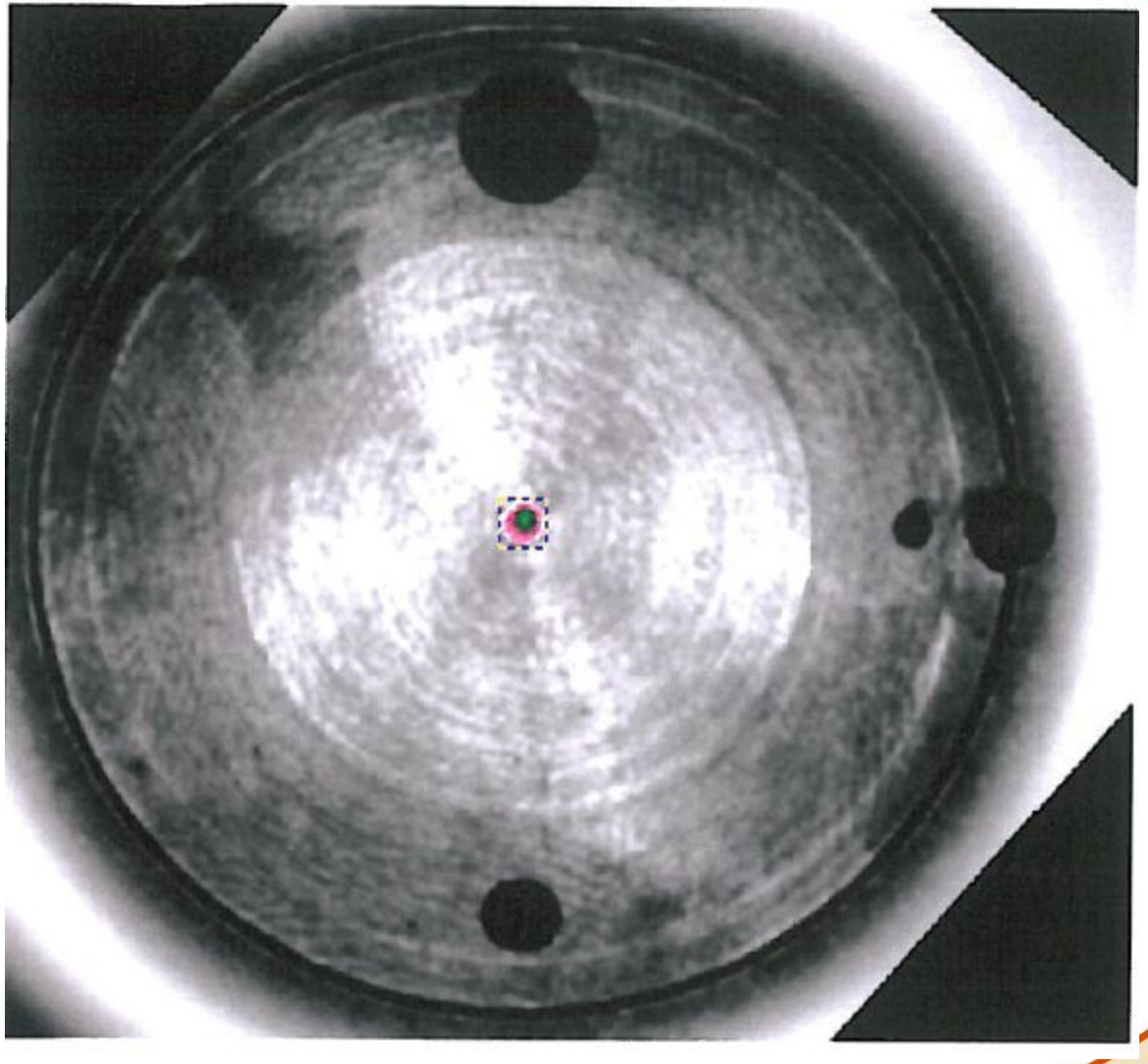
Новейший (2011 год) рентгенофлуоресцентный спектрометр

