

Preparatyka próbek materiałów niemetalicznych do analizy składu chemicznego techniką fluorescencyjnej spektrometrii rentgenowskiej

Preparation of samples of non-metallic materials for the analysis of chemical composition by the technique of X-ray fluorescence spectrometry

SŁOWA KLUCZOWE

fluorescencyjna spektrometria rentgenowska, materiały niemetaliczne

KEY WORDS

X-ray fluorescence spectrometry, non-metallic materials

Katarzyna Stec

Sieć Badawcza Łukasiewicz - Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych

katarzyna.stec@icimb.lukasiewicz.gov.pl

STRESZCZENIE

Najbardziej popularną metodą instrumentalną, wykorzystywaną do analizy surowców i materiałów budowlanych i ogniotrwałych, jest metoda fluorescencji rentgenowskiej z dyspersją długości fali. Technika ta umożliwia oznaczenie szeregu głównych i ubocznych składników próbki bez konieczności przeprowadzenia jej do roztworu. Nie oznacza to jednak, że próbkę można poddać analizie bez wstępnego przygotowania. W technice XRF najczęściej stosowane są dwie techniki przygotowania prób. Jedna z nich polega na stopieniu materiału z topnikami i uzyskaniu perły, którą następnie poddaje się analizie, druga to sprasowanie badanego materiału z lepiszczem, w celu uzyskania pastylki. Oba sposoby przygotowania mają wady i zalety.

Materiały budowlane, surowce mineralne i materiały ogniotrwałe to materiały o różnej twardości i odporności na czynniki szkodliwe, w tym korozję, i odporne na działanie wysokich temperatur. Cechy te bardzo pożądane od strony technologicznej i użytkowej są dużym utrudnieniem podczas przygotowania prób do analizy chemicznej. Proces przygotowania prób do badań, czyli etapy ucierania, suszenia i topienia, zawsze obarczone są potencjalnymi kontaminacjami badanego materiału.

SUMMARY

The most popular instrumental method used for the analysis of building and refractory raw materials and materials is the wavelength dispersion X-ray fluorescence method. This technique allows a series of major and minor components of a sample to be determined without having to be dissolved into solution. This does not mean, however, that the sample can be analyzed without preliminary preparation. In the XRF technique, two sample preparation techniques are most commonly used. One of them consists in fusing the material with fluxes and obtaining a pearl, which is then analyzed, the other one is pressing the tested material with the binder to obtain a pellet. Both methods of preparation have advantages and disadvantages. Building materials, mineral raw materials and refractory materials are materials of various hardness and resistance to harmful factors, including corrosion, and resistant to high temperatures. These features, which are very desirable from the technological and functional point of view, are a great difficulty in the preparation of samples for chemical analysis. The process of preparing samples for testing, i.e. the stages of grinding, drying and melting, is always burdened with potential contamination of the tested material.

1. Próbki do badań

Próbki do badań można podzielić na trzy grupy. Pierwsza to próbki po produkcji do kontroli technicznej składu chemicznego. Próbki te zaliczamy do materiałów formowanych, mających kształty regularne, bądź nie, próbki nienormowane – próbki sypkie, cementy.

Druga grupa materiałów do badań to szeroko pojęte próbki po pracy. Próbki te mają postać kształtek przereagowanych w całości, wycinków kształtek przereagowanych fragmentarycznie, wycinki materiału z miejscowymi przereagowanymi punktami, próbki sypkie o zróżnicowanym składzie widocznym okiem nieuzbrojonym.

Trzecia grupa próbek do badań to próbki surowców do kontroli deklarowanego przez dostawcę składu chemicznego lub charakteryzacji eksploatowanego złoża.

