



Gökhan Sengör

Kimyager
Aplikasyon Uzmanı
Ant Teknik Cihazlar

EDX-8000 Enerji Dağılımlı X-Ray Floresans Spektrometre ile Çimentonun Miktersal Analizi

Çimentonun yüksek hassasiyetli kalite kontrol analizi, genellikle Dalgaboyu Dağılımlı X-ray floresans spektrometre cihazları ile gerçekleştirilmektedir. Ancak bu cihazlar EDX cihazlarına göre nispeten daha geç sonuç vermektedir. Son yıllarda ise, gelişen teknoloji ile EDX cihazları, analiz hassasiyeti açısından, dalgaboyu dağılımı tipte cihazlarla karşılaştırılabilir performans sergilemeye başlamıştır.

EDX cihazları toz numuneleri olduğu gibi analiz etme olacağı gibi özelliklerinin yanı sıra kullanıcılara geniş uygulama alanları da sunmaktadır. Uygulama alanlarından biri de çimento analizleridir.

Bu makalede, basınçla şekillendirilmiş standart toz çimento numunelerinin Shimadzu EDX-8000 model cihaz kullanılarak gerçekleştirilen analizine yer verilmektedir.

Numüne

NIST Analiz Sertifikası - Standart Referans Materyaller® Portland Çimento SRM 1880b, 1881a, 1884b, 1886a, 1887b, 1888b, 1889a

Tablo 1'de standart değerler gösterilmektedir.

Tablo 1. Standart Değerler

| | 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 |

Numune Hazırlama

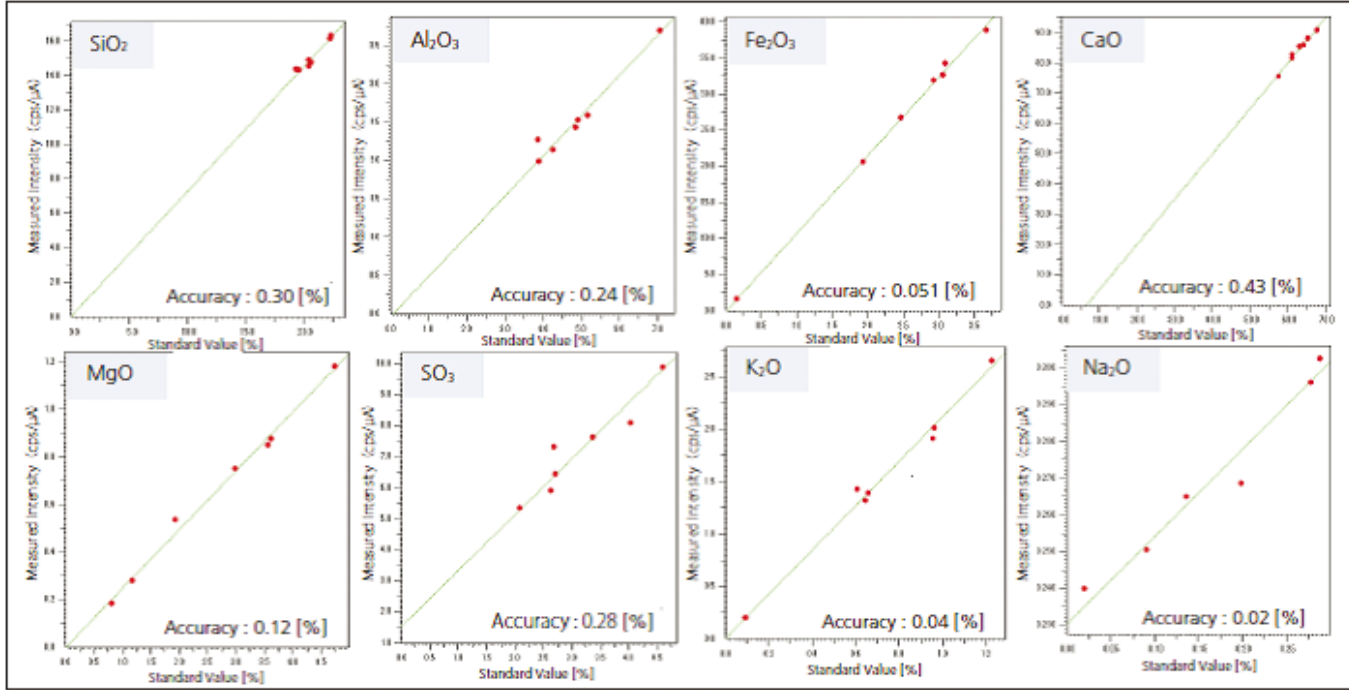
Vinil klorür halka (iç çapı 35 mm) kullanılarak basınçla şekillendirme gerçekleştirilmiştir. 60 saniye süre ile toplam 250 kN basınç uygulanmıştır. Numunenin fotoğrafı Şekil 1'de gösterilmektedir.



