



Herausforderung

Quantifizierung von Ca, Fe, Mg, Na, K, Al und Ti in Mullit und Faserzement

Lösung

Eine einfache und robuste Analyse der Elemente mittels Flammen-AAS novAA 800 F

Zielpublikum

Industrielle Routinelabore, die Baustoffe in der Prozess- und Qualitätskontrolle analysieren

Quantifizierung von Hauptbestandteilen in Baustoffen mittels Flammen-AAS

Einleitung

Baumaterialien spielen in der Industrie eine wichtige Rolle. Ihre Zusammensetzung hat einen großen Einfluss auf die Materialeigenschaften und Anwendungsbereiche sowie ihr Einfluss auf das Ökosystem und ihre Wiederverwertbarkeit. Die genaue Überwachung der elementaren Zusammensetzung von Baustoffen, wie Zement, ist für die Gewährleistung der gewünschten Qualität von entscheidender Bedeutung und wird daher in den Laboren der industriellen Qualitätskontrolle routinemäßig gemessen. Die folgende Applikationsschrift beschreibt eine Methode zur Bestimmung der Zusammensetzung von Mullit und Faserzement, die in einem nasschemischen Prozesslabor eines Baustoffherstellers vor Ort durchgeführt werden kann. Das novAA 800 F ist ein robustes Atomabsorptionsspektrometer, das mit Zubehör ausgestattet ist, das die Routineanalytik vereinfacht. Der Probengeber AS-FD mit integrierter Verdünnungsfunktion macht die zeitaufwändige nasschemische Probenvorbereitung nahezu überflüssig

und ermöglicht so einen hohen Probendurchsatz auch bei Proben mit hoher Matrixlast. Das Schaltventil Segmented Flow Star (SFS 6.0) ermöglicht bei Bedarf eine segmentierte Probenzufuhr und sorgt für eine kontinuierliche Spülung, wenn keine Proben injiziert werden. Dadurch werden Verschleppungseffekte schnell beseitigt, was zu einem reibungslosen Betrieb der Messung beiträgt und somit zuverlässige Analyseergebnisse gewährleistet. Ein automatischer Brennerkopfreiniger, der sogenannte Scraper, garantiert stabile Messbedingungen bei Verwendung der C_2H_2/N_2O -Flamme. Durch den Einsatz des Scrapers werden die unvermeidbaren Kohlenstoffablagerungen am Brennerschlitz automatisch entfernt. Die Lachgasflamme wird notwendig, wenn eine Quantifizierung von schwer atomisierbaren Elementen und von Analyten, die durch die Probenmatrix interferiert werden, durchgeführt werden soll.

Material und Methoden

Proben und Reagenzien

- Mullit
- Faserzement

Probenvorbereitung

Ca. 1 g der Mullitprobe und 0,5 g des Faserzements wurden getrocknet, gewogen und mit dem Mikrowellenaufschluss-System TOPwave (Gefäßtyp PM60) mit einer Mischung aus HF, HCl und HNO₃ aufgeschlossen. Eine anschließende Komplexierung mit H₃BO₃ wurde durchgeführt, um Analytverluste aufgrund der Bildung von unlöslichen Verbindungen von Ca und Al mit HF zu vermeiden. Für die Bestimmung von Ti wurde dieser Schritt ausgelassen. Es zeigte sich, dass Ti in Gegenwart von HF stabiler in Lösung bleibt als in einer mit H₃BO₃ behandelten Flüssigkeit. Die fertigen Lösungen wurden in graduierte Gefäße (Kunststoffgefäße für HF-haltige Lösungen) überführt und mit entionisiertem Wasser auf ein Volumen von 50 mL aufgefüllt.