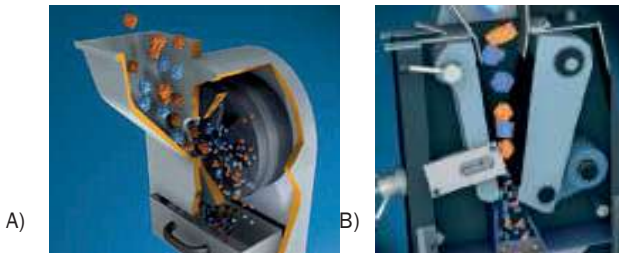
W każdym z powyższych przypadków, analityk musi odpowiedzieć sobie na pytanie, dlaczego bada dostarczony materiał? Czego chce się dowiedzieć? Na jakie pytania chce znaleźć odpowiedź? To osoba wykonująca pomiary musi zdecydować o sposobie poboru próbki do analizy, np. wycięcie kształtek z dużego bloku, rozkruszenie całego bloku, odłupanie materiału do badań z brzegów bloku, rozwarstwienie bądź ujednorodnienie próbki.

1.1. Rozdrabnianie materiału w celu uzyskania odpowiedniego uziarnienia

1.1.1. Kruszenie

Pierwszy etap przygotowania prób to kruszenie. Proces ten prowadzony jest w kruszarkach szczękowych lub tarczowych. W zależności od modelu i zastosowanych okładzin w kruszarkach szczękowych, materiał o uziarnieniu 130mm możemy rozdrabniać do uziarnienia nawet do 0,5mm.

Natomiast w kruszarkach tarczowych materiał o średniej wielkości ziaren 15mm rozdrabniamy do uziarnienia około 100µm. W urządzeniach tego typu proces rozdrabniania zachodzi pomiędzy dwoma roboczymi tarczami, gdzie materiał podlega siłom tarcia i nacisku. Poprzez odpowiednio wymodelowany kształtu tarcz w środkowej części uzyskujemy zgrubne rozdrabnienie, a progresywny charakter uzębienia tarcz przenosi materiał do części zewnętrznej komory mielenia, gdzie jest uzyskiwane drobne rozdrabnienie. Wprawdzie jest to nadal wielkość ziaren uniemożliwiająca stapianie lub prasowanie próbek do analiz techniką XRF, jednakże tak rozdrobniony materiał można poddać kolejnemu procesowi przygotowania, czyli ucieraniu w młynkach laboratoryjnych.



Rys. 1. Schemat działania kruszarki tarczowej - A) oraz kruszarki szczękowej - B) []

1.1.2. Ucieranie

Rozkruszanie materiału do badań jest wstępnym etapem przygotowania próbki. Wielkość ziaren po rozdrabnianiu w kruszarkach jest nadal za duża i nie pozwala na poprawne przygotowanie próbek do analizy techniką XRF. W tym celu konieczny jest długi etap przygotowania prób, czyli ucieranie. Próbki ucierane mogą być w różnego rodzaju młynkach laboratoryjnych, które różnią się budową, zasadą działania oraz stosowanymi okładzinami.

1.1.2.1. Moździerz

Zasada działania jest podobna jak przy ręcznym moździerzu, gdzie materiał jest ucierany przez siły tarcia i nacisku między miską a moździerzem. Podczas obrotu miski, moździerz obraca się ruchem pionowym i poziomym, ucierając próbkę. Standardowo zintegrowany zgarniacz kieruje próbkę z powrotem pod moździerz. Ten typ młynka przeznaczony jest do końcowego rozdrabniania nieorganicznych i organicznych materiałów, miękkich, średnio twardych i twardych. Efektywność ścierania zależy bezpośrednio od zastosowanego w młynku wyłożenia i stopnia twardości materiału rozcieranego. Misy i moździerze mogą być wykonane z agatu, cyrkonu, twardej porcelany, spiekane korundu, stali nierdzewnej, stali chromowej i węgla krzemu.



Rys. 3. Części mielące i schemat działania młynków moździerzowych []

1.1.2.2. Młynki dyskowe

Rozdrabnianie próby w młynie wibracyjnym następuje poprzez działanie sił uderzenia, tarcia i nacisku pomiędzy naczyniem mielącym, a wkładami pierścieniowymi, umieszczonymi wewnątrz naczynia. Wkład mielący umieszczony jest na płycie wibracyjnej, która drga z ogromną siłą w płaszczyźnie poziomej. Naczynia mogą być wykonane z następujących materiałów: stal nierdzewna, stal chromowa utwardzana, węgiel wolframu, agat, cyrkon. Tego typu młynki mają zastosowanie w przemyśle stalowym, wydobywczym, energetycznym, hutach szkła, cementowniach.



