

ASFALTİT VE ASFALTİT KÜLLERİNDE MOLİBDEN, NİKEL, VANADYUM VE TİTAN ELEMENTLERİNİN X IŞINLARI FLORESANS SPEKTROSKOPİSİ İLE TAYİNLERİ

Taner SALTOĞLU, Tanıl AKYÜZ ve Ercan ALPARSLAN

Maden Tetkik ve Arama Enstitüsü, Ankara

ÖZET. — Güneydoğu Anadolu asfaltitleri ve küllerinde Mo, Ni, V ve Ti elementlerinin nitel tayinleri X ışınları floresans spektroskopisi ile yapılmıştır. Analizlerde sonuçlara önemli miktarda etki eden matris sorunu Mo, Ni, V ve Ti elementleri için sırasıyla Nb, Co, Ce ve La iç standartları kullanılarak önemli ölçüde giderilmiştir.

1. GİRİŞ VE METOT İLE İLGİLİ TEMEL KAVRAMLAR

Güneydoğu Anadolu asfaltitlerinin değerlendirilmesi amacı için M.T.A. Enstitüsünde yapılan, piroliz yöntemiyle sentetik gaz, sıvı ve katı yakıt eldesi çalışmalarına ek olarak asfaltit ve küllerinin içerdikleri Mo, V, Ni ve Ti gibi değerli elementlerin de kazanılabilme olasılığı araştırılmaktadır (1). Bu elementlerin nicel analiz tayinleri, az miktarlarda numunelerin kullanılması, sonuçların seri olarak kısa bir sürede elde edilebilmeleri bakımından XRF (X ışınları floresans) spektroskopisi ile yapılmıştır.

Bu çalışmalarda göz önüne alınan matris düzeltmeleri ve iç standart elementlerinin seçimi Kaynak 2 de verilmiştir.

2. UYGULAMALAR

XRF analizleri için M.T.A. Enstitüsü laboratuvarlarında bulunan GE-SPG-5 vakum spektrometresi ile içinden % 10 metan, % 90 argon gazı karışımı geçen GE-SPG-9 gazlı sayacı kullanılmıştır.

