

Mini-röntgenspektrométer a cementgyártás szabályozásában

Joó Katalin*

Cementgyártáskor természetben előforduló nyersanyagokat (78–80% mészkő, 20–22% agyag) égetnek ki. Ez után a klinkert gipsszel (4–5%) együtt finom porrá őrlik. A kapott portland cement különböző oxidok keveréke, mint CaO, SiO₂, Al₂O₃ és Fe₂O₃, illetve kisebb mennyiségben MgO, K₂O, SO₃ stb. is megtalálható benne. A gyártási folyamat hatékony ellenőrzésével biztosítható a termék jó minősége.

Hagyományosan hullámhosszdiszperzív röntgenfluoreszcens (WDXRF) spektrométereket használnak a cement gyártási folyamatának ellenőrzésére. A cikkben rámutatunk, hogy a MiniMate kisméretű, kompakt, energiadiszperzív röntgenspektrométer (EDXRF) jól használható a fókuszáló (WDXRF) háttérberendezéseként a tervezett karbantartás idején, illetve váratlan meghibásodása esetén. Egy kisebb cementgyár pedig a teljes folyamat ellenőrzését is meg tudja oldani ezzel a kompakt készülékkel.

A készülék műszaki adatai

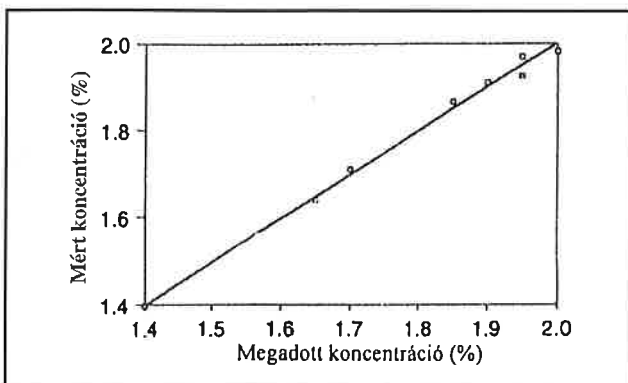
A MiniMate egy 15 kV-os, Cu-anódú, oldalablakos, max. 9 W-os röntgencsővel és Sn-szűrőt tartalmaz. A jel detektálására nagy felbontóképességű (12–14%) Ne töltésű proporciónális számlálót alkalmaznak. A könnyű elemek detektálásának javítására pedig hélium átöblítő-rendszer csatlakoztatható (opcionális). A jelfeldolgozás egy 2048 csatornás analizátoron keresztül történik. Interaktív menüvezérelt szoftver teszi lehetővé a kvalitatív és kvantitatív kiértékelést.

A speciális, kis teljesítményű röntgencső miatt a rendszer nem igényel hűtést. A MiniMate használatával megszabadulhatunk az izotópjersztésű készülékkel való mérés minden problémájától.

A mérési eljárás lényege

A mérés elvégzéséhez szükséges egy ismert összetételű (5–10 mintából álló) standardsorozat azonos mátrixszal. A standardokból illetve az ismeretlen összetételű, de mátrixában hasonló őrleményekből azonos módon elkészítjük a mintákat. Az előre beállított paraméterekkel (kV, mA, idő) végigmérve a standardsorozatot, minden elemre kalibrációs egyenest kapunk. Ezt felhasználva mérjük az ismeretlen mintákat.

Egy kiválasztott ismeretlen összetételű mintát adott időtartam alatt többször megmérve kapjuk a készülék reprodukálhatósági jellemzőjét.



1. ábra. Korrelációs egyenes Fe₂O₃-ra

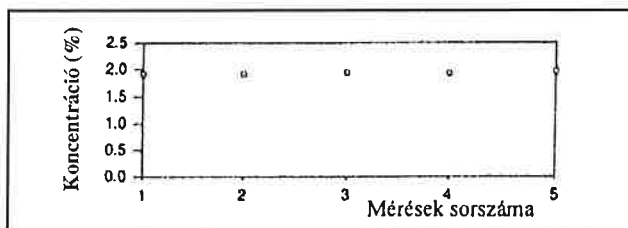
Eredmények

A mért elemeket, koncentráció tartományait és azok pontosságát mutatja az 1. táblázat. Szoros lineáris korrelációt van a standardokra megadott elméleti és a kalibrált MiniMate készülékkel mért koncentrációk között (1. ábra). A mátrixhatás kiküszöbölésére empirikus faktor alkalmazható.