Rys. 4. Części mielące i schemat działania młynków dyskowych []

1.1.2.3. Młynki kulowe

W urządzeniach tych podczas ruchu miski, kule o różnych średnicach ucierają materiał do badań, uderzając w niego. Młynki tego typu służą do mielenia na sucho lub mokro surowców średnio twardych i miękkich – stosuje się je do rozdrabniania rud, minerałów, szkła, gleby, szlamów, mułów, produktów farmaceutycznych, tworzyw sztucznych i odpadów.

Kule wykonane są najczęściej z twardego materiału o dużej gęstości, takiego jak stal nierdzewna, stal utwardzona, tlenek cyrkonu, agat, węgiel wolframu.



Rys. 5. Części mielące i schemat działania młynków kulowych []

1.1.2.4. Młynki planetarno-kulowe

W urządzeniach tych jednoczesnych ruch obrotowy naczyń i kul wewnątrz naczynia prowadzą do wzajemnego oddziaływania sił tarcia i uderzenia, które generują wysoką energię dynamiczną. Współdziałanie tych dwóch zjawisk prowadzi do osiągnięcia bardzo wysokiego stopnia rozdrobnienia mielonego materiału.

Planetarne młynki kulowe charakteryzują się efektywnym mieleniem przy jednoczesnym zmniejszeniu efektu ścierania wyłożenia młynka. Wyłożenia miski oraz kulki mogą być wykonane aż z 6 różnych materiałów: agat, korund, cyrkon, stal nierdzewna i specjalna, węgiel wolframu.



Rys. 6. Części mielące i schemat działania młynków planetarno-kulowych []

1.2. Zmiany składu chemicznego próbek podczas procesu przygotowania

Podczas przygotowania próbek do badań bez względu na to, czy są w trakcie rozdrabniania, czy też ucierania, może dochodzić do zmiany składu chemicznego badanego materiału. Znanych

jest kilka procesów, które powodują te zmiany. Jednym z nich jest zjawisko kontaminacji próbki. Proces ten zachodzi ze zróżnicowaną intensywnością, która jest wypadkową stosowanych okładzin i wyłożeń mis oraz twardości przygotowywanego materiału do badań. Zjawisko zanieczyszczenia próbki do badań w trakcie przygotowania może skutkować brakiem reprezentatywności badanego materiału [1].

1.2.1. Wprowadzenie pierwiastków

Najczęściej spotykane zanieczyszczenie materiału do badań zachodzi podczas etapu przygotowania i jest skutkiem ścierania się okładzin kruszarek bądź młynków. Okładziny kruszarek są wykonane z materiału, który oprócz twardości musi cechować się odpornością na udarność. Typowym przykładem zanieczyszczania rozdrabnianego materiału w kruszarkach jest wprowadzenie Fe metalicznego, pochodzącego ze stalowych okładzin lub wolframu z okładzin węgla wolframu [1]. W tabeli 1 przedstawiono typowe okładziny stosowane w kruszarkach i młynkach. W tabeli tej podano główne pierwiastki i dodatki, które mogą pojawić się w rozdrabnianym materiale, twardość okładzin, wyrażoną w różnych skalach oraz odporność okładzin na ścieranie.

Tabela 1. Materiały stosowane na okładzinach i ich własności [1]

