

Studiul comparativ privind analiza zgurilor pe probe presate și topite, prin fluorescență de raze X

GHEORGHE VLAICU^{1,2*}, NICOLAE PAVEL¹, FLORIN PÎRĂAN¹, CLAUDIA STIHI², GABRIEL DIMA²

¹S.C. Mechel Târgoviște S.A., Str. Găești, Nr. 9-11, 130087, Târgoviște, România

²Universitatea Valahia din Târgoviște, Facultatea de Științe și Arte, B-dul Carol I, Nr. 2, 130024, Târgoviște, România

The paper presents two methods of slag sample preparation, adapted for X-ray fluorescence analysis: the pressed samples method and molten samples method.

A comparative study of measurement uncertainty in slag on pressed sample and molten sample analysis was carried out.

Keywords: slag, pressed sample, molten sample, X-ray fluorescence, measurement uncertainty

Analiza zgurilor în timpul procesului de elaborare a oțelurilor [1,2] este o cerință importantă pentru menținerea acestui proces în limitele de stabilitate precizate de tehnologia de elaborare pentru fiecare marcă de oțel.

Metoda de analiză utilizată în această situație trebuie să furnizeze o analiză rapidă, într-un timp cât se poate de scurt și cu o precizie suficient de bună, care să asigure controlul fluxului tehnologic [3].

Lucrarea prezintă două metode de pregătire a probelor de zgură, metode ce au fost adaptate pentru analiza prin fluorescență de raze X [4, 5]:

- metoda probelor presate
- metoda probelor topite.

De asemenea, s-a realizat un studiu comparativ al incertitudinii de măsură la analiza zgurilor pe probe presate, respectiv topite.

Partea experimentală

Metoda probelor presate

Este cunoscut faptul că în cazul probelor presate există două efecte care afectează negativ precizia analizei:

- efectul mărimii particulei;
- efectul mineralogic.

În stabilirea rețetei de pregătire s-a avut în vedere minimalizarea acestor efecte, obținerea unei pastile rezistente și simplificarea procesului de pregătire astfel încât timpul afectat pregătirii să fie cât mai scurt.

Procesul de pregătire constă în două etape:

a) măcinarea și sitarea probei până la granulație finală sub 100 μm;

b) realizarea pastilei presate prin mai multe experimentări, urmărind optimizarea raportului intensităților de fluorescență între elementul majoritar și cel minoritar și realizarea unei pastile cât mai stabile. Parametrii procesului de presare au fost stabiliți în funcție de:

- tipul liantului (s-au făcut testări cu borax, acid boric și parafină);
- timpul de omogenizare în mixer a amestecului probă - liant;
- forța la care trebuie realizată presarea;
- timpul de menținere sub presiune.

A rezultat următoarea rețetă de pregătire:

- 10 g de probă au fost amestecate cu 2 g de liant și omogenizate mecanic timp de 2 min în mixer. Amestecul realizat a fost presat utilizând o presă de laborator la o forță de 40 tf. Timpul de menținere sub presiune a fost stabilit la 40s. S-a obținut astfel o pastilă cu diametrul de 40 mm și grosimea de 5 mm având suprafețele plane și netede.

Analiza prin fluorescență a zgurilor pe probe presate

S-a realizat un program analitic pentru determinarea concentrațiilor prin fluorescență de raze X utilizând spectrometrul Philips PW1606 la următorii compuși/elemente chimice: P₂O₅, SiO₂, Fe, Al₂O₃, V₂O₅, TiO₂, Cr₂O₃, CaO, MgO, MnO.

Excitația tubului de raze X cu anod de rhodiu a fost stabilită la 45 kV și 55mA, pentru un timp de măsură de 40s. Timpul total de analiză a probei cuprinzând atât operațiile de pregătire cât și cele de măsurare a fost de aproximativ 20 min.

Metoda probelor topite

Proba de zgură a fost mojarată la o granulație sub 100μm și amestecată cu o anumită cantitate de agenți oxidanți și aditivi. Amestecul s-a introdus într-un creuzet de platină-aur pe un strat de fondant, ca în figura 1. Creuzetul a

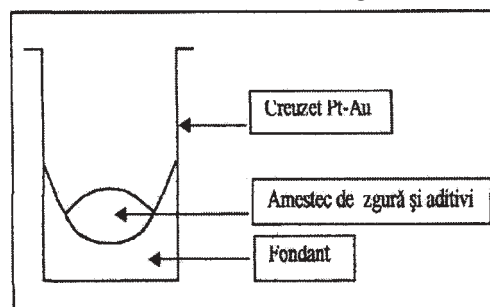


Fig. 1. Poziția componentelor rețetei de pregătire în creuzetul de Pt-Au

fost încălzit apoi într-un cuptor cu radiofrecvență.

Încălzirea a avut loc în două etape:

- în prima etapă creuzetul s-a încălzit la o temperatură care a asigurat oxidarea eventualelor particule metalice prezente în probă;
- în a doua etapă s-a menținut temperatura de 1200°C

* email: vlaicu@valahia.ro

Nr. Crt	Elementul/Compusul chimic	Incertitudinea de măsură (%)		Domeniul de concentrație (%)
		Probe presate	Probe topite	
1.	CaO	0,63	0,35	33-71
2.	SiO ₂	0,65	0,40	9-20
3.	Al ₂ O ₃	0,46	0,24	1,5 - 20
4.	MgO	0,38	0,21	3 - 15
5.	Fe	0,37	0,20	0,30 - 22
6.	P ₂ O ₅	0,02	0,01	0,01-0,77
7.	Cr ₂ O ₃	0,08	0,03	0,03 - 6
8.	MnO	0,06	0,04	0,05 - 8
9.	TiO ₂	0,01	0,01	0,05 - 1
10.	V ₂ O ₅	0,01	0,01	0,01-0,3

Tabelul 1
 PREZENTAREA COMPARATIVĂ A
 INCERTITUDINII DE MĂSURĂ LA ANALIZA
 ZGURILOR PE PROBE PRESATE, RESPECTIV
 TOPITE

astfel încât fondantul să se topească, iar oxizii din probă să se dizolve în fondantul lichid.