Jede Probe wurde in Duplikaten angesetzt, und für jede Gehaltsangabe wurde der Mittelwert der beiden Messwerte gebildet. Vor der Messung wurden die Probenlösungen entsprechend des Kalibrierbereiches manuell verdünnt. Wenn die gemessene Konzentration immer noch den höchsten Kalibrierstandard überschritt, wurde diese Lösung automatisch durch den Probengeber AS-FD weiter verdünnt. Als Verdünnungsmittel wurde eine Lösung aus 1,5 % HNO₃ und 0,1% CsCl/LaCl₃ eingesetzt. Eine Ausnahme stellt die Messung von Ti da. Dieser Analyt wurde mit einer Lösung, die 10% HCl und 0,1% CsCl/LaCl₃ enthielt, verdünnt. Um den Einfluss der Matrix auf das Analyseergebnis abzuschätzen, wurde die Probelösung mit einer bekannten Analytkonzentration (QC-Spike) versetzt und die entsprechenden Wiederfindungsraten ermittelt.

Kalibrierung

Es wurde das Standardverfahren zur Kalibrierung eingesetzt, die Lösungen wurden mit 0,1 % CsCl/LaCl₃ und 1,5 % HNO₃ bzw. 10 % HCl für Ti angesetzt. Die eingesetzten Konzentrationen und die typischen Kalibrierfunktionen sind im Folgenden dargestellt.

Tabelle 1: Konzentrationen der Kalibrierstandards

Standard	Konzentration [mg/l]								
	Ca ¹	Ca ²	Fe ¹	Fe ²	Mg	Na	K	Al	Ti
Kal. 0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Kal. Std. 1	1	0,05	1	0,2	0,02	0,02	0,2	5	10
Kal. Std. 2	2	0,1	2	0,5	0,05	0,05	0,4	10	20
Kal. Std. 3	4	0,2	3	1,0	0,1	0,1	0,8	15	40
Kal. Std. 4	6	0,5	4	1,5	0,15	0,2	1,2	20	80
Kal. Std. 5	-	1,0	-	2,0	0,2	-	-	25	-