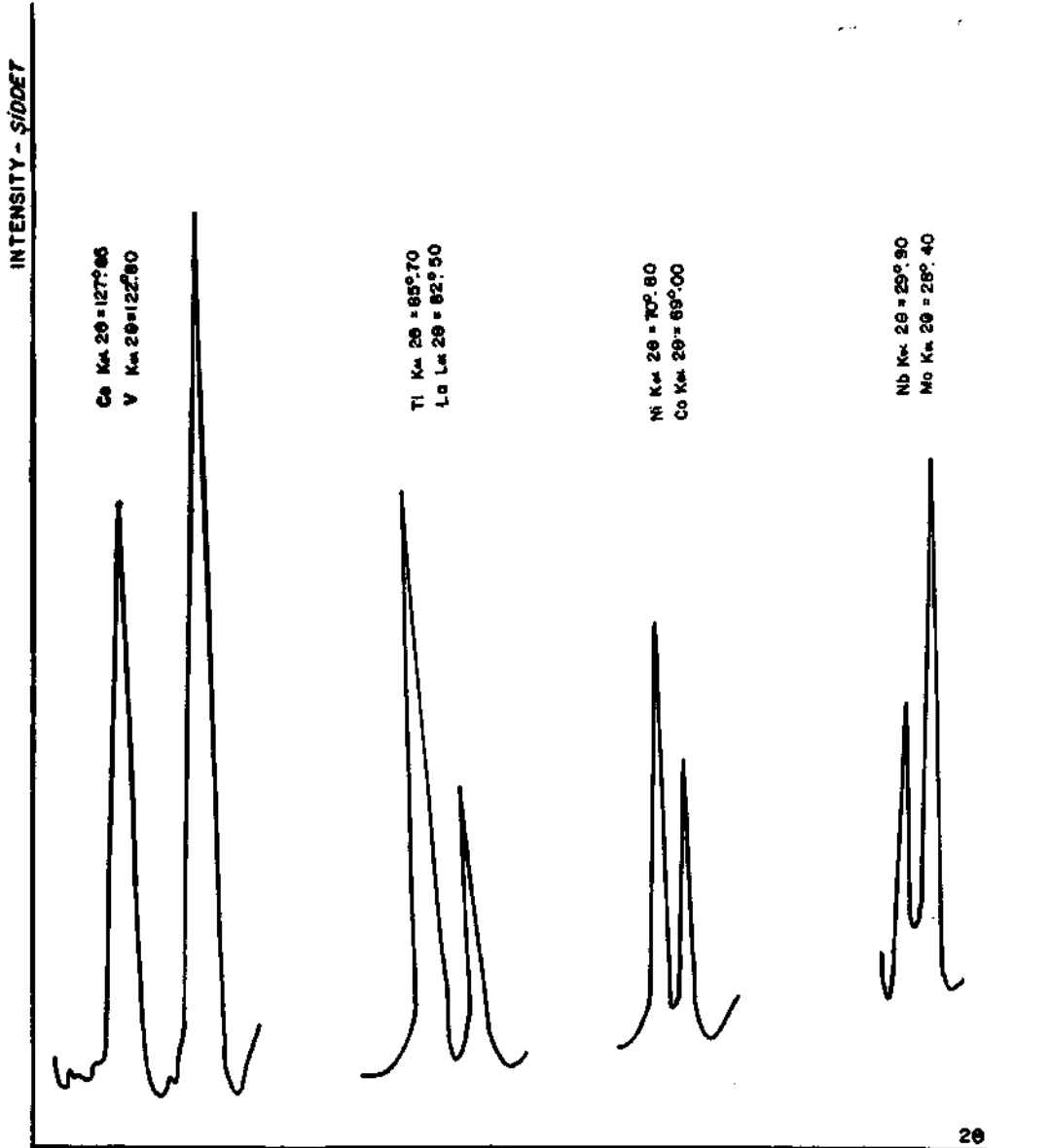
2.1. Asfaltit ve küllerinde Mo, Ni, V ve Ti tayinleri

Çalışmamızda dalga boylarının uygun oluşları nedeniyle Mo, Ni, V ve Ti elementleri için sırasıyla Nb, Co, Ce ve La elementleri iç standart olarak seçilmiştir (3) (Şek. 1). Diğer yandan optik spektrografik incelemeler sonucunda yukarıdaki iç standart elementlerinin numunelerde bulunmadıkları görülmüştür.

Çizelge 1 de tayinleri yapılacak elementler ile iç standartlarının ölçüm çizgileri gösterilmiş ve bu ölçüm çizgileri aralarında veya yakınlarında karakteristik X ışınları verebilecek elementler tarandığında metodu etkileyebilecek mertebede olanlara rastlanmamıştır (4).

Çizelge 1

Tayin edilen element		Kullanılan iç standart	
V	Pik 20κ = 122°.80	Ce	Pik 20κ = 127°.85
	B.G. 20 = 124°.56		B.G. 20 = 132°.00
Ni	Pik 20κ = 70°.80	Co	Pik 20κ = 69°.00
	B.G. 20 = 73°.00		B.G. 20 = 67°.80
Mo	Pik 20κ = 28°.40	Nb	Pik 20κ = 29°.90
	B.G. 20 = 27°.40		B.G. 20 = 30°.90
Ti	Pik 20κ = 85°.70	La	Pik 20ι = 82°.50
	B.G. 20 = 89°.00		B.G. 20 = 81°.00



2.2 Standart numune tabletlerinin hazırlanışları

a. Mo, Ni, V standartları. — 250 mg $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ + 250 mg SiO_2 + 500 mg selüloz karışımlarına değişen konsantrasyonlarda çözelti halindeki Mo, Ni, V standartları ile gene çözelti halindeki Nb, Co, Ce iç standartları ilâve edilir. Bu karışım 80°C de bir gece kurutulularak homojen şekilde öğütülüp, 25 tonluk pres yardımıyla ölçülebilecek tabletler haline getirilir.

