

Количественный элементный анализ цемента на спектрометре EDX-8000

К.Щербаков, Shimadzu
shcherbakov@shimadzu.ru

Высокоточный контроль элементного состава цемента (ISO 29581-2, JIS R 5204) обычно проводят с помощью волнодисперсионных рентгенофлуоресцентных спектрометров. Однако в последние годы за счет внедрения новых высокоскоростных детекторов с улучшенным разрешением и совершенствования методов математической обработки спектров спектрометры типа EDX стали способны проводить анализ, сравнимый по точности с волнодисперсионными

приборами среднего уровня. Возможность измерений порошков в нативном виде значительно расширяет область применения энергодисперсионных приборов, позволяя анализировать в том числе и такие вещества, как цементы.

Исследованы спрессованные стандартные порошкообразные образцы состава портландцемента NIST SRM 1880b, 1881a, 1884b, 1886a, 1887b, 1888b, 1889a на новом спектрометре EDX-8000. В табл.1

приведены аттестованные значения содержания основных оксидов в образцах.

Образцы готовили прессованием порошков в поливинилхлоридные кольца (внутренний Ø 35 мм) под давлением 250 кН в течение 60 с. Калибровочные графики представлены на рис.1.

Пределы обнаружения рассчитывали по формуле:

$$L.D.D. = 3 \times \frac{C}{NET} \times \sqrt{\frac{BKG}{I \times T}}$$

где L.L.D. – предел обнаружения, % масс,
NET – интенсивность пика, имп. в с/мкА,
BKG – интенсивность фона, имп. в с/мкА,
C – концентрация, % масс,
I – сила тока, мкА,
T – время интегрирования сигнала, с.

Таблица 1. Аттестованные значения содержания оксидов в образцах, % масс

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O
1880b	20,42	5,183	3,681	64,16	1,176	2,710	0,646	0,091
1881a	22,26	7,060	3,090	57,58	2,981	3,366	1,228	0,199
1884b	19,30	4,851	2,937	61,31	4,740	4,034	0,957	0,278
1886a	22,38	3,875	0,152	67,87	1,932	2,086	0,093	0,021
1887b	19,59	4,911	2,471	61,15	3,624	4,599	0,961	0,288
1888b	20,42	4,277	3,062	63,13	3,562	2,634	0,658	0,136
1889a	20,66	3,89	1,937	65,34	0,814	2,690	0,605	0,195

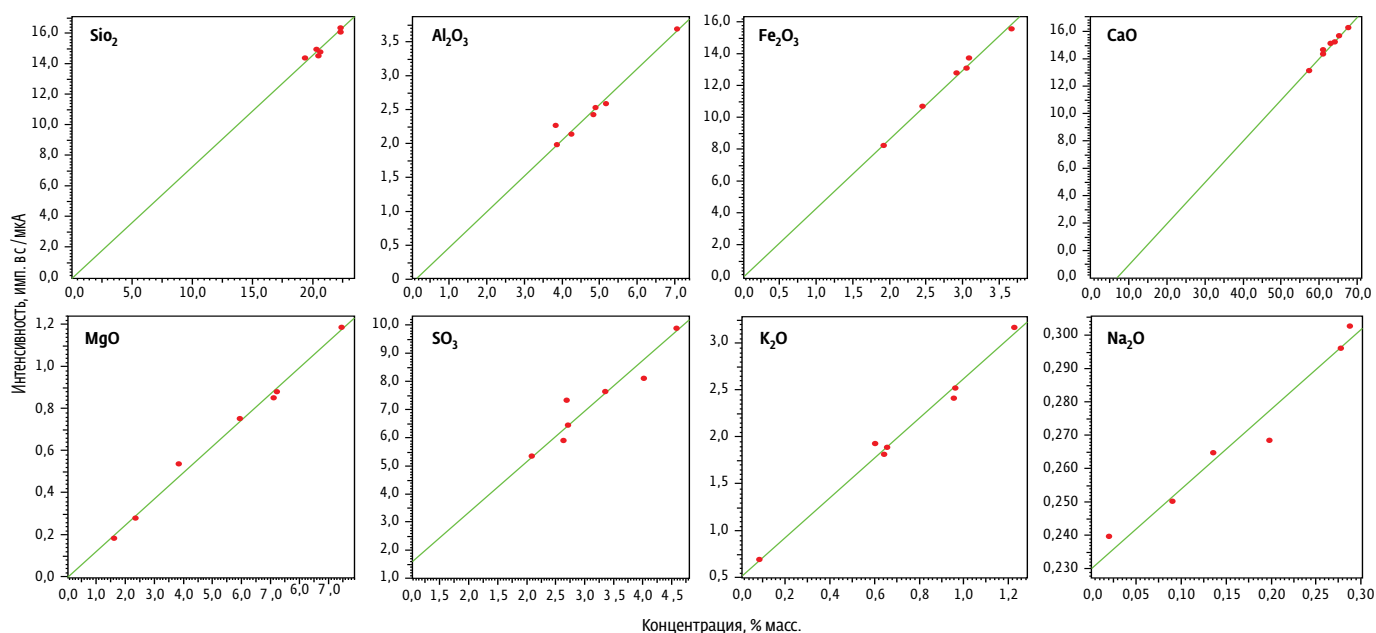


Таблица 2. Показатели повторяемости результатов анализа образца SRM 1880b (время измерения 300 с, 100 с для Fe₂O₃), % масс

