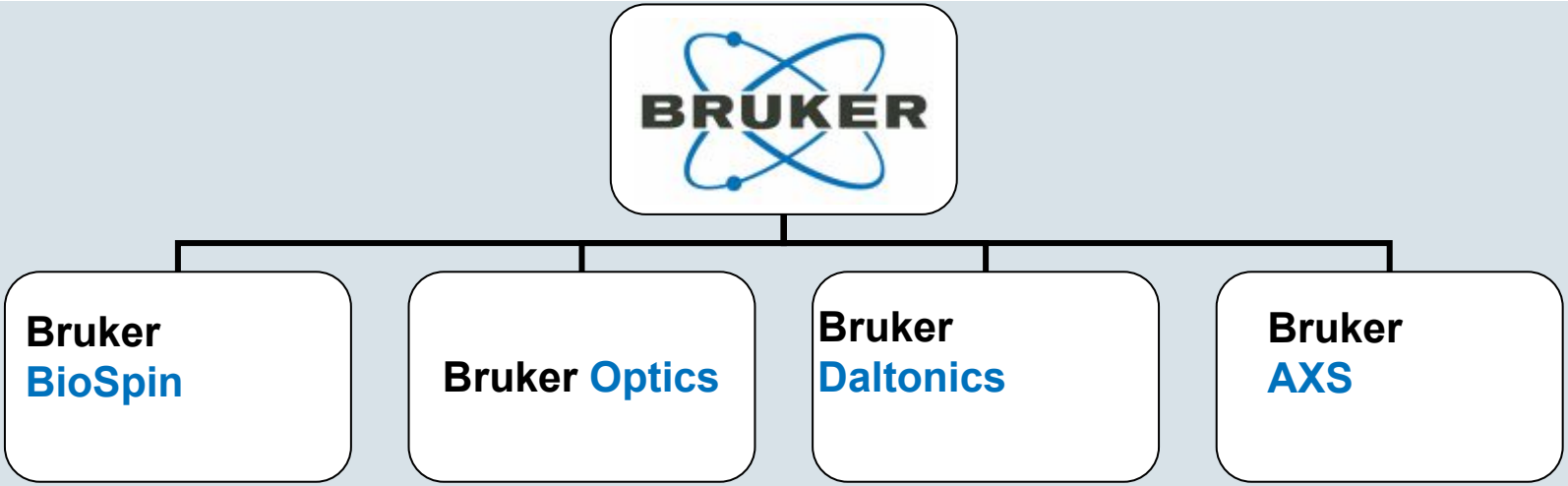
Современный рентгеновский анализ в стекольном производстве

Москва, 2011

Компания Bruker



Bruker Advanced X-ray Solutions (AXS)

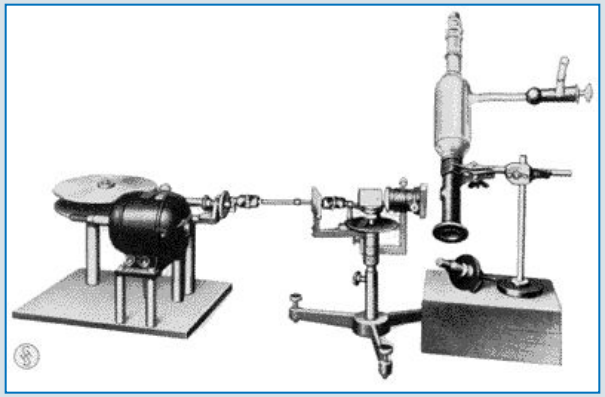
Рентгеновское аналитическое оборудование

Siemens Industriepark Карлсруэ (Германия)

Bruker AXS
Рентгеновское аналитическое оборудование

История компании

До 1998 года **Bruker AXS** - рентгеновское подразделение концентра **SIEMENS**, имеющего многолетний опыт и традиции создания рентгеновского оборудования от первых рентгеновских трубок и спектрометров



Спектрометр из лаборатории Siemens&Halske (1925)

Siemens SRS 3000 (1992)

S4 PIONEER (2001)

Bruker AXS

Наши офисы и представительства

Spectrometry Solutions

Волнодисперсионные рентгенофлуоресцентные спектрометры

S8 TIGER(((

S8 LION

Spectrometry Solutions

Энергодисперсионные рентгенофлуоресцентные спектрометры

S1 TRACER

QUANTAX

ARTAX

S2 PICOFOX

S2 RANGER

M1 MISTRAL

M1 ORA

M4 TORNADO

Diffraction Solutions

Рентгеноструктурный анализ

D8 ADVANCE

D8 DISCOVER

D8 FABLINE

NANOSTAR

D2 CRYSO

D2 PHASER

D4 ENDEAVOR

Стекольная и огнеупорная промышленность

AGC

PPG Glass Technology Since 1883

SCHOTT glass made of ideas

PILKINGTON NSG Group Flat Glass Business

SIBELCO BENELUX

GUARDIAN

RHI

Beck u. Kaltheuner

Quarzwerke Gruppe

LWB Refractories

alfran Refractarios ALFRAN, S.A. Home - Webmap - Contact us

SAINT-GOBAIN

Стекольная и керамическая промышленность в СНГ

- AGC Клин – Япония
- Русджам Уфа – Турция
- Sibelco - Раменский ГОК (2 спектрометра) -Бельгия
- Sibelco - Неболчинский ГОК – Бельгия
- Лассельсбергер Уфа – Австрия
- Алабуга Стекловолокно – Glasseiden Werk Германия
- Гостомельский Стеклотарный Завод – VetroPack Швейцария
- Гомель Стекло
- Сергиево-Посадский Стеклотарный Завод
- Вишневогорский ГОК

Стекольная и керамическая промышленность в СНГ

- **Керамин**
- **Технониколь**
- **ОАО «ЛМЗ» - производство фритт**
- **ООО Кералит – огнеупорные бетоны**
- **Азбентонит (строительные силикатные смеси, бентонит)**
- **Ураласбест ТИМ (базальтовый утеплитель)**
- **ООО «Агидель»**

Методы элементного анализа

- Методы классической химии
- Физические методы «мокрой» химии:
  - Метод ААС
  - Методы ICP-MS и ICP-OES

→

- только растворы
- сложная пробоподготовка
- расходные материалы
- длительность анализа
- высокая точность

- MS с лазерной абляцей
- Оптико-эмиссионный метод

→

- только твердые материалы
- сложная пробоподготовка
- экспрессность
- высокая точность