Şekil 1. Basınçla şekillendirilmiş Çimento Briketi

Kalibrasyon Eğrileri

Her bir elemente ait kalibrasyon eğrileri ve hassasiyetler (1σ) Şekil 2’de gösterilmektedir.



Şekil 2. Kalibrasyon Eğrileri ve Hassasiyet

Dedeksiyon Limitleri (L.O.D.)

Yukarıdaki kalibrasyon eğrileri kullanılarak hesaplanan en düşük dedeksiyon limitleri Tablo 2’de gösterilmektedir.

Tablo 2 Lower Limits of Detection (300 sec, 100 sec only for Fe₂O₃)

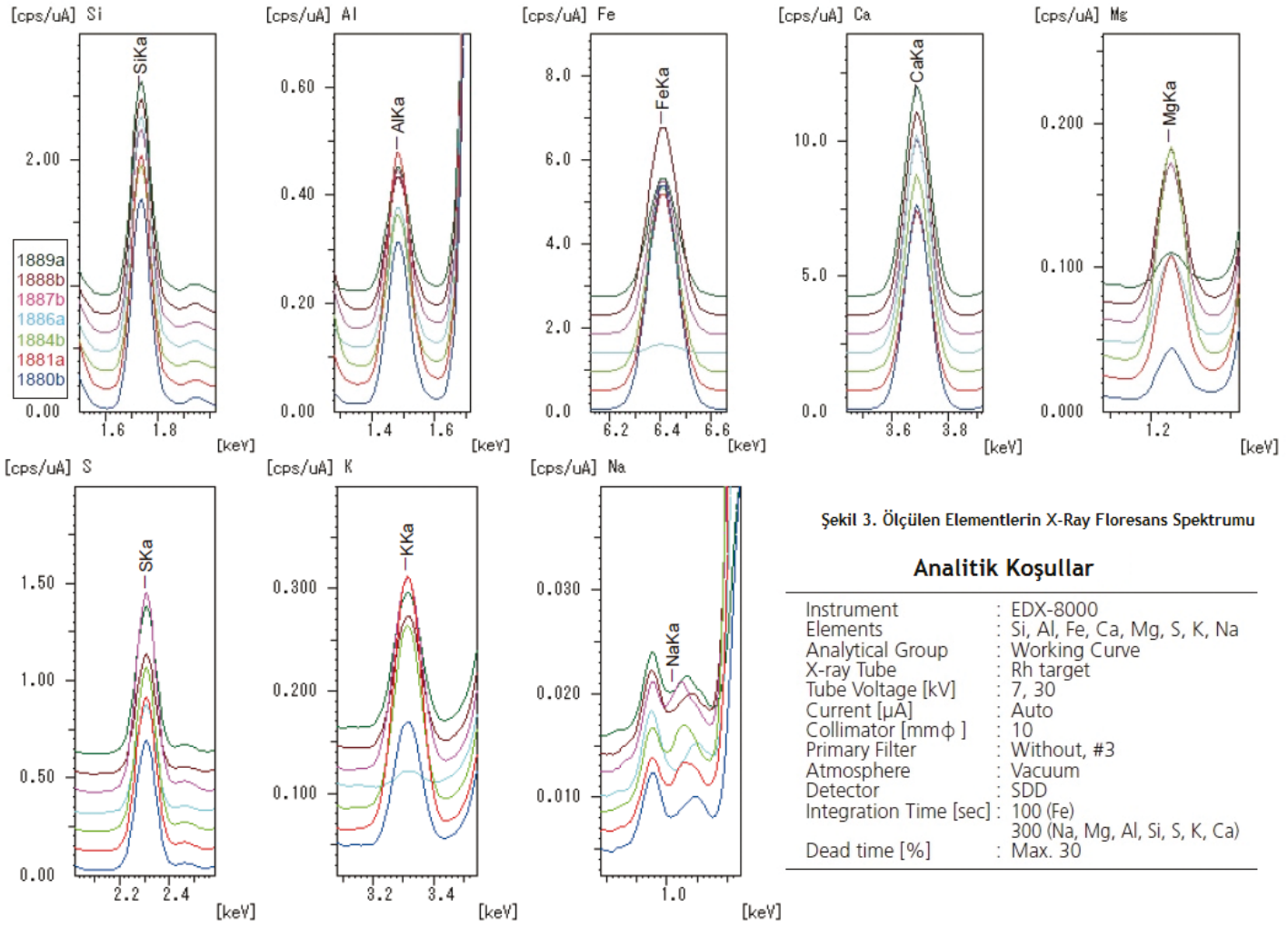
| | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | CaO | MgO | SO ₃ | K ₂ O | Na ₂ O |
|--------------------------------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|-----|--------|-----------------|------------------|-------------------|
| Lower Limit of Detection (LLD) | - | 0.0083 | 0.0022 | - | 0.0157 | 0.0066 | 0.0049 | 0.0159 |