k Ti standartları. — Mo, Ni, V standartlarındaki hazırlama yolu aynen Ti için de uygulanır. İç standart olarak çözelti halindeki La ilâve edilir.

c. Numunelerin hazırlanışı. — 250 mg $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ -f- 250 mg numune + 500 mg selüloz karışımlarına iç standartlar damlatılarak yukarıda anlatılan işlemler tekrarlanır.

2.3 Ölçüm şartları

	<i>Mo</i>	<i>Ni</i>	<i>V</i>	<i>Ti</i>
Kristal (A°)	LİF (2.8)	LİF (2.8)	LİF (2.8)	LİF (4.0)
Antikatot	W	W	Cr	W
Tüpün akım şiddeti (mA)	40	40	40	40
Tüp gerilimi (kV)	50	50	50	50
Aralık (inç)	0.005	0.005	0.005	0.005
Basınç	Vakum	Vakum	Vakum	Vakum
Sayaç gerilimi (V)	1250	1330	1370	1300
Diskriminasyon sınırı (V)	20-60	30-50	30-60	10-40
Sayma zamanı (saniye)	20	20	20	20

3. ÖLÇÜMLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

ölçüm sonuçları aşağıdaki bağıntıya göre değerlendirilmiş (2) ve her element için ayrı ayrı çalışma eğrileri çizilmiştir (Şek 2):

$$I-I_0 / I_s-I_{s0} = KC$$

I: örneğin ölçülen dalga boyunda verdiği ikincil X ışını şiddeti

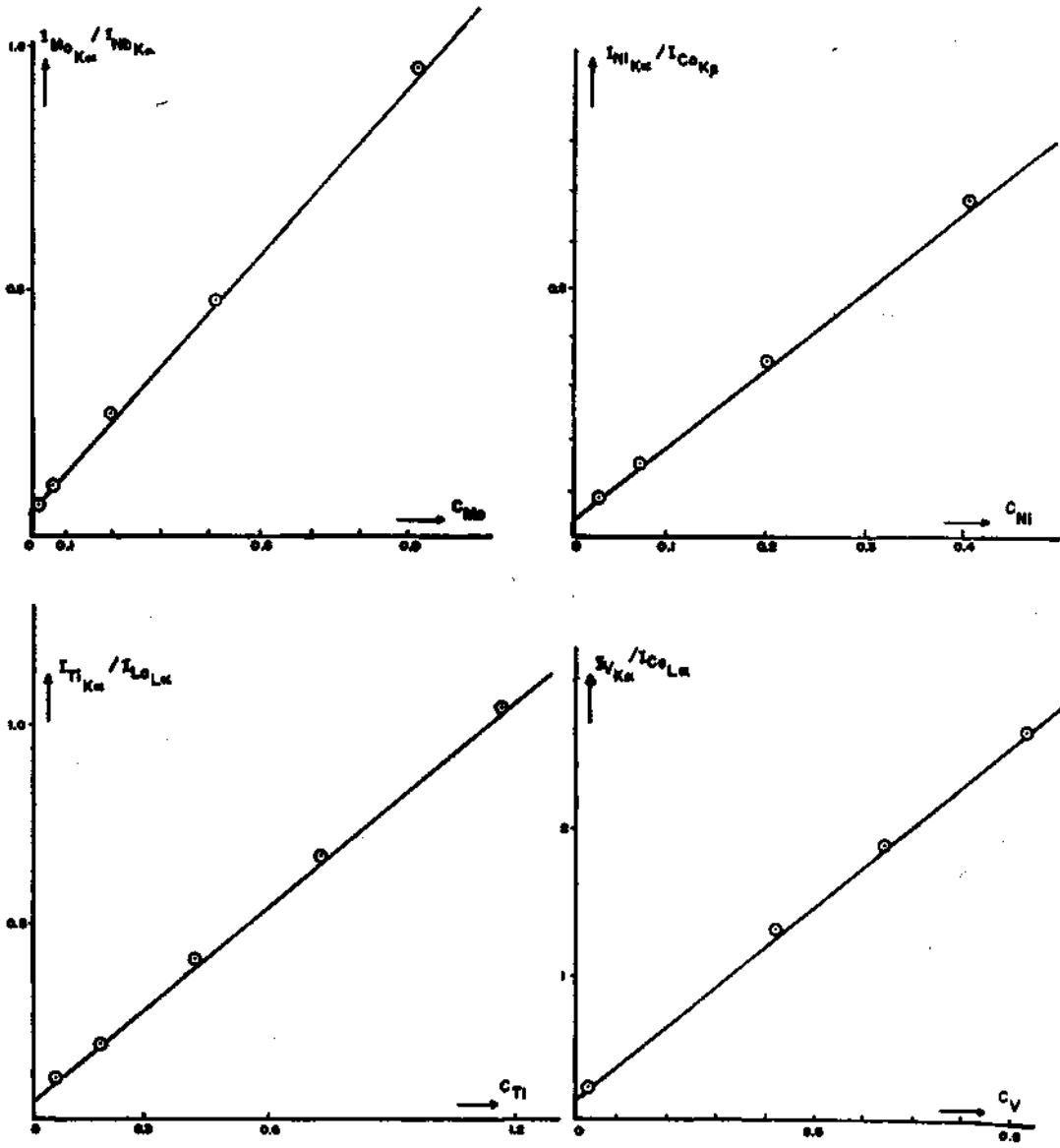
I₀: ölçülen dalga boyu civarındaki tabii fon