- Рентгенофлуоресцентный метод

→

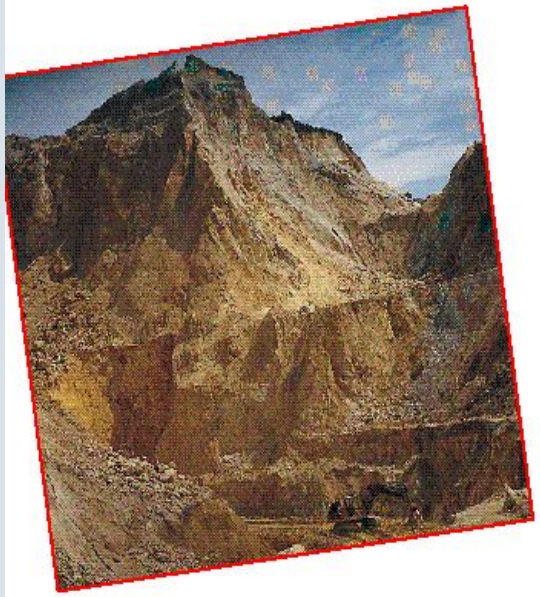
- любые материалы
- относительно простая пробоподготовка
- экспрессность
- высокая точность
- низкая себестоимость

Рентгенофлуоресцентный анализ

Преимущества метода - универсальность

- **все материалы**: жидкости, металлы, порошки, газы (на фильтрах)
- **все элементы:** от Be(4) до U(92)
- **широкий диапазон концентрации:** от миллионных долей (ppm) до 100 %
- **высокая точность** до 0.1 % отн.
- **экспрессность:** время анализа до 1 мин.
- **минимальная пробоподготовка**
- **минимальная трудоемкость**
- **анализ без использования стандартных образцов**

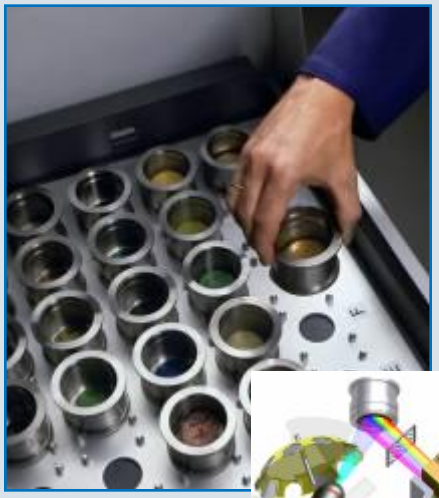
От получения пробы до оценки результатов анализа – считанные минуты



пробы

ссование

5-10 мин)

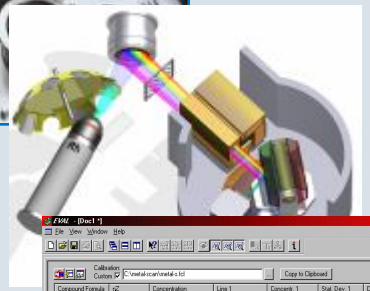


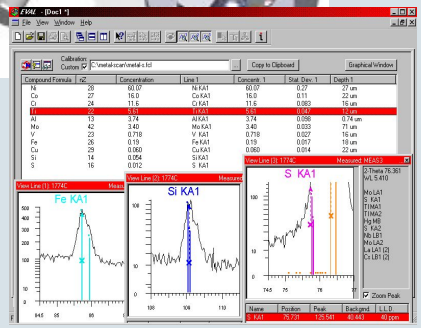
загрузка

(1-2 мин)

анализ

(10 с на элемент)





Оценка результатов

(2-3 с)

Рентгенофлуоресцентный анализ

Различия ВД и ЭД метода

ВД спектрометр:

- анализ элементов от Be до U
- выбор условий измерения для каждого элемента
- выше энергетическое разрешение
- выше скорость анализа
- ниже пределы обнаружения
- мощные рентгеновские трубки

ЭД спектрометр:

- низкое разрешение
- анализ от Na до U
- простота эксплуатации

Рентгенофлуоресцентный анализ

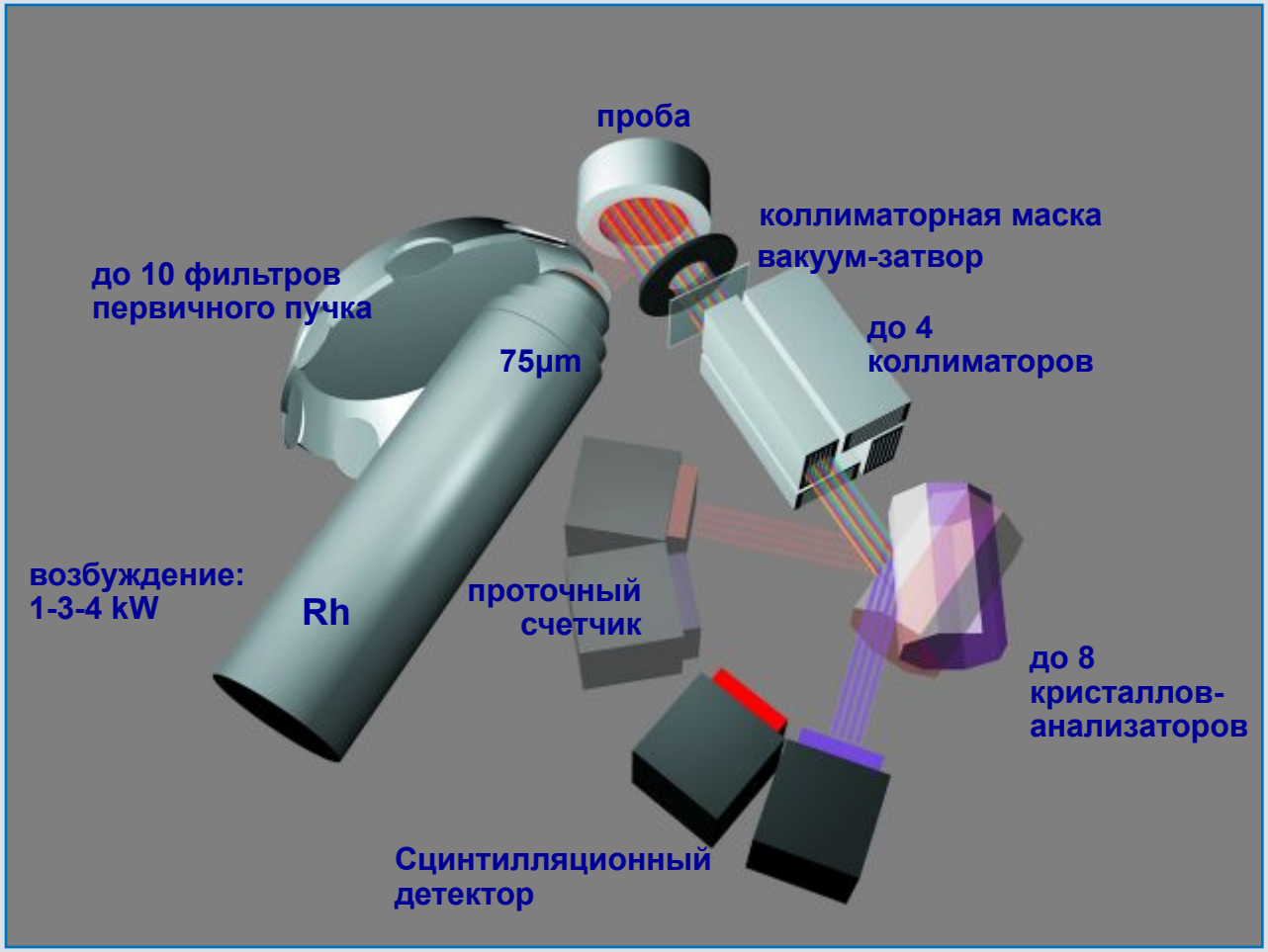
КРФ-18

СРМ-25

СРМ-35

СПЕКТРОСКАН МАКС-GV

S8 TIGER – 1-3-4 кВт:
высокая аналитическая гибкость, чувствительность и разрешение

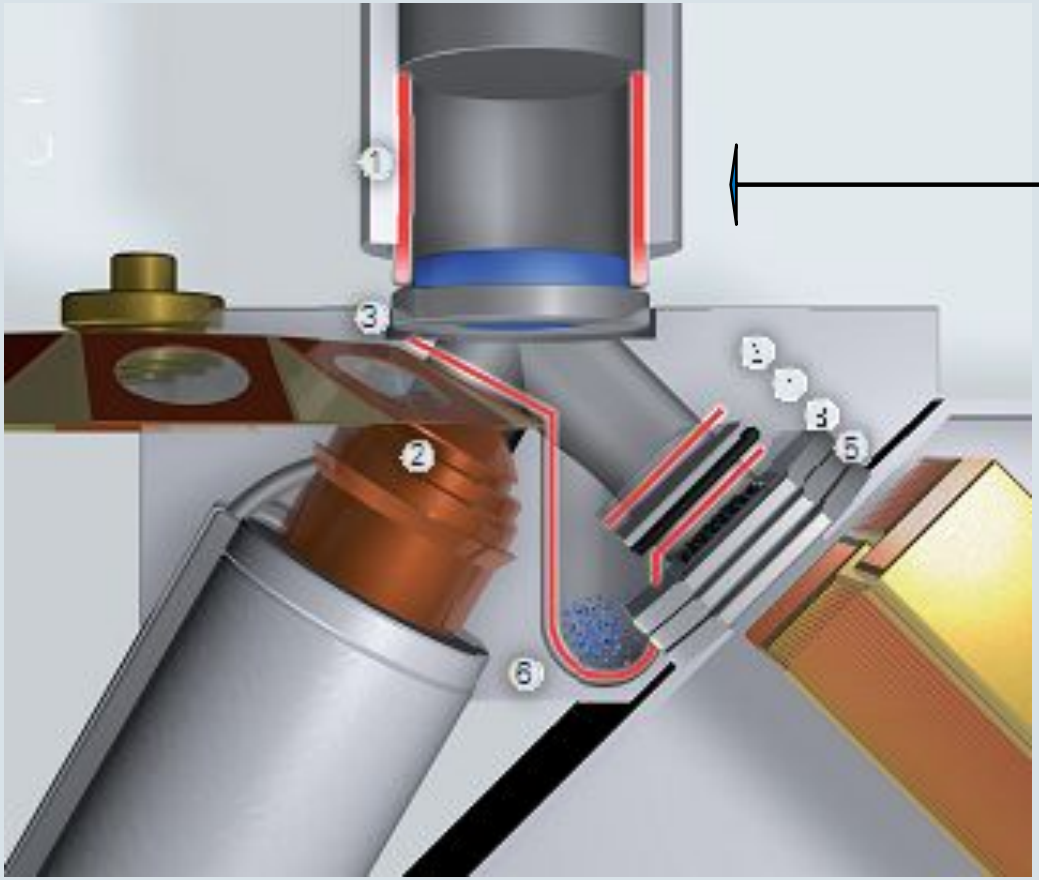


S8 TIGER

Новый РФА Спектрометр

- Рентгеновская трубка с торцевым окном 1, 3 и 4кВт
- Наилучшая чувствительность по легким элементам благодаря 170 мА
- Улучшенная система защиты спектрометрической камеры и трубки от загрязнений
- Высокая скорость движущихся механизмов
- Встроенный сенсорный экран управления.
- Малые размеры (менее 1 $м^2$)

Защита спектрометра от просыпания образца



S8 TIGER(((TouchControl™
Полноценный технологический анализ

- Простое управление
- Быстрый и легкий запуск измерений
- Представление текущих и предыдущих результатов
- Состояние спектрометра S8 TIGER
- Справочная система
- Различные уровни доступа
- Русификация