Rodzaj materiału	Składnik główny	Obecne dodatki	Twardość materiału	Odporność na ścieranie
Stal specjalna	Fe	Cr, Si, Mn, C	Mohs 5 ½ – 6 Rockwell-C 60-65	Średnia
Stal nierdzewna	Fe, Cr	Ni, Mn, S, Si	Mohs 5–5 ½ Rockwell-C 55-60	Średnia
Stal bez chromowa	Fe	C, Mn, Si, Mo	Mohs 5–5 ½ Rockwell-C 55-60	Średnia
Węgiel krzemowy	W, C, Co	Ta, Ti, Nb	Mohs 8 ½+ Knop 1400–1800	Wysoka
Korund	Al	Si, Ca, Mg	Mohs 9 Rockwell-R45N 83 Knoop 2100	Bardzo wysoka
Agat	Si	Al, Na, Fe, K, Ca, Mg	Mohs 6–7 Knop 550–800 (est.)	Wysoka
Tlenek cyrkonu	Zr	Mg, Hf	Mohs 8 ½ Rockwell-R45N 74–79 Knoop 1160	Bardzo wysoka
Azotek krzemu	Si	Y, Al, Fe, Ca	Mohs 8 ½+ Knoop 1600	Bardzo wysoka
Plastik	C	—	Mohs 1 ½(est)	Niska
Węgiel wolframu	W, C	Co, Ta, Nb, V	Mohs 8 ½+ Knop 1400–1800	Bardzo wysoka

1.2.2. Zmiana składu chemicznego badanej próbki

Problem zmiany składu chemicznego przygotowywanej do badań próbki obserwujemy podczas procesu suszenia i oznaczania straty masy podczas prażenia. Niezmiernie istotny jest dobór czasu i temperatury prażenia [1]. W tabeli 2 przedstawiono typowe pierwiastki lotne wraz z podaniem temperatury ich odparowania.

Tabela 2. Utrata lotnych pierwiastków w poszczególnych temperaturach

Pierwiastek	Temperatura odparowania
Siarka (S)	< 1000 °C
Alkalia (Na, Li, K)	< 800 °C
Fluorki (F)	< 100 °C
Chlorki (Cl)	< 50 °C

Dodatkowym zjawiskiem występującym podczas suszenia i oznaczania straty prażenia próbki jest możliwość zmiany stopnia utlenienia niektórych pierwiastków. Zjawisko to najczęściej obserwujemy podczas przygotowywania próbek węglików. Pierwiastkowe Fe, Al, Si obecne w węglkach ulegają utlenieniu, zmieniając skład chemiczny przygotowywanego do badań materiału. Jednocześnie w węglkach zachodzi proces utlenienia najdrobniejszych ziaren [1]. Zjawisko to zachodzi w sposób niekontrolowany. Dlatego w przypadku próbek zawierających nietlenkowe połączenia pierwiastków, konieczny jest dobór z jednej strony uziarnienia, a z drugiej strony temperatury, w której oznaczana będzie strata prażenia.

1.2.3. Niejednorodność próbki

Podczas wstępnego etapu przygotowania próbek do badań możemy zaobserwować zjawisko niekontrolowanej segregacji ziaren. Zjawisko to zachodzi podczas przygotowywania materiału zbudowanego z ziaren, różniących się między sobą twardością, ciężarem właściwym i wielkością.

2. Przygotowanie próbek do analizy XRF

Jednym z już wspomnianych sposobów przygotowania próbek jest metoda prasowania próbki proszkowej z lepiszczem, drugim – rzadziej stosowanym – jest przygotowanie próbki proszkowej.

2.1.1. Próbkę proszkową

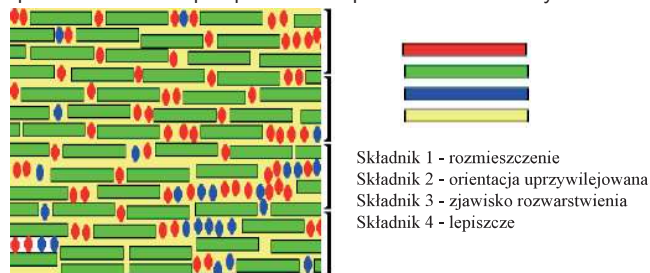
Próbki po rozdrobieniu do ustalonego uziarnienia wsypywane są do pojemnik z foliową membraną i tak przygotowane podawane są do spektrometru XRF. Zaletą tego sposobu przygotowania próbek jest krótki czas i niski koszt przygotowania, możliwość analizy próbek zawierających pierwiastki lotne, brak rozcieńczenia materiału do badań oraz możliwość wykorzystania próbki do dalszych analiz innymi technikami. Jednakże największym ograniczeniem tej metody jest nierównomierne upakowanie ziaren, wolne przestrzenie między ziarnami. Gdy przypomnimy że promieniowanie fluorescencyjne wnika w próbkę tylko powierzchniowo, to ilość poszczególnych ziaren na analizowanej powierzchni jest zupełnie przypadkowa (Rys 7)