1. táblázat: A kalibrálás eredményei

A vizsgált komponens	Koncentráció-tartomány, %	A regresszió hibája (1σ), %
CaO	42,90 – 45,10	0,130
SiO ₂	12,10 – 13,90	0,250
Al ₂ O ₃	2,95 – 3,75	0,110
Fe ₂ O ₃	1,40 – 2,00	0,020
SO ₃	0,18 – 0,30	0,008
MgO	0,66 – 0,76	0,030

Másik fontos kérdés az analízis reprodukálhatósága, melyet a 2. ábra illusztrál. Ugyanazt a mintát ötször megelemeztek néhány óra leforgása alatt. Az adatokból az átlag és a szórás minden mért komponensre kiszámítható (2. táblázat).



2. ábra. Reprodukálhatóság mérése Fe₂O₃ esetén

2. táblázat: Az eredmények reprodukálhatósága

A vizsgált komponens	A koncentráció átlagértéke %	A szórás (1σ), %
CaO	42,829	0,052
SiO ₂	14,007	0,035
Al ₂ O ₃	3,210	0,044
Fe ₂ O ₃	1,929	0,018
SO ₃	0,362	0,005
MgO	0,709	0,002

A minta-előkészítés gyöngyolvasztással

Az előzőekben már utaltunk arra, hogy a röntgenspektrométer kalibrációjához használt standardsorozat és az elemzendő minta ásványtaniilag azonos mátrixú kell legyen, továbbá, ha a mérést préselt portmintákon végezzük, mint tettük ezt az előbbieken, akkor a szemcseméretük eloszlása is azonos kell legyen. Ezek a feltételek nem mindig teljesíthetők, ezért más eljárást kell alkalmaznunk.

* TESTOR Kft.

A gyöngyolvasztás az a minta-előkészítési mód, amely képes a mátrixhatástól, az eltérő ásványtani hatásból és az eltérő szemcse-méret-eloszlásból adódó problémák kiküszöbölésére.

Az itt bemutatott mérésekhez 10 db NIST cement standardot használhatunk fel, melyeket keverés után foyasztószerez (minta: flux = 5:1) hígítottunk, megolvastottunk, majd gyöngyökké öntöttünk.

A foyasztószerez 66% lítium-tetraborátot és 34% lítium-metaborátot tartalmazott.

A mérés eredménye

A cementminták elemzését a MiniMate készülékkel, 600 s mérési idővel végeztük. Minden komponensre kalibrációs egyenest vettünk fel. A minták közül egyet tízszer is megmértünk néhány órán belül az analízis reprodukálhatóságának bemutatására.