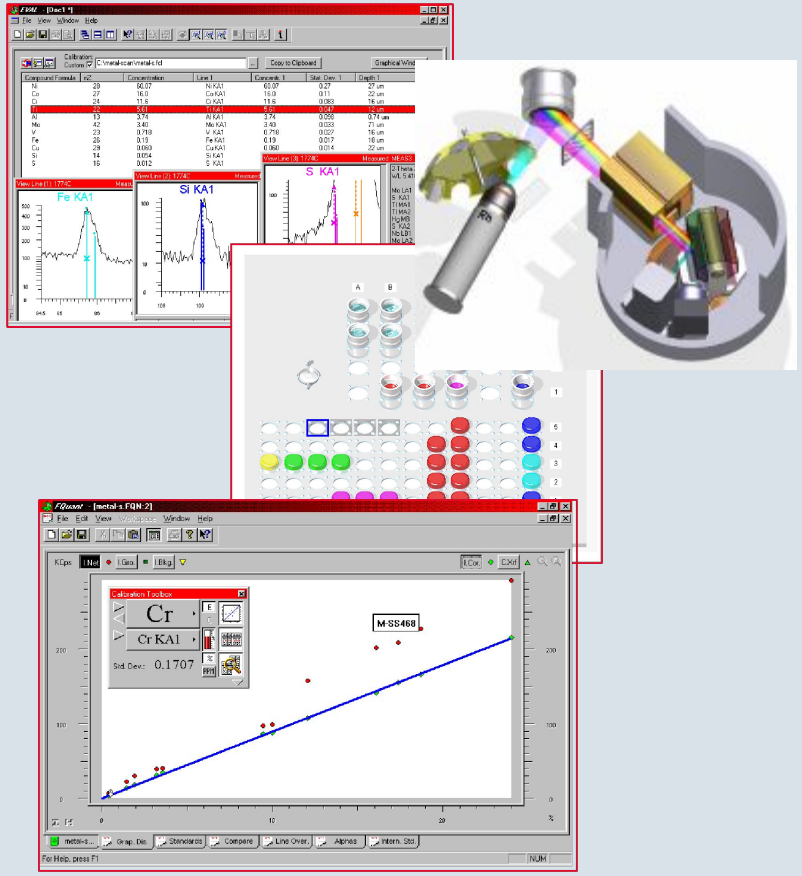
S8 TIGER

Улучшение аналитических характеристик

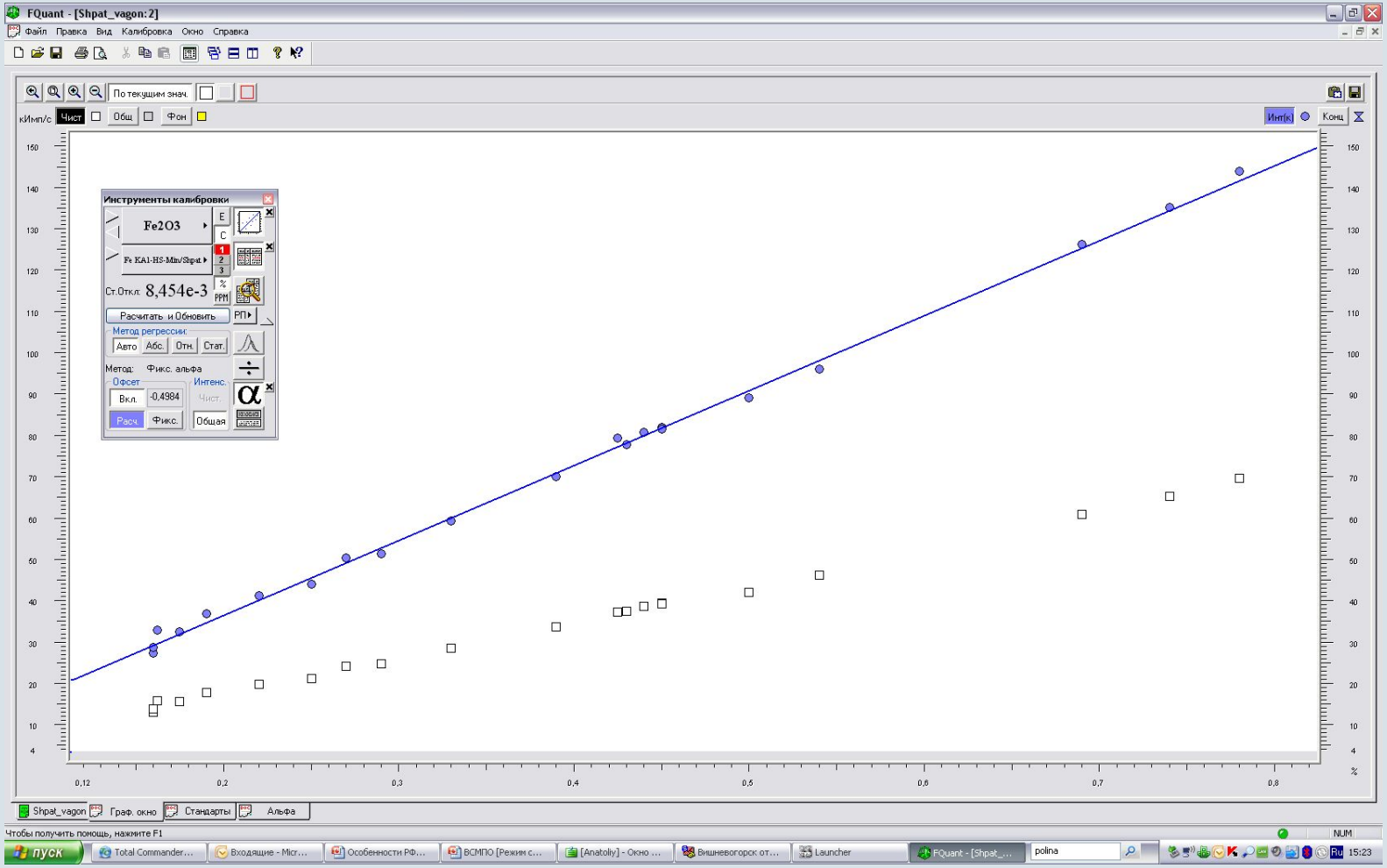
- **Трубка 4 кВт, ток до 170 мА**
- **Автоматический сменщик масок (3 поз.)**
- **Выбор из 14 разнообразных кристаллов-анализаторов (в барабане 8 позиций):**
  - Обяз. XS-55, PET и LiF(200)
  - Дополнительные:
    XS-B, XS-C, XS-N
    InSb, TlAP, ADP, Ge,
    LiF (220), LiF (420)
  - Новые:
    XS-CEM and XS-GE-C

Управление приборами, измерение, обработка и передача данных: SPECTRA*plus*

- количественный и полуколичественный анализ
- простое, удобное и безопасное управление приборами
- обработка результатов во время измерения в реальном многозадачном режиме
- современная матричная коррекция и анализ без использования стандартных образцов
- гибкое и удобное для пользователя представление результатов анализа (Word, Excel, PowerPoint,…)
- интегрированная база данных для любых параметров интересуемой пробы
- быстрая и надежная передача всех данных по локальной сети