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O
1	20,09	5,032	3,615	64,12	1,088	2,729	0,622	0,100
2	20,05	5,031	3,609	64,15	1,087	2,740	0,621	0,098
3	20,04	5,043	3,615	64,18	1,087	2,736	0,612	0,107
4	20,01	5,022	3,625	64,16	1,089	2,738	0,616	0,105
5	19,96	5,038	3,618	64,18	1,148	2,744	0,620	0,100
6	20,02	5,045	3,625	64,18	1,094	2,744	0,615	0,114
7	20,11	5,052	3,630	64,18	1,157	2,743	0,616	0,110
8	20,09	5,037	3,628	64,17	1,174	2,740	0,619	0,112
9	19,98	5,032	3,631	64,17	1,101	2,741	0,616	0,109
10	20,14	5,040	3,614	64,21	1,158	2,745	0,621	0,100
Среднее значение	20,05	5,037	3,621	64,17	1,118	2,740	0,618	0,105
Стандартное отклонение	0,059	0,008	0,008	0,025	0,036	0,005	0,003	0,006
Коэффициент вариации	0,30	0,17	0,22	0,04	3,2	0,17	0,52	5,5
Пределы обнаружения, % масс	-	0,0083	0,0022	-	0,0157	0,0066	0,0049	0,0159

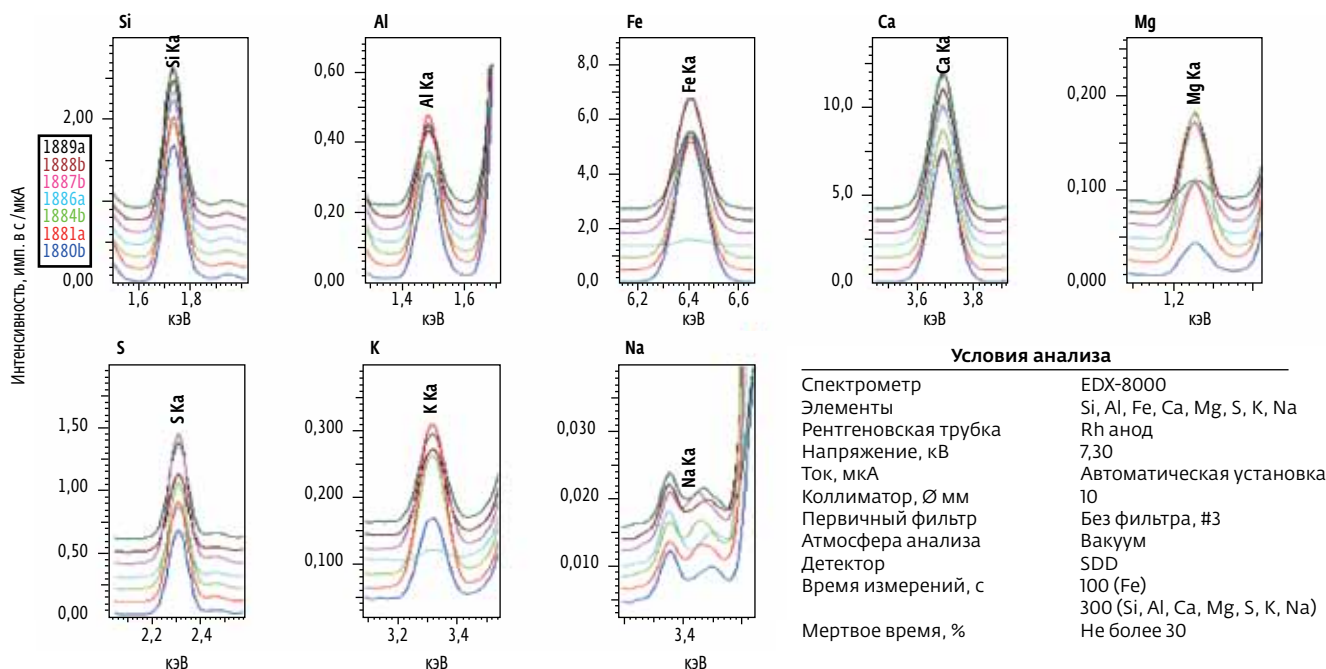


Рис.2. Фрагменты рентгеновских спектров с линиями определяемых элементов

Полученные значения приведены в табл.2.

Для оценки повторяемости результатов анализа проводили измерения образца SRM 1880b в десятикратной повторности. Полученные результаты отображены в табл.2, а на рис.2 представлены фрагмен-

ты рентгеновских спектров с линиями всех определяемых элементов во всех проанализированных образцах.

Полученные значения показывают, что спектрометр EDX-8000 соответствует требованиям ASTM C114 "Стандартные методы химического анализа гидравлического цемента".

Таким образом, результаты проведенного исследования показывают, что энергодисперсионные рентгенофлуоресцентные спектрометры типа EDX-8000 с успехом могут быть использованы для высокоточного элементного анализа цемента.