



Herstellung von Schmelztabletten aus Flugasche für die RFA-Analytik

SPEX CertiPrep / Cole-Parmer



Zusammenfassung:

Flugasche ist ein Abfallprodukt aus der Verbrennung von Kohle und besteht aus den mineralischen Partikeln, die mit den Rauchgasen aufsteigen.

Zurückgewonnene Flugasche wird als Zuschlagstoff in bestimmten Zementmischungen verwendet und verbessert die Haltbarkeit und Festigkeit von Beton. In dieser Studie wurde eine Probe Flugasche gemahlen und mit einem Schmelzmittel vermischt, um dann daraus mittels eines elektrischen Schmelzaufschlussgerätes von Katanax Schmelztabletten herzustellen. Es wurden zwei Lithiumborat-Schmelzmittel in unterschiedlichen Mischungsverhältnissen (LiT:LiM) verwendet, um jeweils fünf Schmelztabletten herzustellen. Die Schmelztabletten wurden mittels energiedispersiver Röntgenfluoreszenzspektroskopie (ED-RFA) analysiert und die Ergebnisse sowohl innerhalb eines Ansatzes als auch zwischen den beiden Ansätzen verglichen, um die Konsistenz der hergestellten Schmelztabletten und den Einfluss der Schmelzmittelzusammensetzung auf die RFA-Messungen zu eruieren.

Aufschlussmethode:

Die Flugasche wurde in einem Porzellantiegel 2 Stunden lang bei 750° C geglüht, um den restlichen Kohlenstoff (ca. 0.2%) zu oxidieren. Anschließend wurden 6,40 g Schmelzmittel und 0,80 g Flugasche (Verhältnis Schmelzmittel : Probe = 8 : 1) in den Tiegel (30ml, 95% Pt, 5% Au) eingewogen, von Hand mit einem Kunststoffspatel vorsichtig gemischt und anschließend der Schmelzaufschluss zur Herstellung der Schmelztabletten (Durchmesser 32mm, Schale 95% Pt, 5% Au) durchgeführt. Das verwendete Schmelzprogramm war eine modifizierte Version des vordefinierten OXID-Programms der Katanax Schmelzaufschlussgeräte, wobei für den Haupt-Aufschlussschritt 15 Minuten bei 1.035°C verwendet wurden. Fünf Schmelztabletten wurden auf diese Weise für jede der beiden Schmelzmittelmischungen hergestellt, diese waren: SPEX CertiPrep FFB-5005-02 (1:1 Lithiumtetraborat:Lithiummetaborat mit 0,5% Lithiumbromid als Nichtbenetzungsmittel) und FFB-6705-02 (2:1 Lithiumtetraborat:Lithiummeta-borat mit 0,5% Lithiumbromid).

Ergebnisse:

Die beiden Sätze von Schmelztabletten wurden mittels ED-RFA analysiert. Jede Tablette wurde zehnmal gemessen, wobei die Ergebnisse für jede Tablette gemittelt wurden. Die Ergebnisse für die fünf Tabletten eines Satzes wurden dann erneut gemittelt, um die Gesamtergebnisse für den jeweiligen Satz zu erhalten. Die Resultate sind in den Tabellen 1 und 2 als Prozentsatz der Zusammensetzung für jeden Analyten dargestellt, wobei die Hauptbestandteile Siliziumdioxid und Aluminiumoxid sind. Oxide von Eisen, Kalium, Kalzium, Magnesium, Phosphor, Titan, Natrium und Schwefel waren in geringeren Mengen nachweisbar und machten den Rest der Flugasche aus.

Die RFA-Ergebnisse zeigen eine ausgezeichnete Konsistenz innerhalb eines Satzes, was darauf hindeutet, dass die Flugascheprobe homogen war und die elektrischen Schmelzaufschlussgeräte von Katanax Schmelztabletten mit einem hohen Maß an Reproduzierbarkeit herstellen. Darüber hinaus sind die Gesamtdurchschnittswerte aus Tabelle 1 und Tabelle 2 nahezu identisch. Es kann also ebenfalls festgehalten werden, dass die Zusammensetzung des Schmelzmittels keinen Einfluss auf die RFA-Ergebnisse hat. Da beide verwendeten Schmelzmittel klare Schmelztabletten erzeugten, sind beide in gleichem Maße für die Verwendung mit dieser Flugasche geeignet. Die Messergebnisse waren auch bei zehn Scans jeder Tablette konsistent. Die vollständigen

Analyt	Mittelwert	Tablette 1	Tablette 2	Tablette 3	Tablette 4	Tablette 5
SiO ₂	52,08	52,11	52,07	52,11	52,08	52,06
Al ₂ O ₃	26,75	26,74	26,76	26,74	26,74	26,76
Fe ₂ O ₃	6,52	6,52	6,52	6,52	6,52	6,52
K ₂ O	4,14	4,14	4,13	4,14	4,14	4,15
CaO	3,46	3,46	3,45	3,46	3,46	3,46
MgO	2,04	2,04	2,04	2,04	2,04	2,05
P ₂ O ₅	1,42	1,42	1,43	1,42	1,43	1,43
TiO ₂	1,26	1,26	1,25	1,26	1,26	1,26
Na ₂ O	1,23	1,22	1,25	1,22	1,24	1,23
SO ₃	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16