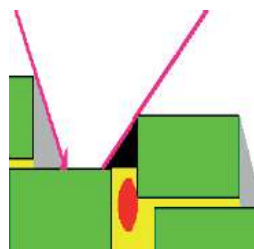
Rys. 7. Schemat ułożenia ziaren w materiale proszkowym

2.1.2. Próbkki prasowane

Technika prasowania próbek do oznaczenia składu chemicznego techniką XRF polega na formowaniu proszku za pomocą lepiszcza lub foremki i utworzeniu pastylki. Formowanie przeprowadza się na prasach ręcznych lub hydraulicznych. Schemat obrazujący upakowanie ziaren po sprasowaniu przedstawiono na Rys. 8.



Wpływ chropowatości powierzchni na odbicie wzbudzonych fotonów – efekt cienia



Rys. 8. Schemat ułożenia ziaren w próbce prasowanej oraz wpływ upakowania ziaren na odbicie wzbudzonych fotonów []

Podczas formowania próbki zarówno z lepiszczem jak i w foremce, zachodzi proces silnego upakowania ziaren, przy czym proces ten nie gwarantuje reprezentatywnego rozmieszczenia wszystkich ziaren w pastylce. Próbkki, które wykazują pewne cechy pozwalając na formowanie bez lepiszcza, można przygotować wprasowując materiał do badań w dedykowane do tego celu foremki. W tym przypadku nie uwzględniamy problemu rozcieńczenia badanego materiału.

W przypadku zastosowania lepiszcza musimy pamiętać o zjawisku rozcieńczenia próbki. Do najczęściej stosowanych lepiszczy należą: kwas borowy, воск, celuloza. Podczas formowania eksperymentalnie musimy dobrać siłę i czas jej oddziaływania na próbkę, aby uzyskać jak najmniej chropowate powierzchnie.

2.1.3. Wady próbek proszkowych i prasowanych

Do najczęściej spotykanych problemów analitycznych, jakie napotykałyśmy podczas analizy próbek proszkowych i prasowanych, zaliczamy różnice w budowie fazowej, co wiąże się z występowaniem tego samego pierwiastka w różnych strukturach. Cecha ta wpływa bezpośrednio na etap przygotowania próbki i wymaga optymalizacji takich parametrów jak: czas ucierania i sposób ucierania. Występo-

wanie pierwiastka w różnych minerałach, które różnią się strukturą, twardością, łamliwością, skutkuje niejednorodnym rozmieszczeniem tego pierwiastka w poszczególnych ziarnach po procesie mielenia. Skład fazowy badanej próbki podczas pomiarów techniką XRF powoduje ugięcia dyfrakcyjne promieniowania rentgenowskiego, co w konsekwencji skutkuje znacznym rozszerzeniem długości liniowych pików charakterystycznych dla mierzonego pierwiastka. Popularnie zjawisko to nazywane jest efektem matrycowym i znaczenie pogarsza precyzję pomiaru składu chemicznego techniką XRF.

2.1.4. Próbkki stapiane

Drugą wspomnianą wcześniej metodą przygotowania próbek do badania składu chemicznego techniką XRF jest metoda stapiania. Wykorzystywana jest przede wszystkim w celu zwiększenia precyzji analiz i zmniejszeniu efektów matrycowych w porównaniu do analiz próbek prasowanych. Podczas stapiania budowa fazowa analizowanych próbek ulega rozkładowi. Rozkład struktury badanego materiału następuje na skutek reakcji poszczególnych faz z zastosowanymi topnikami. Jako topniki stosuje się mieszaniny lub/i odczynniki szklotwórcze. Powstała z topnika i próbki w wysokich temperaturach faza ciekła po wylaniu na kokile i ostudzeniu, tworzy szklisty, przezroczysty szklany dysk, zwany przez analityków – perłą. Jednorodność i amorficzność perły zapewnia zastosowanie odpowiednio dobranego topnika oraz skuteczność i powtarzalność mieszania podczas procesu topienia. Podczas stapiania próbka traci swoje własności geologiczne i reologiczne, co pozwala na większą dowolność w doborze wzorców do kalibracji spektrometru.