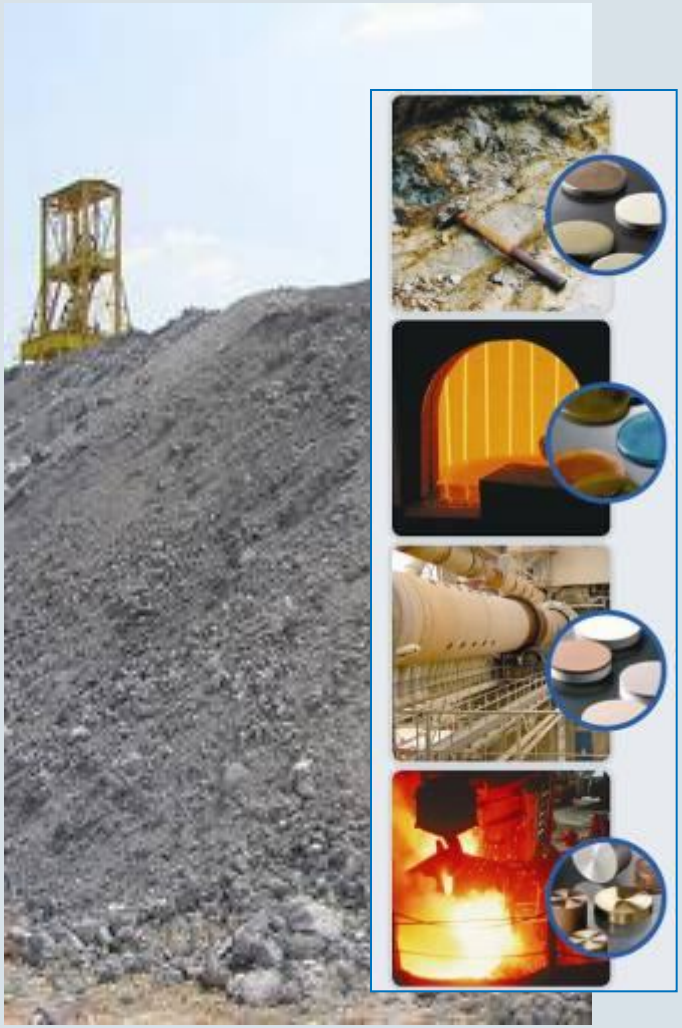
Готовность прибора к работе



Как же добиться такого результата?

- Провести исследование материала
- Подобрать режимы пробоподготовки
- Максимально корректно применить все физико-математические возможные программного обеспечения
  - дружелюбность программного обеспечения
  - правильно организованной последователь-ность действий

Отбор и Пробоподготовка



- Из огромного количества материала обобрать 50 гр. представительной пробы
- Подготовить эту пробу для анализа

Метод пробоподготовки???

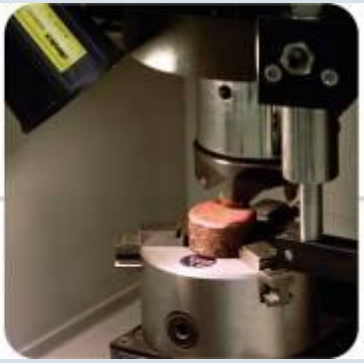
Пробоподготовка:
анализ жидких проб, маленьких образцов

Налить небольшое количество жидкости в кювету

Поместить пробу в прободержатель с маской

Пробоподготовка
шлифование, фрезерование

Закрепить заготовку



Отшлифовать

Проверить
поверхность

Время на пробоподготовку - 1 минута

Пробоподготовка
сплавление

- Добавление образца к флюсу
- Перемешивание
- Нагревание тигля в печке
- Отливка стеклянного диска