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

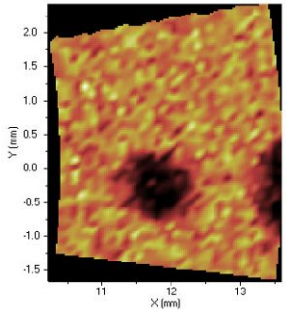
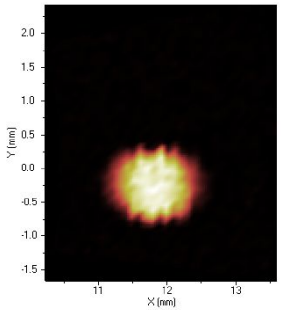
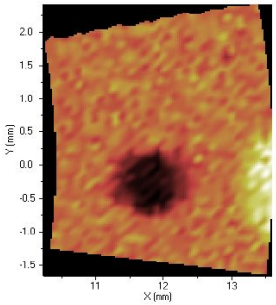
[redacted]

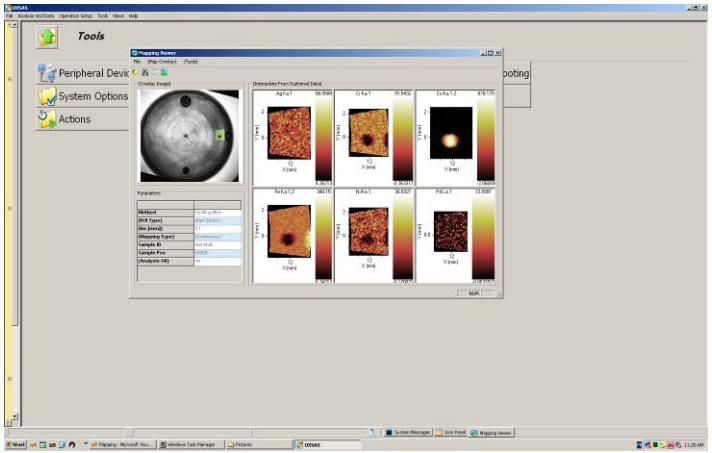
Пример анализа включений

- Маленькое зеленое пятнышко на образце стали

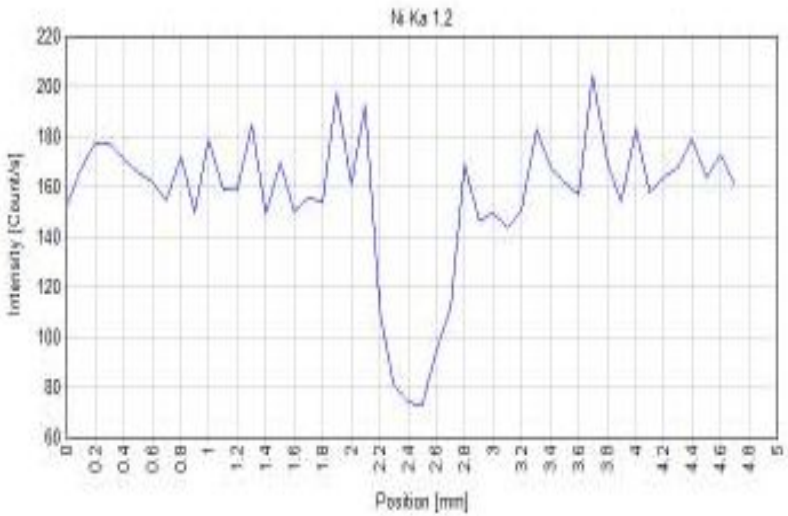


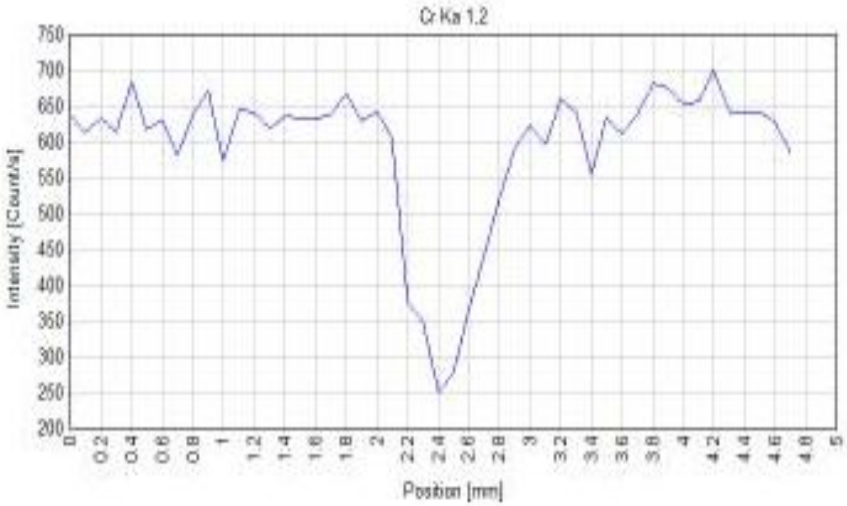
Пример анализа включений

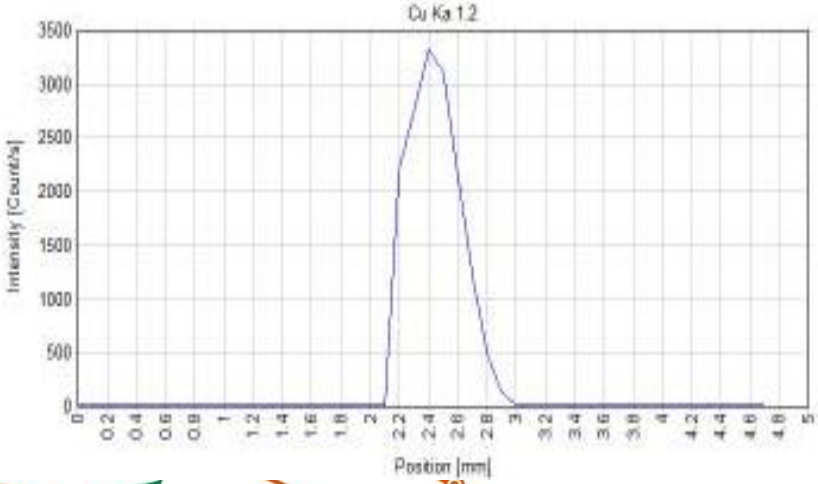
			High levels Low levels
Cr levels	**Cu levels**	**Fe levels**	

