Gli strumenti per una preparazione del campione efficiente:

LA GUIDA PER LA REALIZZAZIONE DI PELLET PERFETTAMENTE PRESSATI

L'utilizzo delle presse FluXana, sia automatiche che manuali, consente la realizzazione di pellet perfettamente pressati e con una densità garantita, così da ottenere una preparazione sempre riproducibile dei campioni.

Per l'esecuzione di analisi tramite della fluorescenza a raggi X è inoltre importante che il pellet sia meccanicamente stabile e ad elevata stabilità, in modo che il campione non si rompa durante l'analisi. La stabilità che può essere incrementata pressando il campione in coppe o anelli di alluminio. Tuttavia, per la maggior parte dei materiali, la miscelazione preliminare con un legante è sempre necessaria.

Di seguito vi illustreremo tutte le fasi per la creazione di un pellet perfettamente pressato e vi forniremo importanti suggerimenti per la preparazione di campioni sempre perfetti prendendo come esempio un **pellet di cemento da 32 mm.**

FASE 1

Pesare 4,00 g campione e 1,00 g di CEREOX®

Miscelarli in una coppetta aggiungendo 1 pallina Mixing Ball FluXana e miscelare per 2 minuti nel mixer MUK. Quindi posizionare un film sulla piastra della pressa, rimuovere Mixing Ball ed effettuare la pressione.

FASE 2

Individuate il modello di pressa in vostro possesso e, sulla base di ciò, selezionate il programma idoneo.

Comparison of press models:

	PR-15	PR-25N	PR-25A	PR-40
max. pressure	15 t	25 t	25 t	40 t
handling	manual	manual	electrical	electrical
die	extra	extra	extra	integrated
stroke	16 mm	16 mm	30 mm	60 mm
pressed pellet 32mm	yes	yes	yes	yes
pressed pellet 40mm	yes	yes	yes	yes
pressed pellet in ring	yes	yes	yes	yes
other diameters	yes	yes	yes	yes
different diameters	yes	yes	yes	yes
programable	-	-	-	yes
programs	-	-	-	10

Una pressione di 15 tonnellate è assolutamente sufficiente per realizzare un pellet pressato e omogeneo con un diametro di 32 mm. Come anticipato, è molto importante che la produzione dei pellet sia riproducibile: per tale ragione tutte le presse VANEOX assicurano sempre esattamente la stessa pressione, restituendovi pellet con una densità costante e ben definita.

Naturalmente, aumentando il diametro del campione, è possibile realizzare ottimi pellet anche con strumenti in grado di esercitare una forza maggiore, come da 25 o da 40 tonnellate.

Nel caso in cui la procedura di pressatura venisse eseguita troppo rapidamente, potrebbero verificarsi dei problemi poiché l'aria intrappolata potrebbe provocare lo sfaldamento del pellet. Esercitare troppa forza può anche provocare il blocco del pellet pressato sulla piastra di pressatura. Per tale ragione conoscere esattamente la pressione adeguata in relazione al diametro è un fattore molto importante per la realizzazione di campioni di alta qualità.

La pressa automatica da 40 tonnellate risolve tutti questi problemi aumentando lentamente la pressione in tre fasi, consentendo inoltre di specificare il tempo di attesa dopo ciascuna fase di pressione e incrementando ulteriormente il rendimento utilizzando gli anelli.

Limiti di pressione per stampi senza anelli

Diametro	Pressione massima
ab 40 mm	40 t
35 mm – 39 mm	30 t
32 mm – 34 mm	25 t
28 mm – 31 mm	18 t
15 mm – 27 mm	5.0 t
10 mm – 14 mm	2.5 t
8 mm	1.5 t

Limiti di pressione per stampi con anelli

Con anello (diametro esterno / interno in mm)	Pressione massima
PR-CD-6032R (40/32)	15 t
PR-CD-6016R (20/16)	5.0 t
PR-40-CD35R_b (40/35	15 t
PR-40-CD35R (51,5/35)	30 t
PR-40-CD32R (40/32)	15 t

Macinazione del campione

Per analisi XRF si consiglia una granulometria del pellet pressato inferiore a 100 µm.