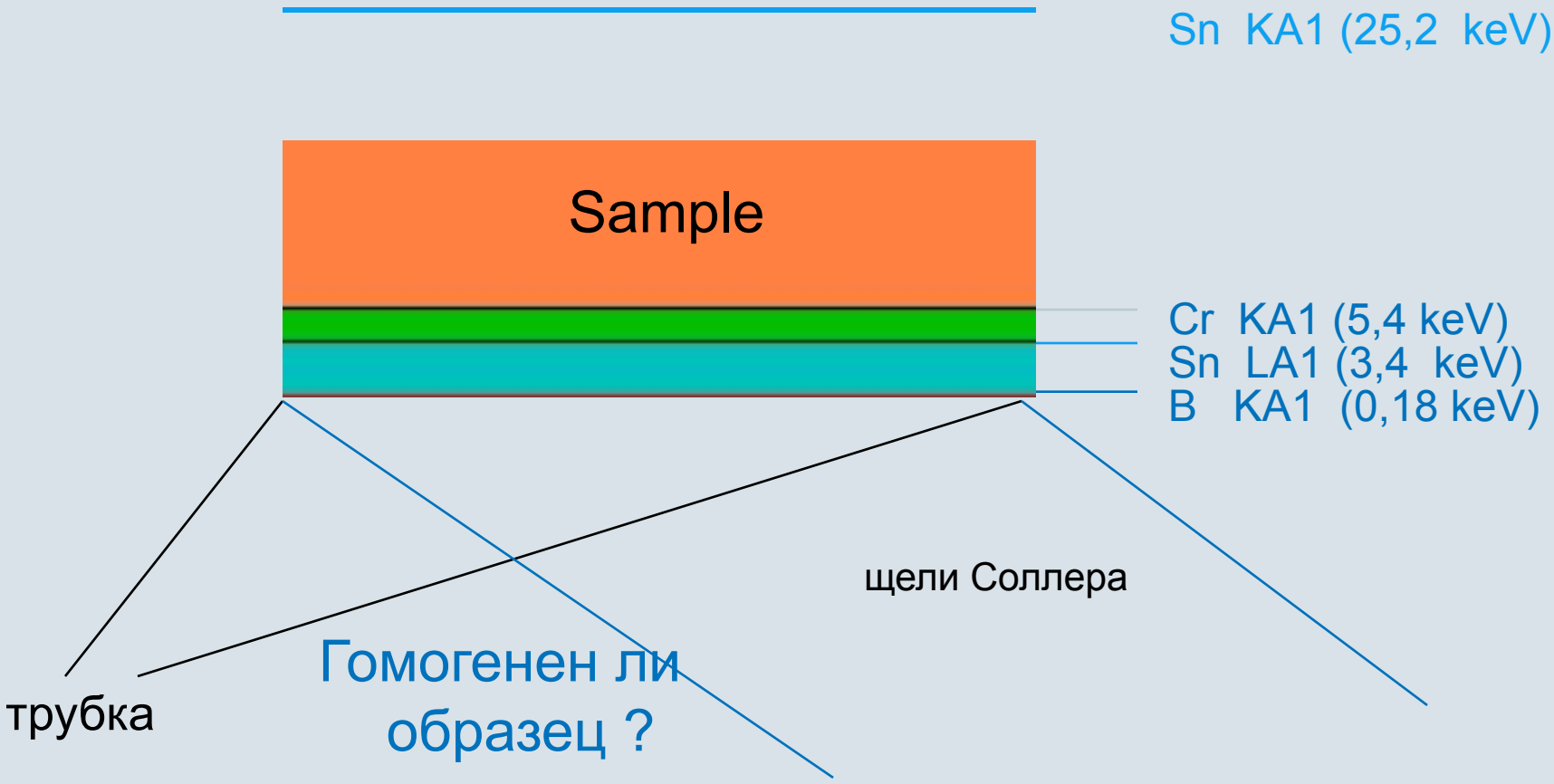
Время на пробоподготовку - 10-20 минут

Пробоподготовка
измельчение и прессование

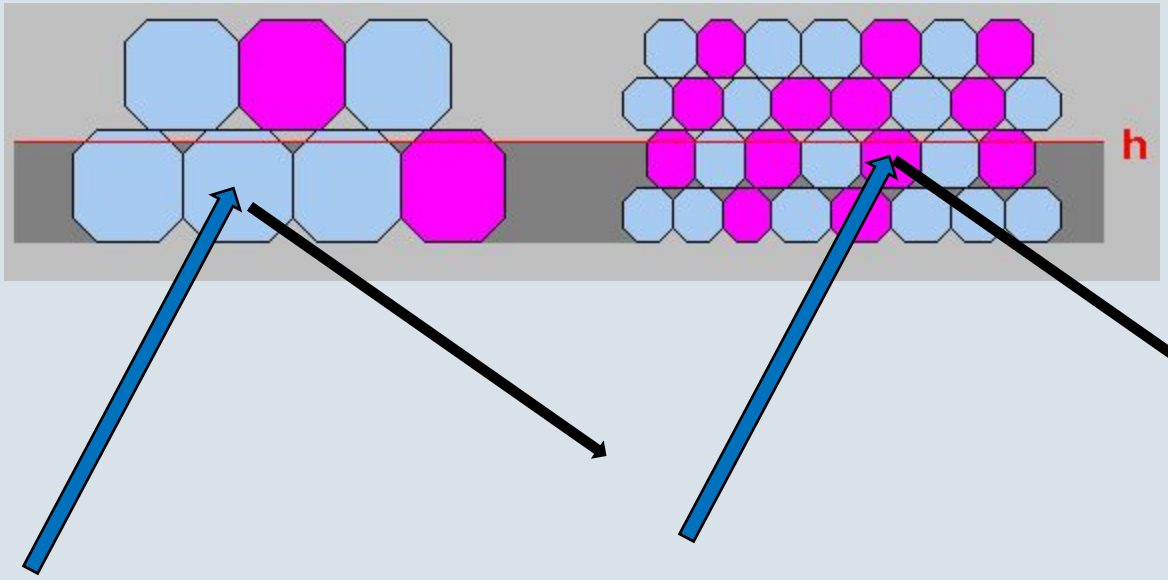
- Измельчение материала на вибро или планетарной мельнице до крупности частиц <70 мкм (при анализе легких элементов менее 30 мкм)
- Прессование на полуавтоматическом, ручном прессе с нагрузкой до 40 тонн

Время на пробоподготовку - 3-10 минуты

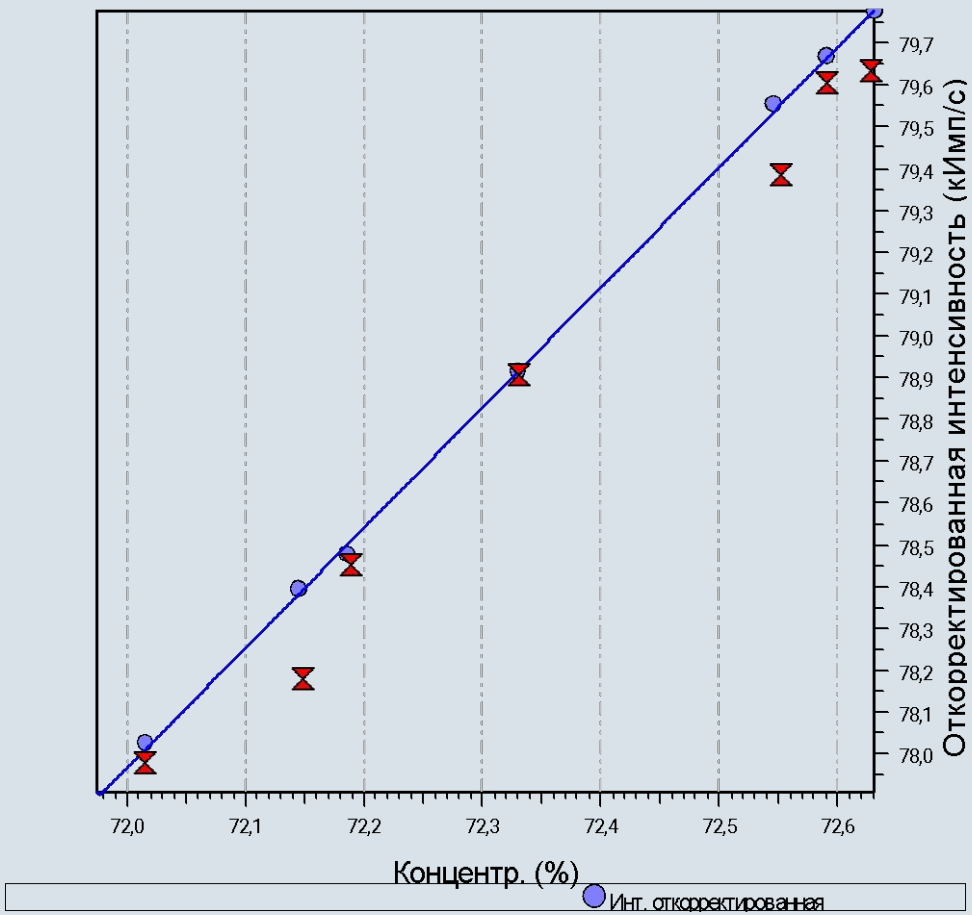
Толщина слоя: глубина насыщения



Эффект размера зерен: неоднородные порошковые пробы



Эффект размера зерен: неоднородные порошковые пробы



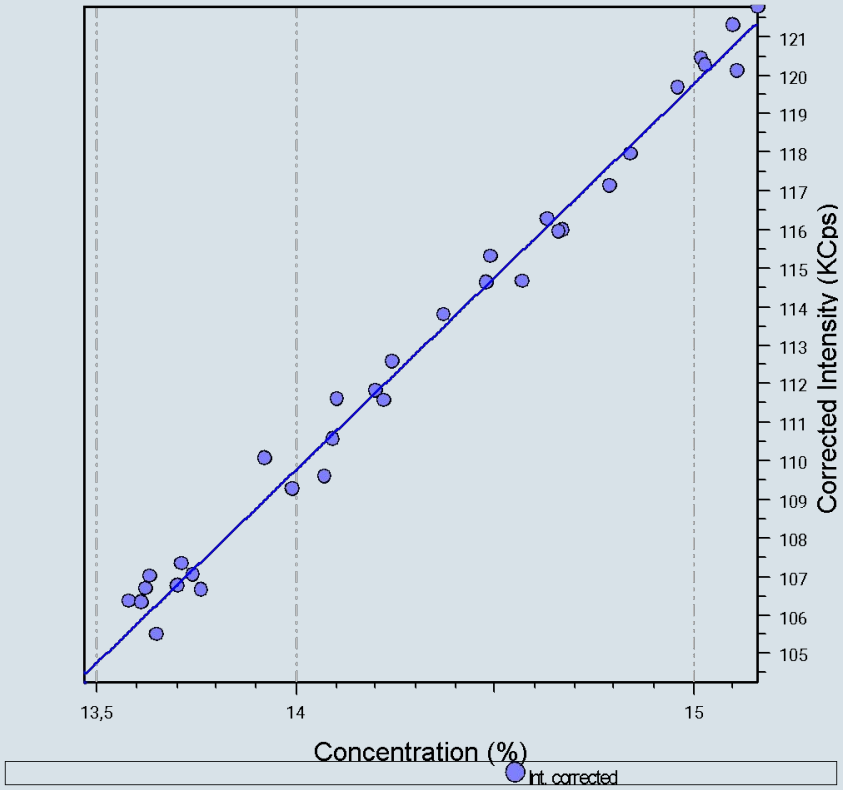
Пример калибровки на **SiO2** в **Стекле**

