

Herausforderung

Etablierung einer Routinemethode für die Kupferbestimmung in geologischen Laboren

Lösung

Flammen-AAS mittels novAA 800 F mit automatischer Standardherstellung und Verdünnung

Quantifizierung von Kupfer in geologischen Proben mittels Flammen-AAS

Einführung

Die Nachfrage nach Kupfer, insbesondere durch die Elektronikindustrie, ist in den letzten Jahrzehnten beständig gestiegen. Diese Entwicklung wird vor allem durch die Verwendung von Kupfer in Drähten und Kabeln, in Leiterplatten und elektronischen Baugruppen vorangetrieben. Entscheidend für den Preis, den Bergbauunternehmen und Hütten mit Kupfererzen erzielen können, ist der genaue Kupfergehalt im Erz.

Die Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) ist eine einfache, robuste und kostengünstige Methode, die von vielen Bergbauunternehmen und Schmelzhütten zur Quantifizierung von Kupfer – in Erzen und vorkonzentrierter metallischer Form – über einen breiten Konzentrationsbereich von mittleren ppm (mg/kg) bis zu hohen Prozentwerten (Gew.-%) eingesetzt wird. Im Gegensatz dazu wird die Kontrolle von Verunreinigungen in hochreinem Kupfer, z. B. auf Antimon, Wismut, Phosphor und Zinn, in der Regel mit ICP-Techniken durchgeführt,

die echte Multielementtechniken mit wesentlich höherer Empfindlichkeit sind und daher den Bereich von ppb ($\mu\text{g}/\text{kg}$) bis ppm (mg/kg) abdecken können.

Diese Applikationsnote beschreibt eine einfache Methode zur Quantifizierung von Kupfer in geologischen und metallischen Proben mit dem Flammen-AAS novAA 800 F. Für eine hohe Benutzerfreundlichkeit wurde das Gerät mit einem automatischen Probengeber (AS-FD) ausgestattet, der sowohl (i) die Vorbereitung von Kalibrierstandards als auch (ii) die automatische Überbereichsverdünnung bei hochkonzentrierten Proben ermöglicht. Die analytischen Qualitätsparameter, einschließlich RSD-Werte und Aufstockung-Wiederfindungsraten, wurden ermittelt, und die Robustheit der Methode wurde unter Verwendung eines branchenspezifischen zertifizierten Referenzmaterials (CCU-1c) getestet.

Materialien und Methoden

Proben und Reagenzien

- Gemahlene Kupfererz
- Kupfererz-Referenzmaterial (CCU-1c)
- HCl (32 %, p.a. Roth)
- HNO₃ (65 %, p.a. Roth)
- Zertifizierte Standardlösungen (1000 mg/L Cu Sigma Aldrich)

Probenvorbereitung

Etwa 0,1 g des Kupfererz-Referenzmaterials (CCU-1c) und gemahlene Kupfererz wurden jeweils in 20 ml Königswasser aufgenommen und mittels Heizplatte bei 50 °C aufgelöst. Die klaren Lösungen wurden mit entionisiertem Wasser auf 100 ml aufgefüllt, um eine Lösung mit einer Nennkonzentration von 1 g/L zu erhalten. Aufgrund des hohen Al₂O₃-Gehalts des Referenzmaterials wurde Königswasser verwendet, um einen unvollständigen Aufschluss und falsche Ergebnisse zu vermeiden.

Tabelle 1: Konzentration der Kalibrierstandards

Standard	Konzentration Cu [mg/L]
Kal. 0	0
Kal. 1	0,5
Kal. 2	1,0
Kal. 3	1,5
Kal. 4	2,0
Kal. 5	2,5

Instrumenten- und Methodenparameter

Für die Messungen wurde ein novAA 800 F, ausgestattet mit einem 50 mm Brennerkopf, einem AS-FD-Probengeber zur automatischen Probenverdünnung bei Konzentrationsüberschreitung und einem SFS-6-Injektionsschalter verwendet. Der Injektionsschalter dient einerseits der Aufnahme von kleinen Probenvolumina und gewährleistet andererseits ein kontinuierliches Spülen des Systems. Für die hier gezeigten Messungen wurde der Probengeber zusätzlich auch für die automatische Präparation der Kalibrationsstandards aus einer Stocklösung verwendet. Die Instrumenten- und Methodenparameter sind in Tabelle 2 und 3 zusammengefasst.

Bei Kupfererzen ohne Aluminium- oder Siliziumbestandteile sowie für metallisches Kupfer ist ein Aufschluss in Salpetersäure ausreichend. Ein Aliquot der gemahlene Erzprobe wurde manuell um den Faktor 500 verdünnt und der Analyse zugeführt, während für ein zweites Aliquot der gemahlene Erzprobe und des gelösten Referenzmaterials stattdessen die automatische Verdünnungsfunktion des AS-FD verwendet wurde (Verdünnungsfaktor 500).