I_s: İç standartın ölçülen dalga boyunda verdiği ikincil X ışını şiddeti

I_{s0}: İç standart m-tabii fonu

K: Değişmez (sabit)

C: Analizi yapılacak elementin örnekteki konsantrasyonu



Şek- 2

Bir piroliz deneyinde kullanılan asfaltitin, asfaltit külünün, elde edilen karbonsal artığın ve külünün içerdikleri Mo, Ni, V ve Ti elementlerinin yukarıdaki metot ile tayin edilen miktarları Çizelge 2 de gösterilmiştir.

Çizelge 2

(% olarak)

<i>Element</i>	<i>Asfaltit</i>	<i>Asfaltit külü</i>	<i>Piroliz koku</i>	<i>Piroliz koku külü</i>
Mo	0.13	0.29	0.18	0.31
Ni	0.15	0.33	0.18	0.35
V	0.15	0.35	0.18	0.35
Ti	0.14	0.33	0.13	0.33

Mutlak hata ± 0.01 dir.

Bu çalışmanın yapılmasında bizlere yardımcı olan M.T.A. Enstitüsü Laboratuvarlar Daire Başkanı Sayın Dr. Nilüfer Oğan'a teşekkür ederiz.

Yayına venildiği tarih, 10 kasım 1977

KAYNAKLAR

- 1 — ALPARSLAN, E. ; SALTOĞLU, T. & AKYÜZ, T. (1976): Güneydoğu Anadolu Bölgesi asfaltitlerinden piroliz yöntemiyle sentetik gaz, sıvı ve kati yakıt eldesi olanaklarının araştırılması. *T.B.T.A.K. VI. Bilim Kongresi.*
- 2 — ; & (1976): X ışınları flüoresans spektrometresinde iç standart kullanılarak yapılan Ba, Sr ve Fe nicel analizleri. *Spektroskopi Derg.*, c. II, s.1.
- 3 — SALTOĞLU, T. (1968): Diplomarbeit, *Technische Hochschule Hannover.*
- 4 — (1969): X-Ray Wavelengths for Spectrometer General Electric.