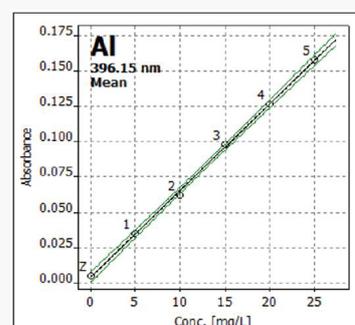
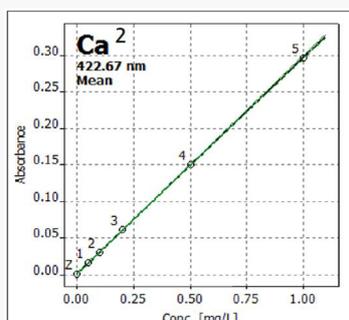
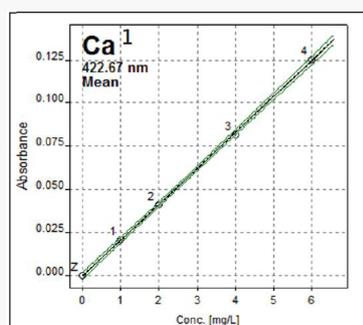
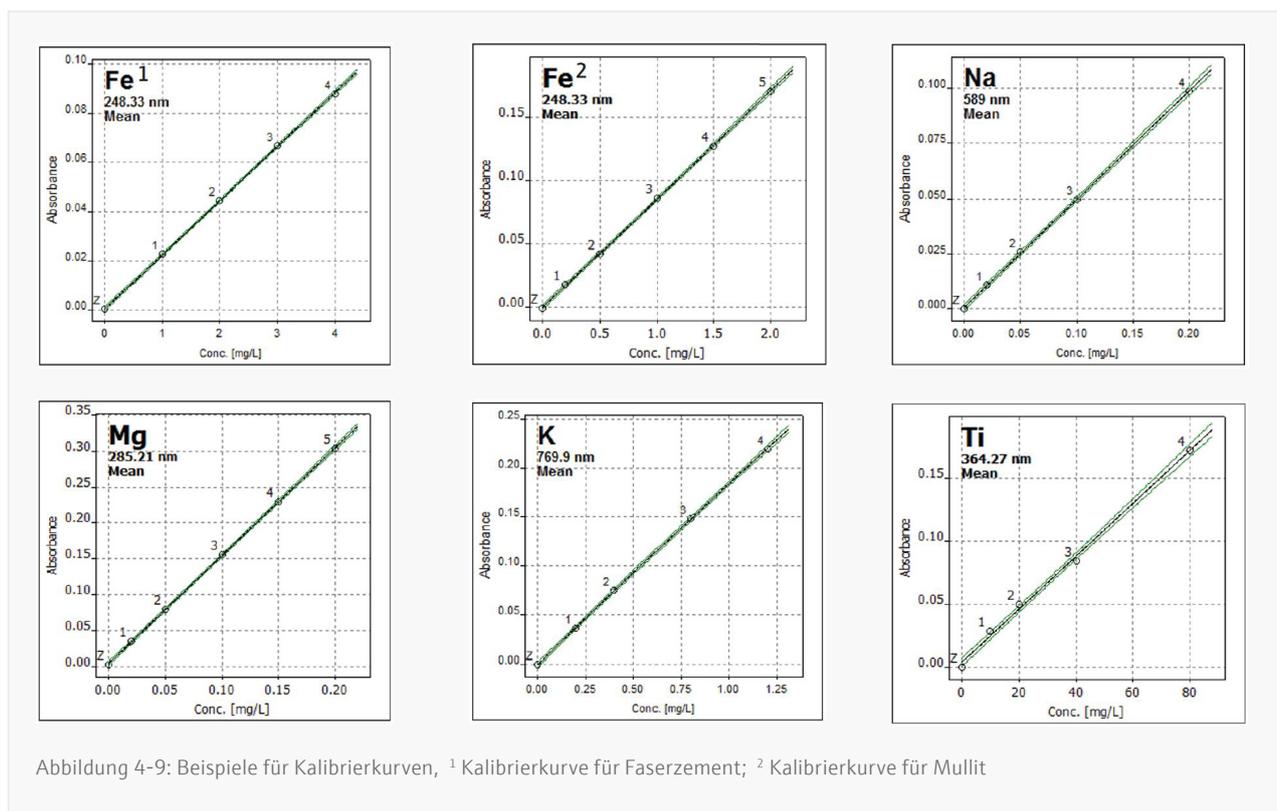


Abbildung 1-3: Beispiele für Kalibrierkurven, ¹ Kalibrierkurve für Faserzement; ² Kalibrierkurve für Mullit



Geräteparameter

Die gezeigten Messungen wurden mit dem Flammen-AAS novAA 800 F durchgeführt. Das System war mit einem 50-mm-Brennerkopf, dem Injektionsschalter SFS 6.0, dem automatischen Brennerkopfreiniger Scraper und dem Probengeber AS-FD mit automatischer Verdünnungsfunktion ausgestattet.

Tabelle 2: Geräteeinstellungen und Methodenparameter

Element	Wellenlänge [nm]	Spalt [nm]	Lampenstrom [mA]	Brennerhöhe [mm]	Flammentyp	Brenngasfluss [l/h]
Ca	422,7	1,2	3,0	6	C ₂ H ₂ /N ₂ O ¹	195
Fe	248,3	0,5	6,0	5	C ₂ H ₂ /N ₂ O ² C ₂ H ₂ /air	190 60
Mg	285,2	1,2	1,5	6	C ₂ H ₂ /air	50
Na	589,0	0,8	3,0	5	C ₂ H ₂ /air	50
K	769,9	1,2	4,0	8	C ₂ H ₂ /air	60
Al	396,2	1,2	5,0	6	C ₂ H ₂ /N ₂ O ¹	220
Ti	364,3	0,5	7,0	7	C ₂ H ₂ /N ₂ O ¹	250

1 Schweratomisierbare Elemente erfordern höhere Atomisierungstemperaturen, die C₂H₂/N₂O-Flamme verbessert deren Messempfindlichkeit

2 Fe-Bestimmung: Mit der C₂H₂/N₂O-Flamme wurden bessere Wiederfindungsraten für Faserzement erzielt (weniger Interferenzen)

Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 3 zeigt die Messergebnisse für die untersuchten Proben und die Wiederfindungsraten der Aufstockung.