Kalibration

Alle Kalibrierstandards und Aufstockungsproben wurden vom AS-FD-Autosampler automatisch aus einer 10 mg/L Kupfer-Stammlösung hergestellt, die zuvor aus einem handelsüblichen 1000 mg/L Kupferstandard in 0,6-prozentiger Salpetersäure hergestellt wurde. Tabelle 1 zeigt die Konzentrationen der verwendeten Kalibrierlösungen.

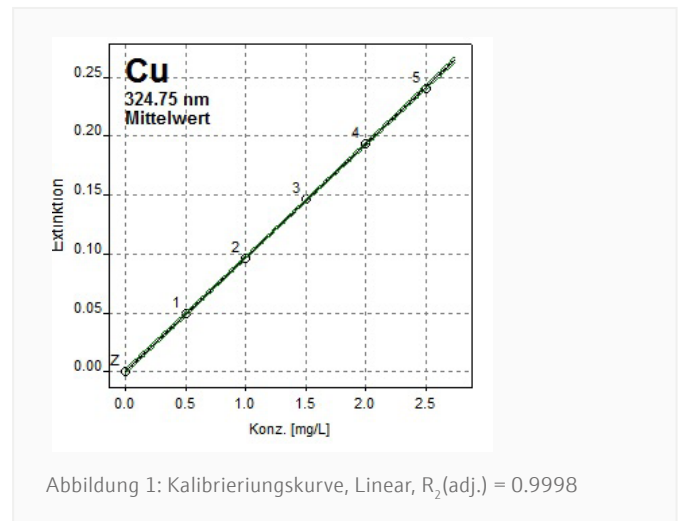


Tabelle 2: Instrumentenparameter

Parameter	Spezifikation
Temperatur	20 °C (Raumtemperatur)
Brennertyp	50 mm
Flammentyp	C2H2/Luft
Gasfluss	40 L/h
Brennerstellung	0°
Probengeber	AS-FD
Injektionsschalter	SFS-6

Tabelle 3: Methodenparameter

Element	Wellenlänge [nm]	Spalt [nm]	Lampenstrom [mA]	Brennerhöhe [mm]
Cu	324,75	1,2	2,0	7

Ergebnisse und Diskussion

Die Cu-Konzentration des gemahlene Kupfererzes wurde zweifach bestimmt, einerseits nach manueller Verdünnung eines Aliquoten, andererseits nach automatischer Probenverdünnung durch den Probengeber AS-FD. Die Ergebnisse der unterschiedlich präparierten Verdünnungen stimmen gut überein (Tabelle 4).

Geologische Routinelabore mit Kupfererzproben unterschiedlicher und/oder unbekannter Kupferkonzentrationen können mit dem Probengeber die Benutzerfreundlichkeit und Produktivität erheblich verbessern (ohne Einbußen bei der Präzision). Die gemessenen Qualitätsparameter RSD und Aufstockungs-Wiederfindungsrate zeigten Werte von etwa 1 % beziehungsweise 101 %.

Die für das Kupfererz-Referenzmaterial erfassten Ergebnisse zeigen eine gute Übereinstimmung mit den zertifizierten Werten (Tabelle 5), was die Robustheit dieser Flammen-AAS-Methode weiter unterstreicht.

Tabelle 4: Resultate für gemahlene Kupfererzproben

Probe	Element	VF ¹	Konzentration [g/L]	RSD [%]	Konzentration der Aufstockung [mg/L]	Wiederfindungsrate der Aufstockung [%]
Kupfererz	Cu	500 ² (manuell)	2,08 ± 0,02	1,2	1,0	101
	Cu	500 ³ (automatisch)	2,08 ± 0,02	1,7	-	-

1 ... Verdünnungsfaktor

2 ... manuelle Verdünnung (0,1 ml auf 50 ml)

3 ... automatische Verdünnung mittels AS-FS Autosampler (50 µL auf 25 ml)

Tabelle 5: Resultate für Kupfererz-Referenzmaterial (CCU-1c)

Probe	Element	VF ¹	Konzentration [mg/kg]	RSD [%]	Zertifizierte Konzentration [mg/kg]
CCU-1c	Cu	500 ² (automatisch)	255,0 ± 0,3	0,2	256,2

1 ... Verdünnungsfaktor

2 ... automatische Verdünnung mittels AS-FS Autosampler (50 µL auf 25 ml)

Zusammenfassung

Das novAA 800 F für die Flammen-AAS ermöglicht eine schnelle und präzise Analyse des Kupfergehalts von Erzproben nach einem einfachen Aufschluss auf einer Heizplatte in Salpetersäure oder Königswasser. Bei gleichzeitiger Verwendung des AS-FD-Probengebers wurden sowohl die Benutzerfreundlichkeit als auch die Produktivität erheblich gesteigert, da der Probengeber (i) eine automatische Überbereichsverdünnung von Proben mit unbekanntem und schwankendem Kupferkonzentrationen und (ii) eine automatische Vorbereitung von Kalibrierstandards ermöglicht.



Abbildung 2: novAA 800 F

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.