- до подбора оптимальных режимов пробоподготовки
- после подбора

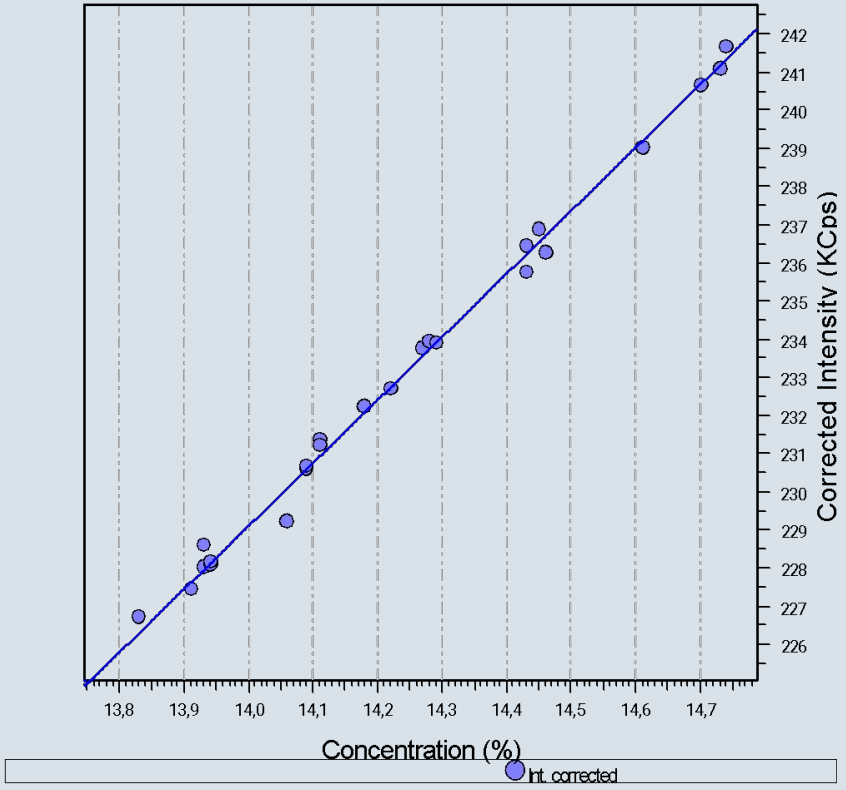
Эффект особенно заметен при анализе легких элементов, характерных для стекольной промышленности !!!