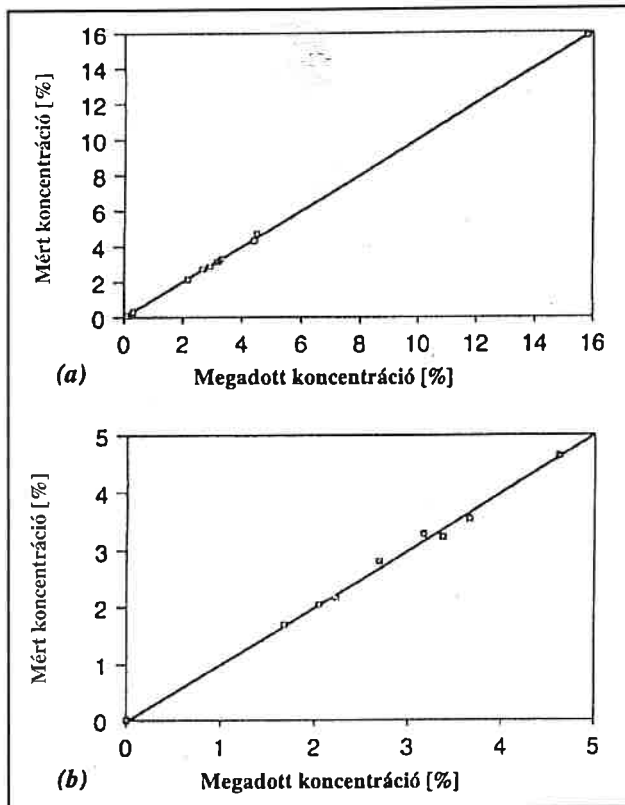
3. táblázat: A kalibrálás eredményei

A vizsgált komponens	Koncentráció-tartomány, %	A regresszió hibája (1σ), %
CaO	27,80 – 67,43	0,202
SiO ₂	0,35 – 23,19	0,288
Al ₂ O ₃	3,31 – 71,20	0,379
Fe ₂ O ₃	0,08 – 15,80	0,043
SO ₃	1,67 – 4,61	0,107
MgO	0,29 – 2,69	0,182
K ₂ O	0,12 – 1,27	0,035
TiO ₂	0,01 – 1,83	0,036

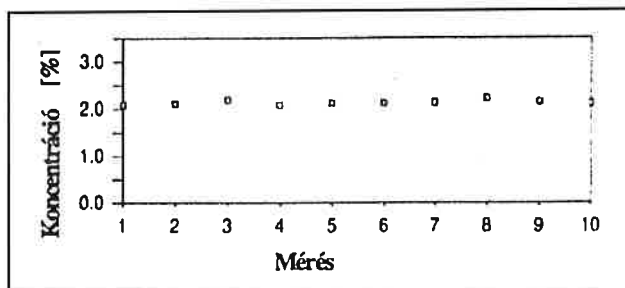
4. táblázat: Az eredmények reprodukálhatósága

A vizsgált komponens	A koncentráció átlagértéke %	A szórás (1σ), %
CaO	62,642	0,310
SiO ₂	19,717	0,205
Al ₂ O ₃	5,864	0,199
Fe ₂ O ₃	2,133	0,045
SO ₃	4,617	0,044
MgO	1,667	0,489
K ₂ O	1,212	0,109
TiO ₂	0,335	0,034

A mért elemeket, koncentráció tartományait és azok pontosságát mutatja a 3. táblázat. A viszonylag széles koncentráció-tartományban is kitérő lineáris korrelációt jelez a 3. ábra. A másik fontos jellemzőt, az



3. ábra. Korrelációs egyenes (a) Fe_2O_3 , (b) SO_3



4. ábra. Reprodukálhatóság mérése Fe_2O_3 esetén

analízis reprodukálhatóságát a 4. ábra szemlélteti. Látható, hogy a MiniMate készülék megfelelően stabil.

Összefoglalva megállapítható: a mintákon elvégzett elemzések eredményei egyértelműen mutatják, hogy a Philips által gyártott MiniMate készülék kitérően használható – széles koncentráció-tartományban is – a cement összetételének a meghatározására és gyártási folyamatának követésére, szabályozására.

SZEMLE

Légszennyezést elemző automata

A környezet- és egészségkárosító légszennyezők automatizált észlelésére elemzőkészüléket fejlesztettek ki az EU közösségi kutatóközpontjában (JRC – Joint Research Centre), az olaszországi Ispraban. A kompakt, hordozható, kis működtetési és karbantartási költségigényű mérőkészüléket számítógép vezérli, amelynek az automatizált légmintavevője a mintát egy reakciótartályon (ún. mini-impingeren) keresztül szívja be és az elemzést végző HPLC (nagy teljesítményű folyadékkromatográf) rendszerbe továbbítja.

Az analizátor beállítható a levegőt szennyező kemikáliák széles választékának, például az izocianátok (amelyek pl. a poliuretán hab, a bevonatok és elasztomerek gyártása során keletkeznek), vagy a karbonil vegyületek (formaldehid, aceton, amelyek a faipari termékek által kibocsátva megtalálhatók a lakásokban is), vagy az aminok, az ammónia folyamatos meghatározására és a szennyezés időbeli lefolyásának a követésére. Az analizátor sorozatgyártását 2001-re tervezik.

(Forrás: VIPS, No. PR-074-EN April 2000)