Tekrarlanabilirlik

Yukarıdaki kalibrasyon eğrisi metodunu kullanarak gerçekleştirilen SRM 1880b için tekrarlanabilirlik testi sonuçları Tablo 3’te gösterilmiştir. Test için 10 tekrarlı ölçüm yapılmıştır. Her bir numunedeki ölçülen her bir elemente ait X-ray floresans spektrumları Şekil 3’te gösterilmektedir

Tablo 3 Repeatability for SRM 1880b (300 sec, 100 sec only for Fe₂O₃)

| | 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 |
| Average | 20.05 | 5.037 | 3.621 | 64.17 | 1.118 | 2.740 | 0.618 | 0.105 |
| Standard Deviation | 0.059 | 0.008 | 0.008 | 0.025 | 0.036 | 0.005 | 0.003 | 0.006 |
| Coefficient of Variation [%] | 0.30 | 0.17 | 0.22 | 0.04 | 3.2 | 0.17 | 0.52 | 5.5 |



Şekil 3. Ölçülen Elementlerin X-Ray Floresans Spektrumu

Analitik Koşullar

| | |
|------------------------|--|
| Instrument | : EDX-8000 |
| Elements | : Si, Al, Fe, Ca, Mg, S, K, Na |
| Analytical Group | : Working Curve |
| X-ray Tube | : Rh target |
| Tube Voltage [kV] | : 7, 30 |
| Current [µA] | : Auto |
| Collimator [mmφ] | : 10 |
| Primary Filter | : Without, #3 |
| Atmosphere | : Vacuum |
| Detector | : SDD |
| Integration Time [sec] | : 100 (Fe) 300 (Na, Mg, Al, Si, S, K, Ca) |
| Dead time [%] | : Max. 30 |



Şekil 4. Shimadzu EDX-7000/8000 Spektrometre

Referanslar:

- Shimadzu Uygulama Notu, X254A