

Probenteilung als Grundlage moderner Analysemethoden

Das Problem

Analysengeräte zur Partikelcharakterisierung haben heute eine Genauigkeit erreicht, die vor Jahren noch undenkbar war. Nachweisgrenzen werden immer weiter zurückgedrängt und Nachfolgegeräte arbeiten schneller und genauer als ihre Vorgänger. Der Einsatz graphisch orientierter Software unter Multitasking – Betriebssystemen auf immer leistungsfähigeren Rechnern garantiert hohe Zuverlässigkeit und Reproduzierbarkeit. Der Anwender kann den ausgegeben Ergebnissen blind vertrauen.

Soweit zur Theorie, die Praxis sieht leider oftmals ganz anders aus. Trotz hochpräziser Analysen treten manchmal unerklärbare Ergebnisse auf, die natürlich Zweifel an der hochgelobten Technik des Analysengerätes aufkommen lassen. Der wahre Grund für solche „Ausreißer“ ist allerdings nicht etwa ein Pentium Prozessor mit Gleitkommafehler, sondern mangelhafte Probenvorbereitung.

Es erstaunt immer wieder, dass der Markt für hochpräzise, vollautomatische Analysengeräte permanent wächst, während auf die mindestens genauso wichtige Probenvorbereitung und Probennahme wenig Wert gelegt wird. Der Nachholbedarf an Aufklärung über diesen wichtigen Arbeitsgang war schon immer groß¹ und ist mit gestiegener Genauigkeit der Analysengeräte größer geworden.

Die Aufgabenstellung

Der zweckmäßige Einsatz hochwertiger und teurer Analysengeräte ist direkt mit der zum Analysieren verwendeten Probe verknüpft. Der Analysenfehler enthält immer sowohl den Probennahme- als auch den Messfehler. Der Gesamtfehler des Ergebniswertes ergibt sich aus dem Fehlerfortpflanzungsgesetz zu²

$$S_{\text{ges}} = \sqrt{s^2 \text{ Messung} + S^2 \text{ Probe}}$$

Die Standardabweichung des Ergebniswertes in Bezug auf das analysierte Gut wird nur dann wesentlich vom Analysengerät bestimmt, wenn die Varianz für die Probenvorbereitung deutlich geringer ist als die des Analysengerätes. Die Ergebnisse sind daher nur reproduzierbar, wenn die analysierte Probe das zu prüfende Gut mit großer Genauigkeit repräsentiert.

Dabei wird „repräsentativ“ im Allgemeinen so verstanden, dass die entnommenen Proben a priori mit der gesamten Charge gleichgesetzt werden können. Wenn der Mischungszustand der Ausgangsprobe durch eine Eigenschaftsfunktion beschrieben wird, dann ist die Probennahme repräsentativ, wenn die Messwerte über den Ort verteilt die Eigenschaftsfunktion hinreichend annähern³.

Entnimmt man einem gut gemischten Haufwerk eine Menge von Einzelproben, so unterliegt deren Zusammensetzung bezüglich eines bestimmten Merkmals einer statistischen Schwankung. Ein systematischer Fehler durch Entnahme einer Probe aus einer entmischten Grundmenge tritt dabei immer auf, da nie ideale Mischungen vorliegen. Um die Fehler klein zu halten, müssen daher möglichst viele kleine Proben zufällig verteilt aus der Grundmenge entnommen und eventuell anschließend vereint werden.



Rotations-Kegelprobenteiler
LABORETTE 27

Die Lösung

Der Fehler bei der Probenvorbereitung wird dadurch groß, dass oft eine Analysenmenge von weniger als 200 mg benötigt wird, während die im Labor vorliegende Probenmenge z.B. bei 2000 g liegt. Die besten Ergebnisse bei der Probenteilung erhält man, wenn man die gesamte Probenmenge mit einem Probenteiler in Einzelmengen aufteilt, die im Idealfall genau der Menge entsprechen, die zur Analyse verwendet wird. Für die Fehlerfortpflanzung wurde ermittelt, dass es gleich ist, ob man in einer oder mehreren Stufen teilt. Der bei zwei Stufen notwendige zusätzliche Reinigungsschritt erhöht allerdings die Kosten einer Analyse.