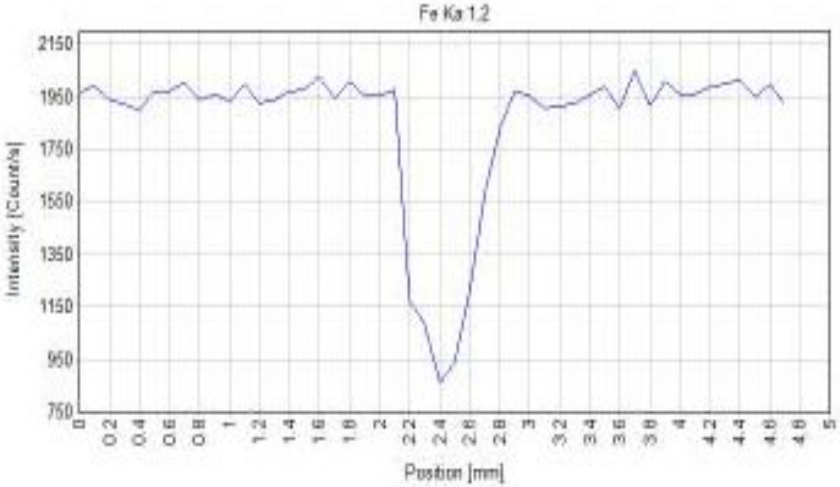


Графики распределения интенсивностей





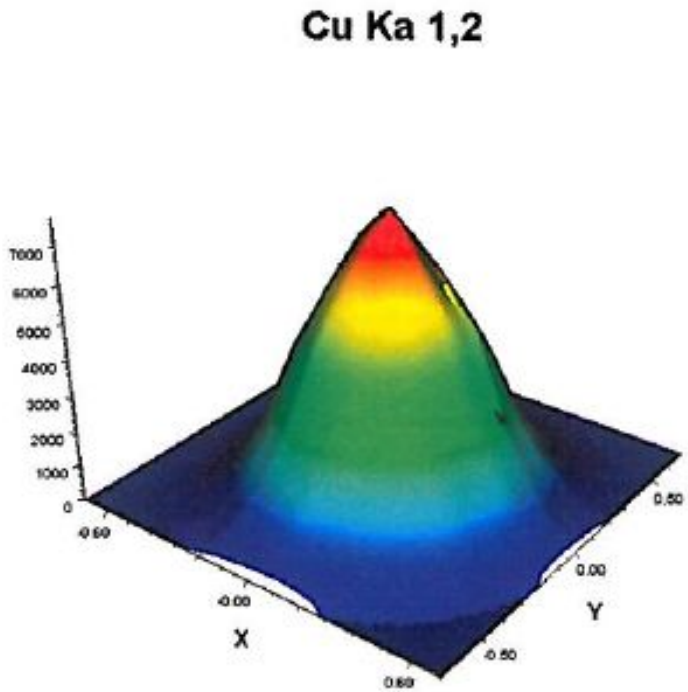


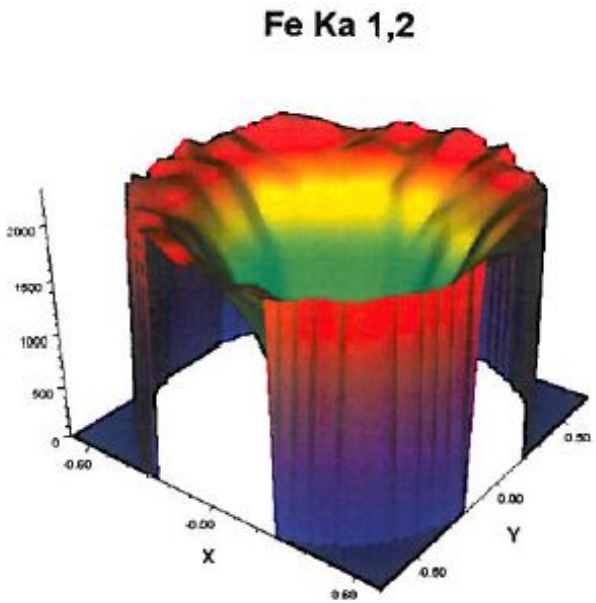


ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

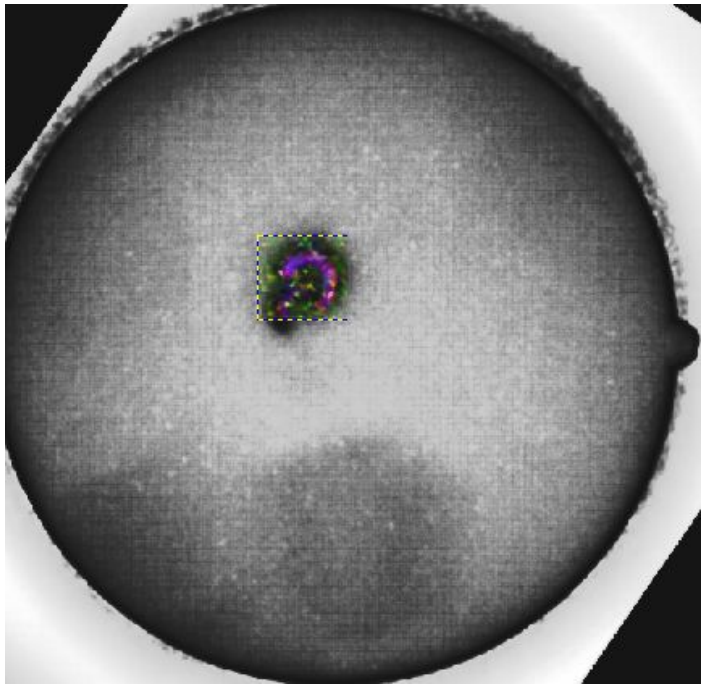
3D картирование:

- 3D визуализация в OXSAS

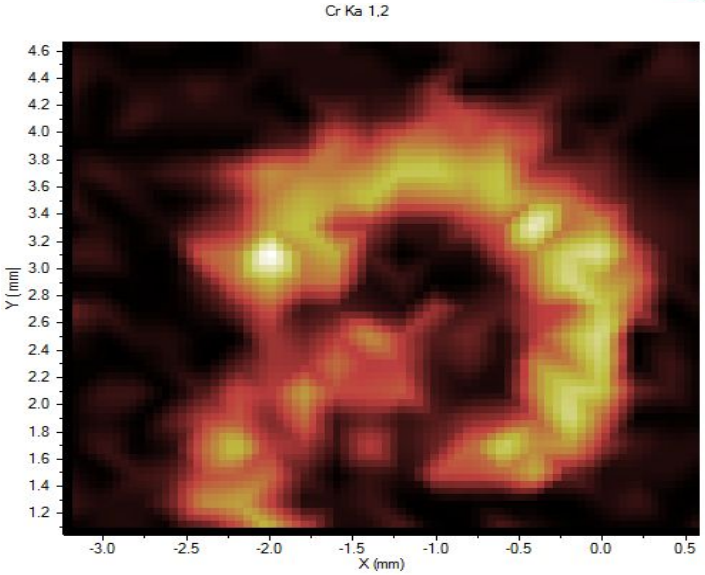




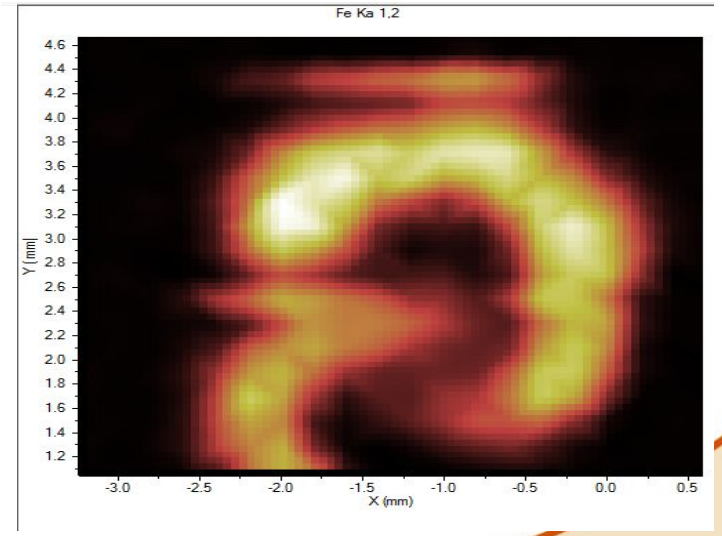
Распределение в выбранной области изучаемого образца