2.1.4.1. Topniki

Do najczęściej stosowanych toników zaliczamy tetraboran litu oraz mieszaniny tetraboranu litu i metaboranu litu w różnych proporcjach masowych (55,6: 44,4; 35,3:64,7; 57:43) []. Dodatkowo jako topniki stosowane są mieszaniny:

- 85 % tetraboran litu, 15 % tlenek lantanu(III)
- 77 % tetraboran litu, 13 % węgiel litu, 10 % tlenek lantanu(III)
- 75,6 % tetraboran litu, 20,9 % tlenek lantanu(III), 3,5 % tlenek boru(III)
- 66,7 % tetraboran litu, 33,3 % azotan(V) litu

Technika stapiania nie jest jednak pozbawiona wad. Do istotnych ograniczeń zaliczamy 7-krotne i 10-krotne rozcieńczenie badanej próbki tonikiem oraz utratę pierwiastków lotnych. Czynniki te uniemożliwiają pomiar pierwiastków śladowych oraz lotnych w stopionej próbce.

2.1.4.2. Urządzenia stapiające

Próbki możemy stapiać ręcznie w piecach bądź w sposób zautomatyzowany w stapiarkach gazowych lub elektrycznych. Każda z tych metod ma wady i zalety. Poniżej krótko opisano każdy ze sposobów topienia.

2.1.4.2.1. Stapianie ręczne

Stapianie ręczne polega na umieszczeniu w piecu elektrycznym, sylitowym lub muflowym, nagrzanym do odpowiedniej temperatury, tygły platyna – złoto, nakrytych pokrywkami, zawierającymi topnik i próbkę. W przypadku stapiania ręcznego w piecach konieczne jest powtarzalne i bardzo dokładnie mieszanie podczas topienia, aby możliwe było uzyskanie powtarzalnych pereł. Czynność mieszania odbywa się ręcznie w trakcie topienia przy otwartym piecu pracującym w temp. około 1000 °C, co jest bardzo uciążliwe dla operatora []. Do zalet tego sposobu stapiania zaliczamy elastyczny zakres temperatury, możliwość spiekania wstępnej próbki z topikiem oraz dowolnie długi, w dowolnej temperaturze czas przetrzymania.

2.1.4.2.2. Stاپianie w stapiarce gazowej

W stapiarkach gazowych tygle z topnikami i próbkami umieszczane są nad palnikami gazowymi, które wykorzystując mieszaniny propanu/butanu, powietrza i tlenu, gwarantują uzyskiwanie temperatur, umożliwiających przygotowanie próbek wszystkich materiałów mineralnych. Elektroniczna regulacja przepływów gazów (zatem i temperatury) oraz czasów poszczególnych etapów cyklu stapiania pozwala na bezobsługowe stopienie materiału do badań. Podczas stapiania próbka mieszana jest w sposób ciągły, a chłodzenie kokilek po odlaniu stopionego materiału zapewnia otrzymanie stabilnych i jednorodnych pereł. Do problemów, jakie możemy zaobserwować w stapiarkach gazowych zaliczamy: różnice temperatury w samym płomieniu, brak możliwości płynnej regulacji temperatury, konieczność zmiany ustawień palników po wymianie butli z mieszaniną gazów propan/butan.

2.1.4.2.3. Stاپianie w stapiarce elektrycznej

Stapiarki elektryczne dzielimy na stapiarki indukcyjne i elektryczne komorowe. W stapiarkach indukcyjnych tygiel zawierając topnik i próbkę umieszczony jest w cewce indukcyjnej wysokiej częstotliwości, gdzie bardzo szybko osiąga temperaturę pracy. Podczas stapiania próbka mieszana jest w sposób ciągły, co ujednorodnia powstałą fazę ciekłą i usuwa z niej pęcherzyki gazu. Po odlaniu materiału do kokilki następuje jej chłodzenie sprężonym powietrzem. Do istotnych ograniczeń tego typu stapiarek zaliczamy: bardzo szybki wzrost temperatury, brak opcji wstępnego spiekania, brak możliwości długiego przetrzymania materiału w danej temperaturze w celu np. utlenienia.