Soluția formată a fost omogenizată prin agitarea mecanică a creuzetului și apoi turnată pe o suprafață plană de platină-aur, unde a avut loc procesul de solidificare. S-a obținut astfel proba de analizat sub forma unei perle.

Cuptorul Philips PERLX3 cu ajutorul căruia s-a realizat rețeta de pregătire a probelor topite poate programa și controla toți parametrii implicați în procesul de pregătire a probei (temperaturi și timpi de încălzire, viteze și unghiuri de agitare etc.) pentru a asigura o mare reproductibilitate a procesului.

Analiza prin fluorescență a zgurilor pe probe topite

Ca și în cazul probelor presate, s-a utilizat programul analitic pentru determinarea concentrațiilor prin fluorescență de raze X utilizând spectrometrul Philips PW1606 la următorii compuși/elemente chimice: P₂O₅, SiO₂, Fe, Al₂O₃, V₂O₅, TiO₂, Cr₂O₃, CaO, MgO, MnO. S-a utilizat tubul de raze X cu anod de rhodiu la excitația de 45 kV și 55mA, iar timpul de măsură a fost stabilit la 50 sec.

Timpul total de analiză a probei cuprinzând atât operațiile de pregătire cât și cele de măsurare a fost de aproximativ 30 min.

Rezultate și discuții

Curbele de calibrare utilizate la analiza de fluorescență de raze X pentru MgO și SiO₂ pe probe presate și probe topite sunt prezentate în figura 2.

Pentru un număr de 9 compuși chimici (oxizi) și Fe elementar, s-a realizat un studiu comparativ între rezultatele analizei prin fluorescență de raze X în cazul probelor presate și în cazul probelor topite. În tabelul 1 este prezentată incertitudinea de măsură pentru fiecare metodă de pregătire a probelor.

Se observă că în cazul probelor presate incertitudinea de măsură este mai mare decât în cazul probelor topite, cu excepția analizelor pentru TiO₂ și V₂O₅ unde incertitudinile sunt egale. Acest lucru indică faptul că efectele legate de mărimea particulei și efectele mineralogice în cazul probelor presate pot fi numai diminuate și nu eliminate ca în cazul probelor topite.

Cu toate acestea, se constată că incertitudinea de măsură pentru probele presate asigură o analiză suficient de precisă față de cerințele prevăzute în tehnologiile de elaborare.

Pe de altă parte, studiind timpii totali de analiză observăm că metoda probelor presate asigură o viteză de analiză mai mare, adecvată cerințelor actuale de control pe fluxul de elaborare. În plus, tehnica de

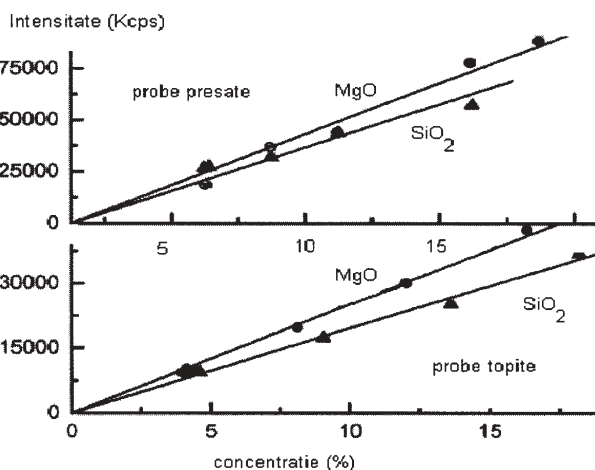


Fig. 2. Curbele de calibrare pentru MgO și SiO₂

presare a probelor este o metodă de pregătire relativ simplă și mai puțin costisitoare decât alte metode de pregătire a probelor.

Metoda probelor topite, este o metodă foarte precisă, sigură, dar mai laborioasă, cu costuri mai mari și care necesită un timp de analiză mai lung.

Concluzii

Rezultatele experimentale obținute au arătat că cele două metode de pregătire a probelor de zgură, prin presare sau prin topire, se pot utiliza în funcție de cerințele specifice. Atunci când există fluxuri mari de probe ce trebuie analizate în timpi relativ scurți iar probele provin din surse care au compoziția mineralogică similară, se recomandă utilizarea tehnicii de presare. Dacă însă este necesară efectuarea unor analize cu un nivel ridicat de precizie, iar timpii și costurile de analiză nu sunt parametri critici, se recomandă folosirea probelor topite.

Bibliografie

- DOLAN, M.D., JOHNSTON, R.F., Metallurgical and Materials Transactions B M. **35**, nr. 4, 2004, p. 675
- KUMAR, R., KUMAR, S., BADJENA, S., MEHROTRA, S.P., Metallurgical and Materials Transactions B, **36**, nr. 6, 2005, p. 873
- HABASHI, F., Handbook of Extractive Metallurgy, Vol. 3, Wiley-VCH, Berlin, 1997
- JANSSENS KHA, ADAMS FCV, RINDBY A., Microscopic X-ray Fluorescence Analysis. John Wiley & Sons: New York, 2000
- RUIZ, M. DEL C., GONZÁLEZ, J., OLSINA, R., PERINO, E., Latin American Applied Research, 26, 1996, p. 209

Intrat în redacție: 29.01.2007