Der Fritsch **Rotations-Kegelprobenteiler LABORETTE 27** wird deshalb unter anderem mit einem Teilungsverhältnis von 1:30 angeboten. Mit ihm können Gesamtproben von bis zu 300 ml in einem Schritt in 30 Einzelproben aufgeteilt werden. Gleichzeitig sind Teilköpfe mit 1:8 oder 1:10 in unterschiedlichen Werkstoffen zur Anpassung an verschiedene Probenarten erhältlich.

Die patentgeschützte Konstruktion beruht auf der Kombination von drei Teilungsverfahren in einem Gerät. Die Probe wird durch einen Trichter einem Teilungskegel zugeführt, dessen Form dem Vierteln und Kegeln entspricht. An seiner Mantelfläche wird das Probenmaterial durch Rotation des gesamten Systems nach außen beschleunigt und durch Führungskanäle in bis zu 30 Einzelströme aufgeteilt. Durch die Rotation des Teilungskopfes erhöht sich die Anzahl der Teilungsschritte auf bis zu 2600 pro Minute, so dass sich die Probe aus einer sehr großen Zahl von Einzelproben zusammensetzt.

Die Ergebnisse

Es wurde eine Mischung aus ca. 800 g Quarzsand hergestellt und geteilt. Bild 1 zeigt einen Vergleich des Fritsch Rotations-Kegelprobenteilers zu einem Rotationsprobenteiler mit dezentraler Aufgabe direkt über den Gläsern. Um gleiche Verhältnisse zu haben, wurde der Teilungskopf für 8 Gläser mit je 500 ml Inhalt verwendet. Die Überprüfung der Gleichverteilung in den Gläsern ergibt, dass die LABORETTE 27 herkömmlichen Probenteilern deutlich überlegen ist.

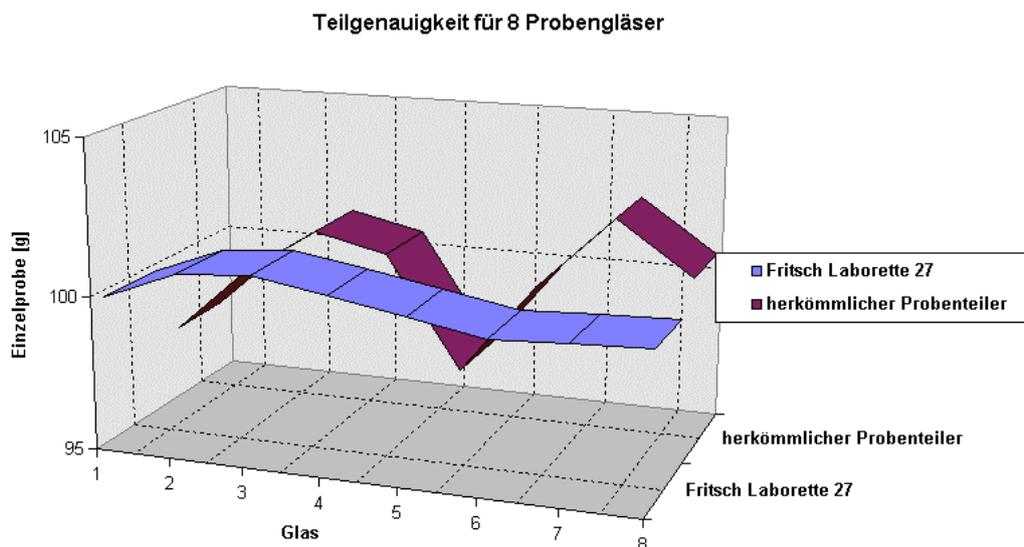


Bild 1: Probenteilung mit 8 Gläsern

In Bild 2 ist zu sehen, dass die Partikelgrößenverteilung für jedes Glas keine signifikanten Unterschiede in der Verteilung zeigt. Die Abweichungen pro Glas sind sehr gering. Die Analysen wurden durchgeführt mit dem FRITSCH **Laser-Partikelmessgerät ANALYSETTE 22**.