Tabelle 3: Messergebnisse und Wiederfindungsraten

Probe	Element	VF	Konzentration \pm SD [g/kg]	RSD [%]	WfR Aufstockung [%]
Faserzement	Ca	1000	382 \pm 9,24	0,9	101
	Fe	50	19,2 \pm 0,31	0,7	108
	Mg	1000	13,1 \pm 0,17	1,0	105
	Na	50	0,87 \pm 0,02	0,9	102
	Al	25	21,8 \pm 0,57	0,8	107
	K	50	1,89 \pm 0,07	0,9	98,9
Mullit	Ca	100	2,85 \pm 0,02	1,0	104
	Fe	50	6,66 \pm 0,12	0,5	94,0
	Mg	20	0,17 \pm 0,01	0,3	98,2
	Al	200	106 \pm 5,19	1,6	98,8
	Ti	5	6,09 \pm 0,40	0,8	108

VF: Verdünnungsfaktor; bei Überschreitung des Kalibrierungsbereichs wurde eine weitere Verdünnung durch den Autosampler durchgeführt
WfR: Wiederfindungsrate

Zusammenfassung

Das novAA 800 F bietet eine robuste und einfache Lösung für die Messung verschiedener Elemente in Baustoffen in der Prozess- und Qualitätskontrolle. Es eignet sich für die Routineanalytik in industriellen QC-Laboren mit moderatem Probenaufkommen. Die beobachteten Standardabweichungen und Wiederfindungsraten für Mullit- und Faserzementproben belegen die Zuverlässigkeit und Präzision der angewandten Methode.

Bei hohem Probenaufkommen erhöht ein Probengeber den Probendurchsatz. Darüber hinaus ermöglichen sowohl der Probengeber AS-FD mit integrierter Verdünnungsfunktion als auch der Segmented Flow Star, SFS 6.0, eine einfache Handhabung von Proben mit hoher Matrixbelastung.



Abbildung 10: novAA 800 F

Empfohlene Gerätekonfiguration

Tabelle 4: Übersicht benötigter Geräte, Zubehöre und Verbrauchsmaterialien

Artikel	Artikelnummer	Beschreibung
AAS - novAA 800F	812-08000-2	AA Spektrometer
50-mm-Brennerkopf	810-60057-0	Für die Luft/Acetylen- und Lachgas/Acetylen-Flamme
Scraper	810-60127-0	Zur automatischen Brennerreinigung der Lachgas/Acetylen-Flamme
Segmented Flow Star SFS 6.0	810-60129-0	Injektionsschalter
Luftkompressor, 50 Hz	810-60055-0	Für die Zufuhr von Wasser- and Öl-freier Druckluft
AS-FD	810-60501-0	Probengeber mit Verdünnungsfunktion
HKL Paket	810-60082-C	Paket mit 8 Hohlkathodenlampen

Dieses Dokument ist zum Zeitpunkt der Veröffentlichung wahr und korrekt; die darin enthaltenen Informationen können sich ändern. Dieses Dokument kann durch andere Dokumente ersetzt werden, einschließlich technischer Änderungen und Korrekturen.

Markenrechtlicher Hinweis: Die in der Applikationsschrift genannten Markennamen von Drittprodukten sind in der Regel eingetragene Marken der jeweiligen Unternehmen.

Unternehmenshauptsitz

Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Straße 1
07745 Jena · Deutschland

Tel. +49 3641 77 70
Fax +49 3641 77 9279

info@analytik-jena.com
www.analytik-jena.com

Version 1.0 · Author: Anju
de · 09/2023

© Analytik Jena | Bilder ©: Pixabay/byrev (S. 1)