Pesatura nel campione

Quando il campione è stato macinato, viene pesata la quantità necessaria.

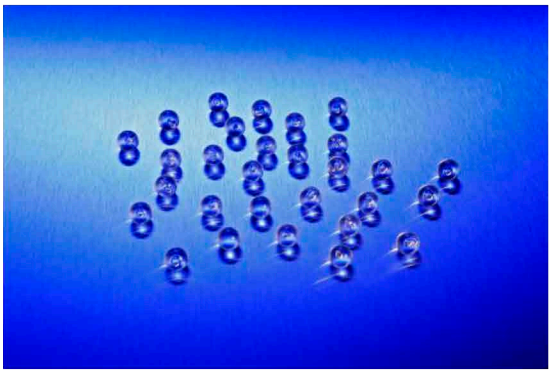
Miscelazione efficace del campione: panoramica di idoneità dei leganti come ausili alla realizzazione dei pellet

Binder	Grinding aid	Properties
Cereox (Wax)	No	Excellent binder without impurities
Celleox (Cellulose)	Yes	Good binder, absorption agent for liquid waste
(Boric acid)	Yes	No binder, stabilizes the sample if used as backing (used for small quantity of sample), classified as toxic!
Boreox	Yes	Excellent binder, stabilizes the sample if used as backing (used for small quantity of sample), non toxic replacement for boric acid.
Boreox Tablets	Yes	Like Boreox, used as grinding aid in automatic dispensing

Il campione e il legante devono essere miscelati in modo omogeneo per garantire un pellet pressato meccanicamente stabile. Manualmente questo può essere eseguito in un mortaio, macinando il campione e il legante con il pestello.

Un metodo più efficace e che consente di risparmiare molto tempo, è l'uso di un mixer elettrico come il **MU-K-Mixer** di FluXana. Il campione viene miscelato in modo omogeneo con il legante e la mixing ball in una coppetta

monouso in soli 12 minuti. Ciò garantisce che il legante venga distribuito uniformemente in modo che il campione rimanga stabile in tutte le aree durante la pressatura.



Assemblaggio dello stampo (Pressing Die)

Lo stampo per le presse PR-15t, PR-25N e PR-25A deve essere assemblato come segue:

- Posizionare lo stampo sul piattino della pressa.
- Inserire l'anello, il campione con il legante, il secondo anello e chiudere lo stampo. Assicurarsi che i lati lucidi siano rivolti verso il campione.
- Inserire lo stampo all'interno della pressa e avviare il processo di pressatura.
- Al termine del processo di pressatura, rimuovere lo stampo ed estrarre delicatamente il pellet.

Si raccomanda di utilizzare l'accessorio per la movimentazione dei pellet (**Suction Tool WZ-0004**) per rimuovere facilmente e in modo pulito il pellet dallo stampo.

Gli accessori: film, coppette e anelli

L'utilizzo dei film permette di prevenire la contaminazione e l'attaccamento dei pellet sullo stampo.

Le coppette in alluminio sono ideali per campioni instabili e per l'etichettatura dei campioni.

Gli anelli sono disponibili in vari diametri e per diversi modelli di presse. Sono adatti per la stabilizzazione dei campioni e vengono utilizzati per la preparazione automatica e manuale dei campioni.

Risultati analitici

La tabella seguente mostra i risultati per diverse preparazioni di un campione di cemento CEM V02 con legante CEREOX® in un rapporto di 4: 1.