- Cr

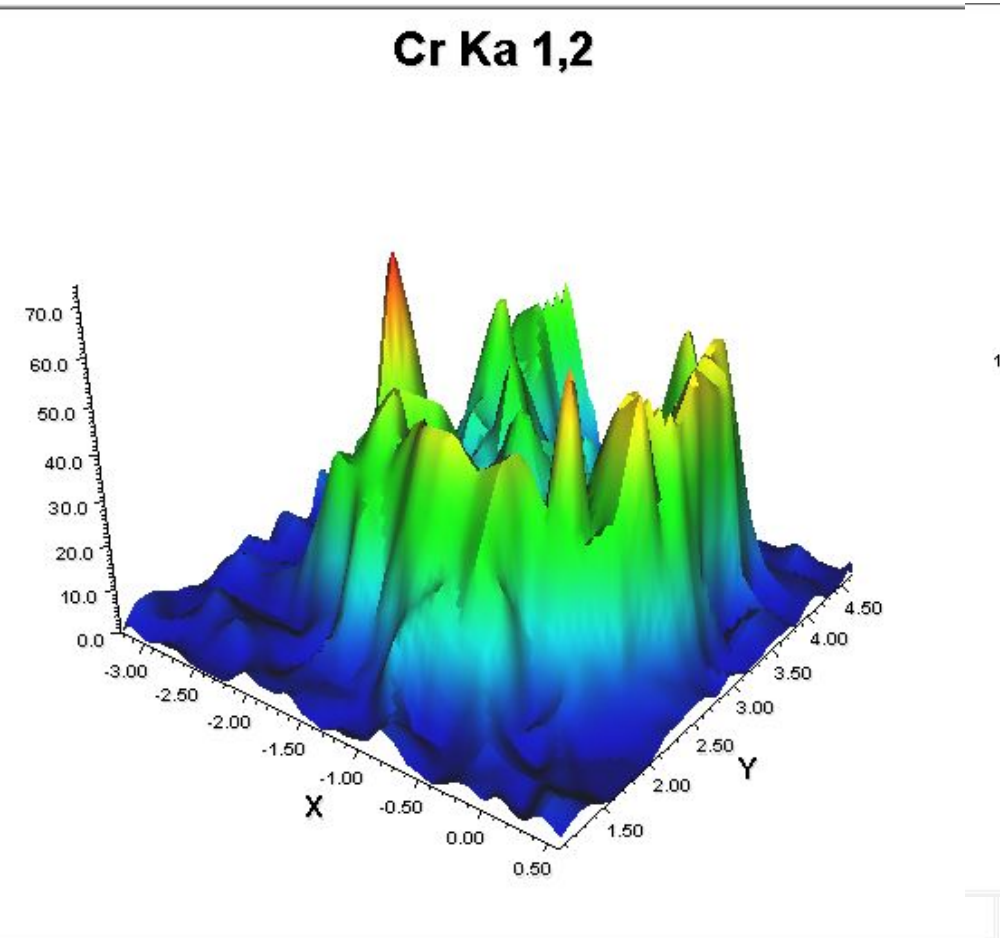


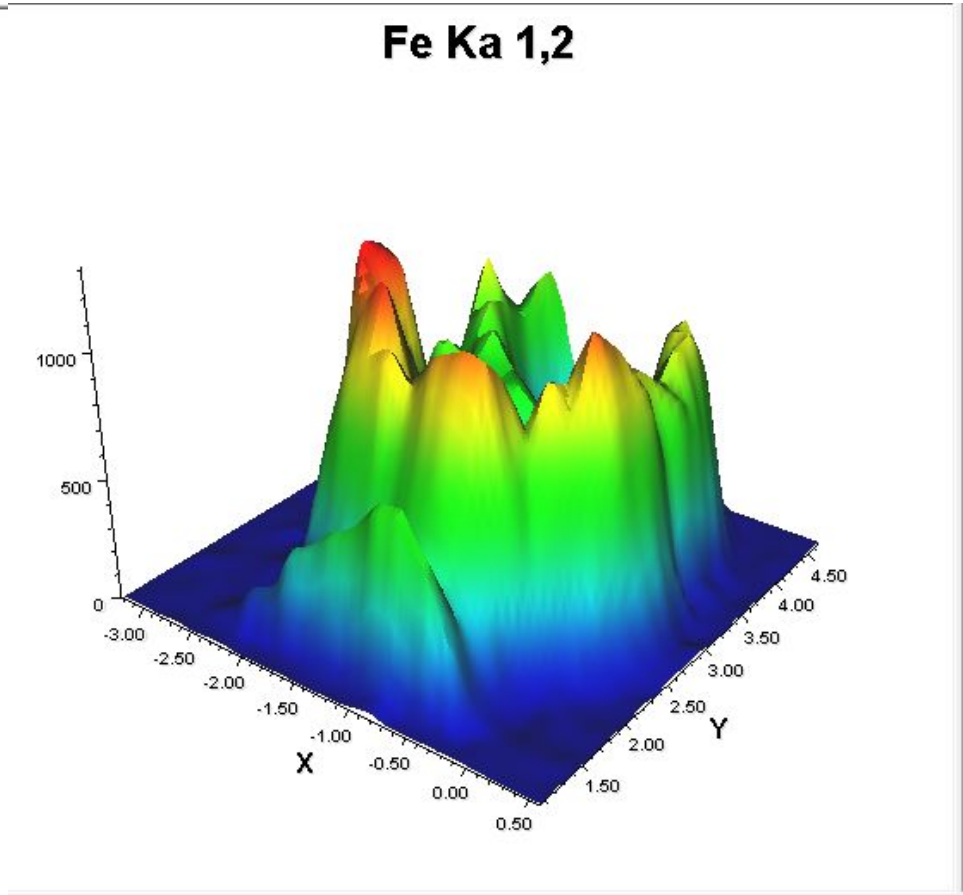
- Fe



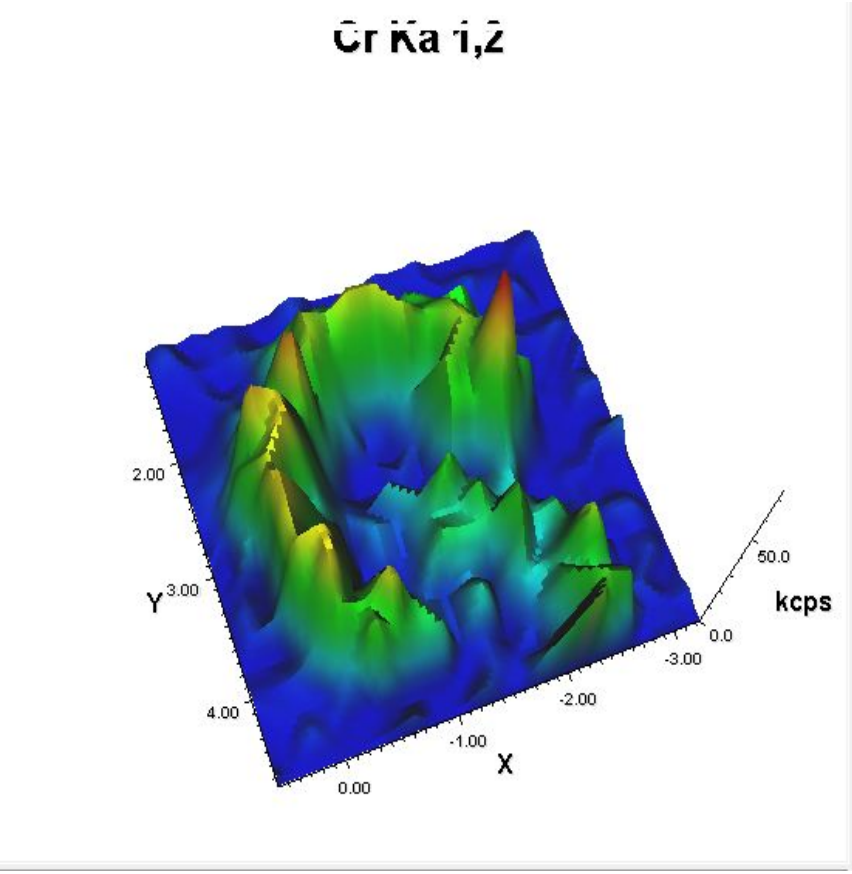
ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение

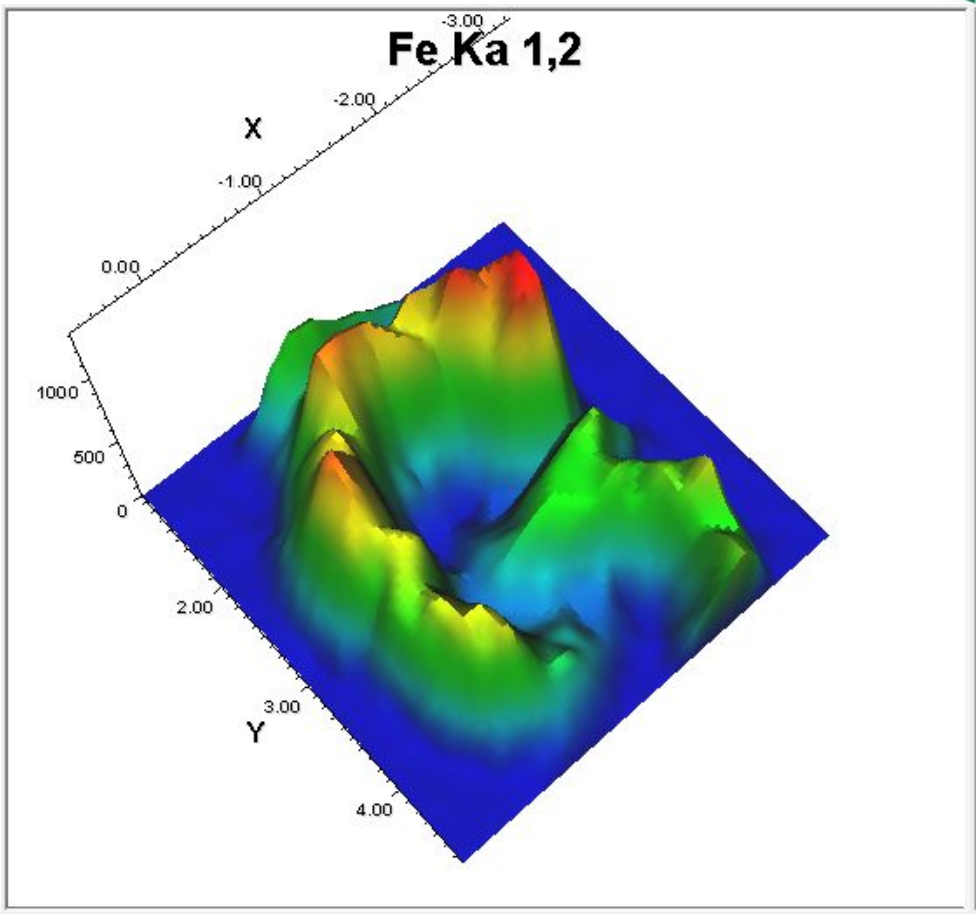
3D-графическое представление распределения





Вращение 3-х мерного изображения





СПАСИБО
ЗА ВНИМАНИЕ!

ТЕРМО ТЕХНО
больше чем измерение