Пробоподготовка

Пример калибровки **Натрий** в **Стекле**



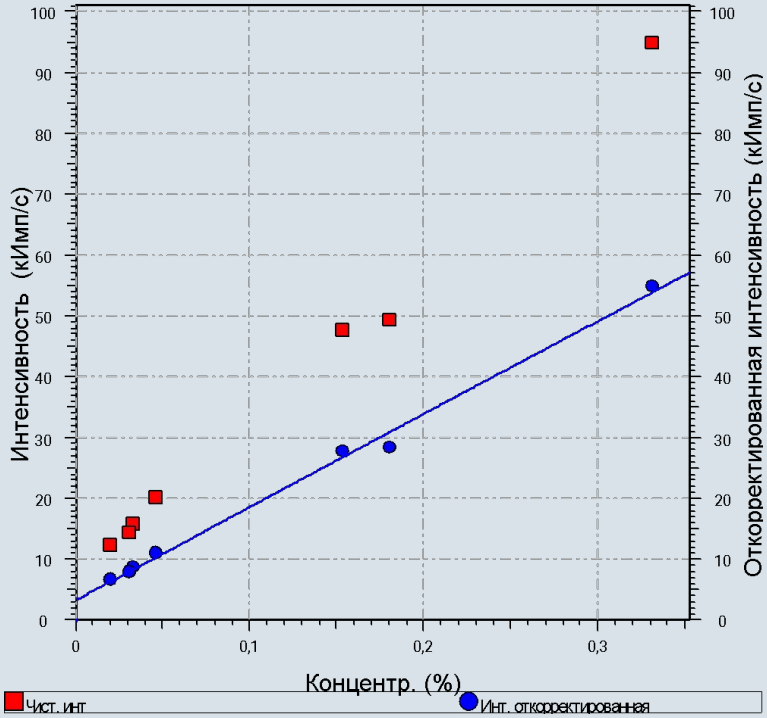
Прессованный



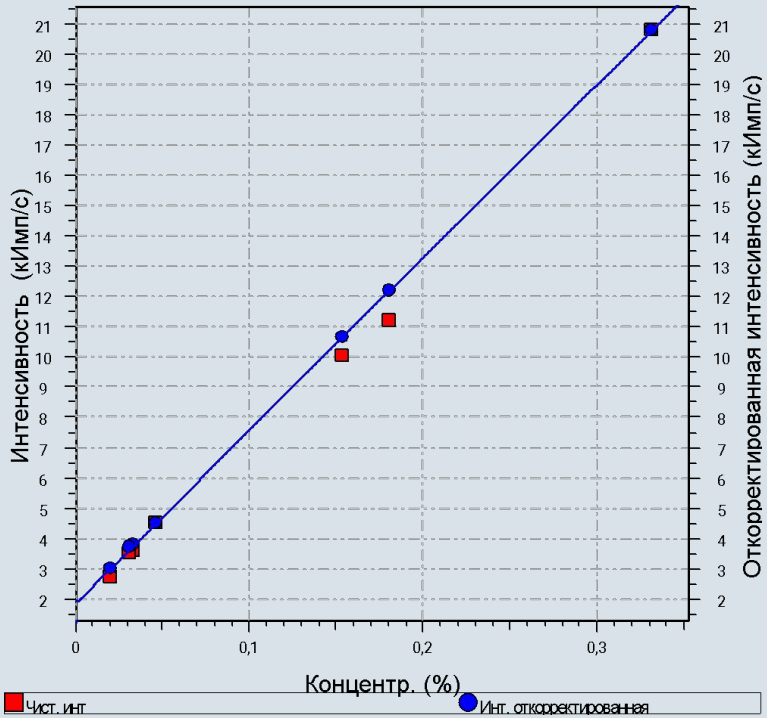
Отлитый

Эффект размера зерен: неоднородные порошковые пробы

Пример калибровки на **Fe2O3** в **Кварцевом песке**

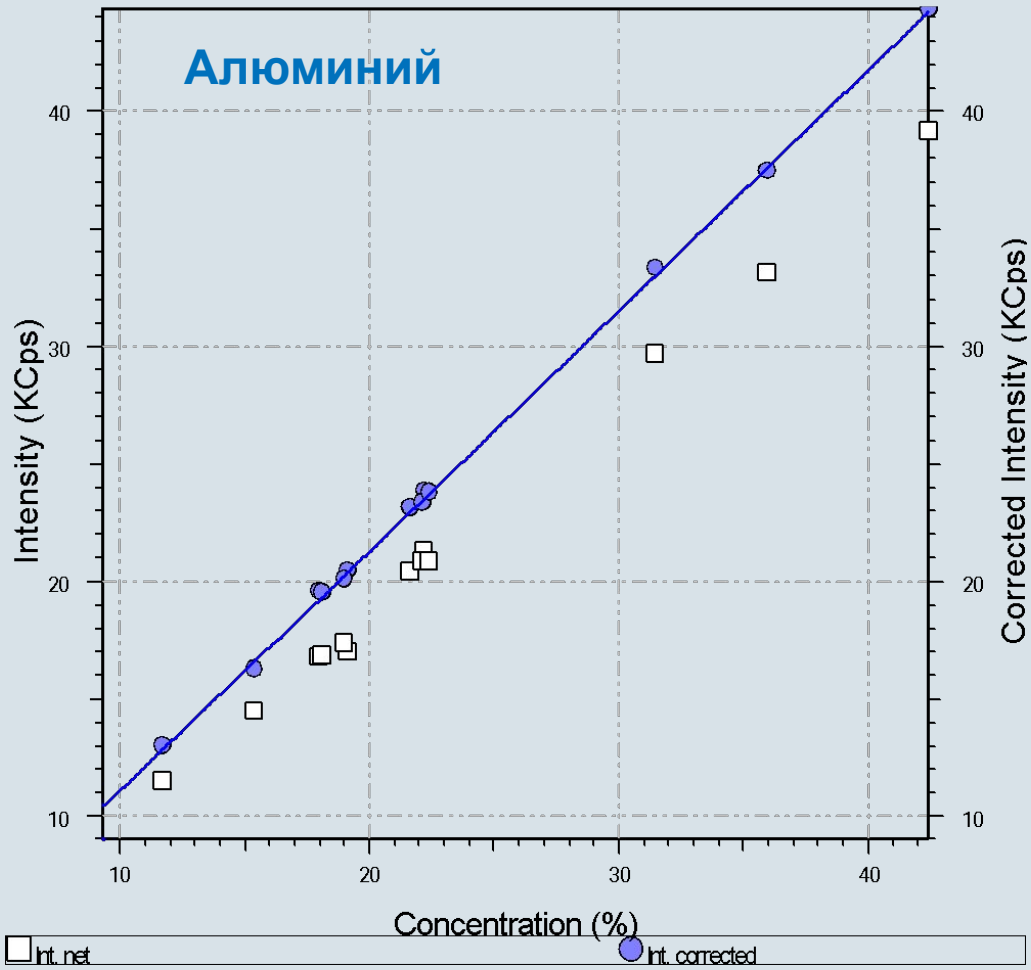


Прессование



Сплавление

Преимущество сплавления



Преимущество сплавления

Наш опыт в стекольной и керамической промышленности!!!

ООО «БРУКЕР»

СОГЛАСОВАНО
Зав. отделом стандартизации и испытаний, руководитель испытательной лаборатории «Стекло»
А.Г. Чесноков
"5" марта 2010 г.

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ООО «Брукер»
Н.В. Яковлев
"10" марта 2010 г.

РАБОЧАЯ МЕТОДИКА

количественного рентгено-спектрального флуоресцентного анализа кварцевого песка

РАЗРАБОТАНО
Менеджер по сбыту ООО «Брукер»
В. Н. Прибора

Инженер ОАО «Институт стекла»
М.В. Сытченко

Москва 2010

ООО «БРУКЕР»

СОГЛАСОВАНО
Зав. отделом стандартизации и испытаний, руководитель испытательной лаборатории «Стекло»
А.Г. Чесноков
"5" марта 2010 г.

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ООО «Брукер»
Н.В. Яковлев
"10" марта 2010 г.

РАБОЧАЯ МЕТОДИКА

количественного рентгено-спектрального флуоресцентного анализа полевого шпата

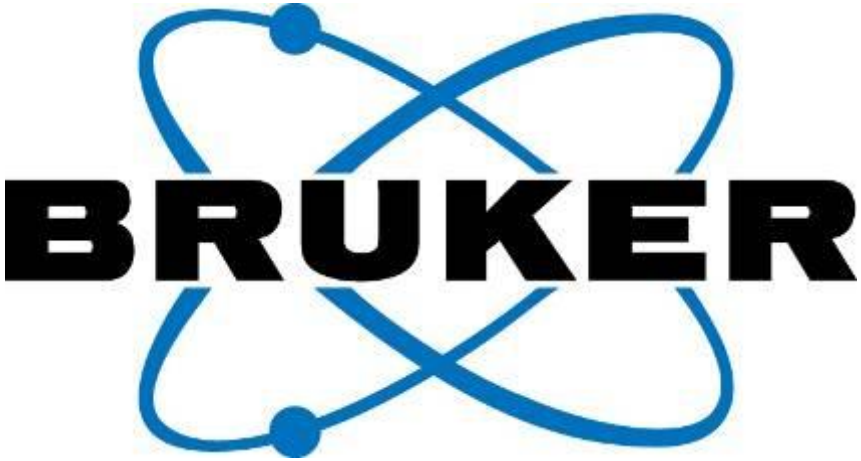
РАЗРАБОТАНО
Менеджер по сбыту ООО «Брукер»
В. Н. Прибора

Инженер ОАО «Институт стекла»
М.В. Сытченко

Москва 2010

ООО Брукер

Благодарю за внимание!



www.bruker.ru
www.bruker-axs.com