

Control de Calidad por análisis de rayos X

Ángel Sanz
 BRUKER ESPAÑOLA, S.A.; Madrid (España)
 Stefan Uhlig
 BRUKER AXS GmbH; Karlsruhe (Alemania)

INTRODUCCIÓN

El análisis por rayos X es un método completamente aceptado para el control de proceso y calidad en la industria cerámica. La Difracción de Rayos X (DRX) distingue las fases presentes y su estructura y la Fluorescencia de Rayos X (FRX) la composición elemental. Las ventajas de los modernos sistemas analíticos de rayos X son numerosas: mínima preparación de muestras, tiempos cortos de medida, flexibilidad analítica, alta reproducibilidad y completa integración en los procesos automatizados.

Los actuales espectrómetros de rayos X determinan casi todos los elementos de la tabla periódica, desde el Berilio al Uranio, en muestras sólidas, líquidas y pulverulentas. Dependiendo de la apli-

cación, se pueden obtener resultados desde niveles de las subppms hasta el 100%. La medida se realiza en segundos para cada elemento y el análisis puede ser completamente automatizado. Los difractómetros de rayos X cubren todo el rango de análisis cualitativo y cuantitativo en minerales y desde la determinación de tamaño de cristal hasta el refinamiento de la estructura. En la automatización del laboratorio los sistemas de rayos x aceptan la entrada de muestras por medio de cintas transportadoras o robots.

En general, en los análisis por rayos X, todas la muestras voluminosas deben ser molidas. El tamaño de grano aconsejable debe ser menor de 50 micras. Cuanto más pequeño y semejante sea el tamaño de grano más homogénea será la muestra. Presiones de 10 a 20 toneladas con tiempos de presión de aproximadamente 10 segundos son suficientes para la preparación en portamuestras de aluminio, anillos de acero o directamente con o sin agentes ligantes. En los casos donde se prevén efectos provocados por muestras heterogéneas o por el tamaño de grano se utilizan perlas para aumentar la precisión del análisis por FRX, principalmente en el control de calidad del producto acabado. Las muestras líquidas o pulverulentas son analizadas directamente en cápsulas.

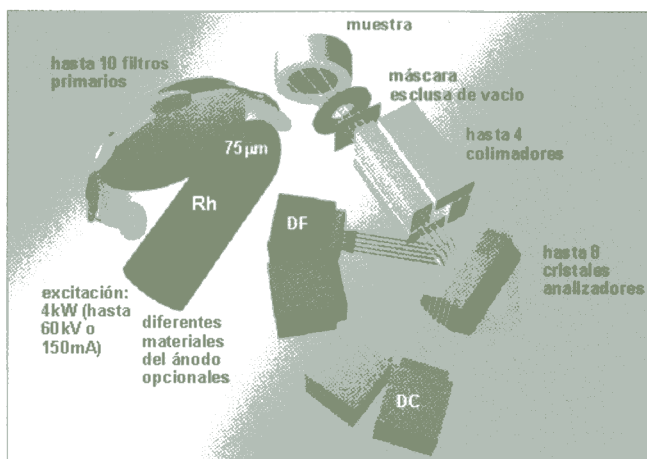


Figura 1: concepto de WD-FRX por dispersión de longitudes de onda.

Instrumentación FRX más pequeña y fácil de usar

Para el control de proceso en línea o próximo los sistemas deben diseñarse con requerimientos mínimos de espacio, instalación sencilla, bajo mantenimiento y fácil operación. Estos equipos, basados principalmente en la dispersión de energías (ED-FRX), no compiten con las características de los equipos grandes basados en la dispersión de longitudes de onda (WD-FRX), los cuales necesitan de un laboratorio e infraestructura adecuada.

La espectrometría basada en WD-FRX se caracteriza y diferencia de la ED-FRX en la manera que resuelve las líneas de la radiación característica de los elementos. En ED-FRX la resolución se realiza directamente en el detector, gracias a las innovaciones en electrónica y en los algoritmos numéricos. La alta resolución de la WD-FRX se debe a la aplicación de las propiedades ópticas de la radiación o longitud de onda características de los elementos. Las longitudes de ondas son colimadas y después dispersadas en un cristal analizador en los ángulos definidos y registrados por un goniómetro altamente preciso (Figura 1). Debido al fenómeno de la dispersión de longitudes de onda el detector puede dedicarse exclusivamente a cada línea.

En ED-FRX, el detector tiene que registrar la intensidad total resultado de las señales características de todos los elementos presentes. Por lo tanto, la WD-FRX puede ofrecer la más alta resolución y una mayor precisión debido a su configuración. En la última década los esfuerzos se han dirigido a desarrollar un sistema más compacto de WD-FRX y mejorar la capacidad analítica de los equipos basados en ED-FRX.