Mass%	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca
Prep. #1	0.206	2.60	3.70	12.38	0.040	1.35	0.045	0.79	39.24
Prep. #2	0.212	2.63	3.74	12.44	0.041	1.35	0.044	0.76	39.09
Prep. #3	0.221	2.66	3.78	12.47	0.042	1.36	0.044	0.75	38.92
Prep. #4	0.206	2.61	3.71	12.39	0.042	1.34	0.047	0.76	39.22
Average	0.211	2.63	3.73	12.42	0.041	1.35	0.045	0.76	39.12
Std. dev.	0.007	0.03	0.04	0.04	0.001	0.01	0.001	0.01	0.15

Mass%	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Zn	Sr	Ba
Prep. #1	0.23	0.0091	0.0039	0.139	1.26	0.0123	0.069	0.040
Prep. #2	0.23	0.0093	0.0038	0.139	1.25	0.0128	0.067	0.045
Prep. #3	0.24	0.0098	0.0031	0.137	1.27	0.0133	0.067	0.045
Prep. #4	0.24	0.0099	0.0038	0.138	1.28	0.0132	0.069	0.045
Average	0.23	0.0095	0.0037	0.138	1.27	0.0129	0.068	0.044
Std. dev.	0.01	0.0004	0.0004	0.001	0.01	0.0005	0.001	0.002

Applicazioni speciali

Pellet pressato per piccole quantità (con legante BOREOX)

Procedimento adatto per piccole quantità di campione (circa 0,5 g o meno).

Assemblare lo stampo utilizzando lo strumento di riempimento (PR-CD-BA32 / PR-CD-BA40) per introdurre il campione. Distribuire uniformemente il campione con un attento movimento di rotazione del pestello. L'obiettivo è quello di ottenere uno strato di materia piatta e uniforme. Quindi riempire con 5 g fino a 7 g di BOREOX, rimuovere lo strumento di riempimento, inserire il campione all'interno della piastra e premere.

Un pellet di questo tipo, anche se con una percentuale di campione sottile non diluito, può essere utilizzato per analisi XRF come un normale pellet pressato.

Uso delle piastre in carburo di tungsteno (WC)

Quando si analizzano campioni molto duri come il quarzo, la pressatura può portare alla contaminazione del campione con Fe e Cr. Questo può essere evitato utilizzando piastre di pressatura in carburo di tungsteno (WC). La tabella seguente confronta i risultati della realizzazione di pellet di sabbia preparati con piastre in acciaio temprato con piastre in WC rivelando quanto fortemente un pellet realizzato su acciaio temperato sia contaminato da Fe e Cr.

µg/g	PP of Steel		PP of WC	
	Cr_2O_3	Fe_2O_3	Cr_2O_3	Fe_2O_3
1	33	505	0	251
2	152	1090	0	271
3	5	333	5	250
4	25	403	5	251
5	0	280	0	273
Avg.	43	522	2	259
Std. Dev.	62	328	3	12

Informazioni aggiuntive

Conservazione e utilizzo degli stampi (Pressing Dies)

Gli stampi per la pressa sono realizzati in acciaio inossidabile temprato per garantirne la robustezza. Per evitare il deterioramento della superficie, è importante rimuovere tutte le impronte digitali ed eventuali residui.

Lo stampo deve essere conservato in un ambiente asciutto. Un'eventuale corrosione può essere rimossa mediante lucidatura non comportando un difetto di qualità.

Riutilizzo degli anelli per l'ottimizzazione dei costi

Per ottimizzare la sostenibilità e i costi è possibile riutilizzare gli anelli.

Conclusione

Quando si realizzano pellet pressati, la scelta degli strumenti è un fattore determinante per la qualità del risultato finale. La stabilità viene raggiunta quando si utilizza un legante adatto ed è essenziale miscelare efficacemente il campione e il legante usando un miscelatore. Per un'ottima procedura di pressatura, è possibile affidarsi alla moderna tecnologia delle presse manuali e automatiche FluXana che, con diverse capacità di pressione e diametri, consentono di velocizzare le procedure restituendo un risultato riproducibile e sempre perfetto.

Macina il campione

Pesane 4g

Aggiungi 1g di legante

Mescola per 2 minuti

Aggiungi un film

Introduci una coppetta in alluminio

Riempi lo stampo

Esegui la pressione

Il risultato è un pellet perfettamente pressato

QUANTANALITICA

Via Guido Rossa 14/A 23875 Osnago (LC) - Italy

Tel: +39 039 9280061 - Fax: +39 039 9289636 – Email: info@quantanalitica.com

Seguici su Oppure scrivici