Tabelle 1: Zusammensetzung der Flugasche (in %) mit Schmelzmittel FFB-5005-02

Analyt	Mittelwert	Tablette 1	Tablette 2	Tablette 3	Tablette 4	Tablette 5
SiO ₂	52,07	52,05	52,12	52,09	52,09	52,02
Al ₂ O ₃	26,75	26,75	26,79	26,75	26,69	26,76
Fe ₂ O ₃	6,49	6,5	6,47	6,5	6,5	6,5
K ₂ O	4,15	4,15	4,15	4,15	4,16	4,16
CaO	3,47	3,48	3,45	3,48	3,48	3,47
MgO	2,05	2,06	2,02	2,06	2,06	2,06
P ₂ O ₅	1,42	1,41	1,41	1,41	1,42	1,42
TiO ₂	1,26	1,26	1,25	1,26	1,26	1,26
Na ₂ O	1,24	1,24	1,23	1,24	1,24	1,25
SO ₃	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16

Tabelle 2: Zusammensetzung der Flugasche (in %) mit Schmelzmittel FFB-6705-02

Analyt	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	CaO
Scan 1	52,09	26,81	6,52	4,14	3,47
Scan 2	52,05	26,81	6,51	4,13	3,46
Scan 3	52,14	26,71	6,52	4,15	2,45
Scan 4	52,04	26,71	6,51	4,15	3,47
Scan 5	52,07	26,8	6,51	4,14	3,48
Scan 6	52,11	26,76	6,53	4,12	3,46
Scan 7	52,04	26,71	6,53	4,15	3,47
Scan 8	52,05	26,75	6,51	4,16	23,42
Scan 9	52,14	26,67	6,52	4,15	3,48
Scan 10	52,07	26,67	6,52	4,15	3,46
Mittelwert	52,08	26,74	6,52	4,14	3,46

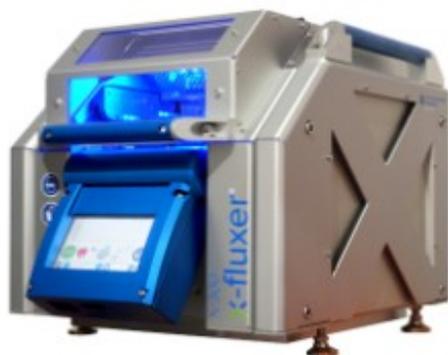
Tabelle 3: Ergebnisse von 10 aufeinanderfolgenden RFA-Scans der mit FFB-5005-02 hergestellten Schmelztablette 4 / Teil 1

Analyt	MgO	P ₂ O ₅	TiO ₂	Na ₂ O	SO ₃
Scan 1	2,04	1,42	1,26	1,18	0,16
Scan 2	2,02	1,42	1,26	1,24	0,16
Scan 3	2,04	1,42	1,27	1,21	0,16
Scan 4	2,05	1,45	1,26	1,29	0,16
Scan 5	2,02	1,42	1,26	1,23	0,16
Scan 6	2,03	1,42	1,26	1,20	0,16
Scan 7	2,07	1,46	1,26	1,24	0,16
Scan 8	2,05	1,46	1,26	1,27	0,16
Scan 9	2,07	1,42	1,27	1,21	0,16
Scan 10	2,03	1,42	1,25	1,31	0,16
Mittelwert	2,04	1,43	1,26	1,24	0,16

Tabelle 4: Ergebnisse von 10 aufeinanderfolgenden RFA-Scans der mit FFB-5005-02 hergestellten Schmelztablette 4 / Teil 2

Fazit:

Die elektrischen Schmelzaufschlussgeräte von Katanax sind einfach zu bedienen und produzieren qualitativ hochwertige Schmelztabletten. Die beiden in dieser Studie verwendeten Flussmittel lieferten RFA-Ergebnisse, die darauf hindeuten, dass die Wahl des Flussmittels keinen Einfluss auf die Analyse hatte. Darüber hinaus deutet der hohe Grad an Übereinstimmung von Schmelztablette zu Schmelztablette innerhalb eines Satzes darauf hin, dass die elementare Zusammensetzung des Flussmittels einheitlich ist. Für diese Studie wurde der K1prime von Katanax verwendet, das gewählte Aufschlussprogramm kann ohne Änderungen auch mit dem X-300 bzw. X-600 von Katanax verwendet werden.



Schmelzaufschlussgerät Fluxer X-300



**C3 PROZESS- UND
ANALYSETECHNIK**