El desarrollo de un sistema de dispersión por longitudes de onda, que combina las altas características analíticas y la flexibilidad de este tipo de equipos con las ventajas de economía de espacio y eficiencia de un ED-FRX, ha dado como resultado un espectróme-

tro WD-FRX (Figura 2) con un volumen de menos de 1 m³, ofreciendo una completa solución analítica (rango elemental para sólidos y polvo desde el Be al U, Na a U en muestras líquidas, precisión mejor 0.1% Rel. para mayoritarios). La instalación y costes operativos de tal equipo se han minimizado para que su funcionamiento no requiera aire comprimido, agua de refrigeración o gas para el detector.

Un esfuerzo más ha sido mejorar la capacidad analítica y desarrollo de un sistema ED-FRX. La finalidad de conseguir un sistema con un manejo de muestras y funcionamiento más fácil, a través de una interfase de pantalla táctil, y más conveniente, basado en un instrumento para todo con nuevos métodos de evaluación para muestras de rutina y materiales desconocidos. La pantalla táctil representa la funcionalidad sin el uso de teclado y ratón para el personal sin experiencia en PCs, dando resultados desde el primer día. El diseño compacto de este tipo de instrumentos con ordenador e impresora integrados, pantalla táctil y vacío asegura el mínimo requerimiento de espacio y rápida instalación y colocación (Figura 3).



Figura 2: espectrómetro compacto de WD-FRX (S4 EXPLORER).



Figura 3: espectrómetro de mesa de ED-FRX con pantalla táctil (S2 RANGER).

particular énfasis en la velocidad, estabilidad y convergencia, eliminando las deficiencias de las tradicionales rutinas de evaluación en DRX. Esto no solo permite el análisis de muestras extremadamente complejas, desde el punto de vista de mezclas, en tiempos muy cortos sino también un análisis de fases completamente automatizado en control de calidad y de proceso. Si a esto añadimos la más moderna tecnología de detectores PSD (Detector Sensible a la Posición) a los nuevos difractómetros los tiempos de medida y evaluación se reducen a minutos. En definitiva, el análisis cuantitativo completamente automatizado es posible sin la intervención del usuario y puede ser utilizado en control de proceso y calidad por primera vez.

Automatización de Laboratorio

Los modernos sistemas de rayos X facilitan la labor de manejo de muestras que el usuario necesita analizar de un modo inmediato o con una programación anticipada gracias al concepto modular de los cambiadores automáticos que facilitan el acceso a los procesos automatizados. Este concepto es obviamente una ventaja para la industria donde el usuario dispone de muestras específicas del proceso que necesita controlar. Las medidas programadas pueden ser interrumpidas fácilmente para un chequeo inmediato de una muestra prioritaria extraída para el control del proceso. En los laboratorios automatizados los espectrómetros están equipados con un soporte para muestras prensadas en anillos de acero provenientes de cintas transportadoras o robots (Figura 6).

Los modernos programas analíticos están diseñados para una perfecta integración en los sistemas LIMS o en los programas específicos del usuario (programas para control de procesos y calidad y red local). Los resultados analíticos y gráficos pueden integrarse dentro de las últimas versiones de Windows™ para informes y documen-

tación. La comunicación de datos interna del software de control se basa en el protocolo TCP/IP por lo que la información está disponible en cualquier ordenador dentro de la planta o perteneciente a la red interna. También es posible la comunicación vía modem o Internet para la asistencia on-line o el diagnóstico remoto. Una aplicación práctica puede ser el control, por medio de la central del grupo, de la calibración y recalibración de todos los laboratorios en cualquier parte del mundo.

CONCLUSIÓN

Mínimo esfuerzo en la preparación de muestras, tiempos de medida cortos, flexibilidad analítica, resolución y precisión e integración completa en los sis-

temas automatizados son las claras ventajas de los modernos sistemas de análisis por rayos X para el análisis en el control de calidad y proceso. Los programas de Fluorescencia de Rayos X a la vez que fáciles de usar incluyen rutinas especializadas precalibradas y universales. La novedad más importante en la aplicación del análisis cuantitativo por Difracción de Rayos X es el último desarrollo del software especializado sin estándares por el método de Rietveld, permitiendo un análisis de fases completamente automatizado, incluso de muestras extremadamente complejas, en el tiempo más corto posible sin interacción del usuario. Los compactos sistemas de rayos X se ajustan tanto a las necesidades extremas de espacio para su instalación, como a las analíticas para el control de procesos y calidad.



Figura 6: automatización de laboratorio con sistemas analíticos de rayos X.

“La novedad más importante en la aplicación del análisis cuantitativo por Difracción de Rayos X es el último desarrollo del software especializado sin estándares por el método de Rietveld”