Stapiarki elektryczne komorowe w stosunku do indukcyjnych osiągają niższą temperaturę stapiania, jednak pozwalają na sterowanie szybkością przyrostu temperatury i czasu przetrzymania w celu wstępnego utlenienia. Stabilność temperatury pracy tych urządzeń, np. w temp. $1000 \pm 1^\circ\text{C}$ [], jednorodna temperatura całego tygla, sposób mieszania w trakcie pracy, gwarantujący dobre wymieszanie topnika i próbki oraz rozsądna cena zakupu, skutkują dużą popularnością i szerokim zastosowaniem tej techniki w laboratoriach badawczych.

3. Podsumowanie

Przygotowanie prób niemetalicznych do analizy składu chemicznego techniką fluorescencji rentgenowskiej to szereg czynności, mogących wpływać negatywnie na końcowe wyniki badań. Staranności w doborze sposobu rozdrabniania i ucierania oraz poprawne wytypowanie sposobu preparatyki próbki, stاپianie czy prasowanie, zagwarantują uzyskanie powtarzalnych i odtwarzanych wyników badań. Zaznaczyć należy, że błędy popełnione na etapie przygotowania prób nie będą mogły zostać skorygowane na dalszych etapach procedury pomiarowej.

LITERATURA:

- [1] Kruszkarki, Retach Oddział w Polsce, Verder-Polska Sp. z o.o., 40-036 Katowice, ul. Ligonja 8/1
- [2] Młyny moździerzowe, Retach Oddział w Polsce
- [3] Młyny dyskowe, Retach Oddział w Polsce
- [4] Młyny kulowe, Retach Oddział w Polsce
- [5] Młyny kulowo-planetaryjne, Retach Oddział w Polsce
- [6] Sprawozdanie nr 3525/100292/BL/2006 „Aktualizacja metod badawczych oznaczania materiałów ogniotrwałych techniką XRF.
- [7] Sprawozdanie ICiMB nr 3527/100314/BL/2006 „Stworzenie bazy surowców ceramicznych do analizy jakościowej techniką fluorescencji rentgenowskiej”
- [8] MSSPEKTRUM, 04-002 Warszawa, ul. Lubomira 4
- [9] The use of certified reference materials in the X-Ray fluorescence technique. Stec, K. Materiały konferencyjne - 4th International Proficiency Testing Conference Brasov, 18-20.09.2013, ISSN 2066737X, s. 168-175
- [10] Analiza składu chemicznego węgla krzemu – spójność uzyskiwanych wyników w zależności od stosowanej metodyki pomiarowej. Stec, K. Materiały Ceramiczne/Ceramic Materials, 2011, T. 63, nr 3, s. 660-662
- [11] PANalytical Polska
- [12] Norma EN ISO 12677:2011
- [14] Analiza chemiczna materiałów korundowych z zastosowaniem techniki XRF i ICP OES, K.Stec ISSN 1899-3230 Prace ICiMB
- [14] Katanax K1, K2



Katarzyna Stec

Specjalistka ds. fluorescencji rentgenowskiej i analityki chemicznej. Jest absolwentką Politechniki Śląskiej. Praca doktorska na Akademii Górniczo-Hutniczej dotyczyła analityki chemicznej złóż dolomitowych. Tematyka przygotowania prób do pomiarów instrumentalnych i analiz klasycznych, pomiary składu chemicznego technikami instrumentalnymi takimi jak XRF, ICP to tematy z obszaru jej zainteresowań. Dodatkowo specjalizuje się w problematyce materiałów ogniotrwałych. Procesy degradacji materiałów ogniotrwałych podczas eksploatacji, poprawny dobór ceramiki ogniotrwałej i prowadzenie nadzorów nad montażem to tematy w których może wykazać się dużym doświadczeniem. Jest autorką szeregu publikacji z zakresu analizy chemicznej materiałów ogniotrwałych