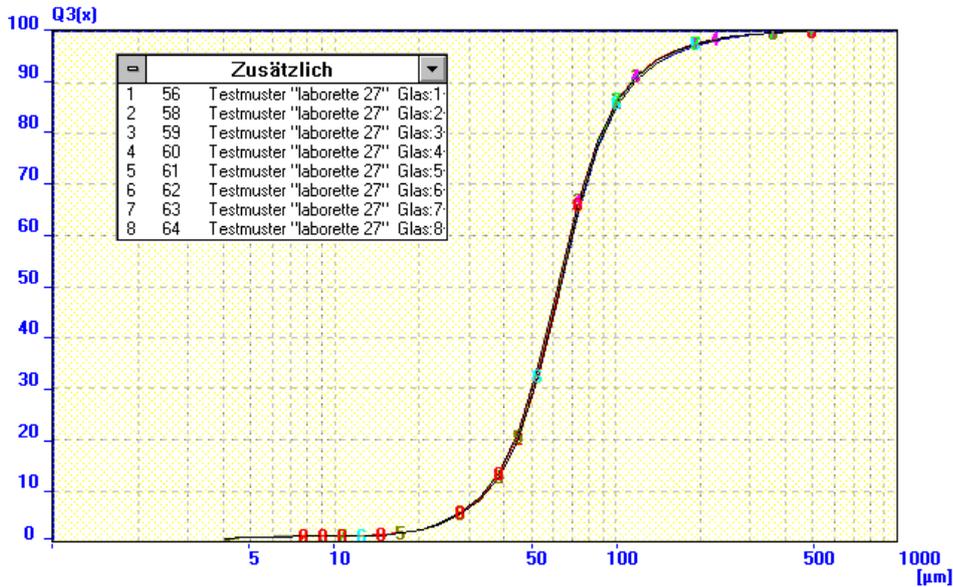


Bild 2: Partikelgrößenverteilung

Die Darstellung der d50 Werte (Bild 3) lässt erkennen, dass der Medianwert der Verteilung in allen Gläsern sehr gut repräsentiert wird.

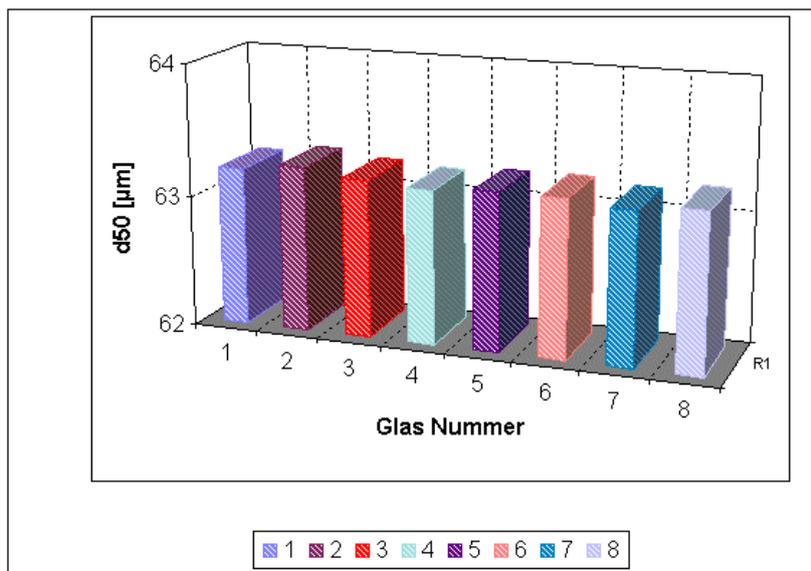


Bild 3: Medianwerte pro Glas

In Bild 4 sind in Reihe 1 die Medianwerte der Partikelgrößenverteilung in den einzelnen Gläsern dargestellt, während in Reihe 2 acht Reproduzierbarkeitsmessungen des gleichen Materials ohne Änderung der Geräteparameter aufgetragen sind.

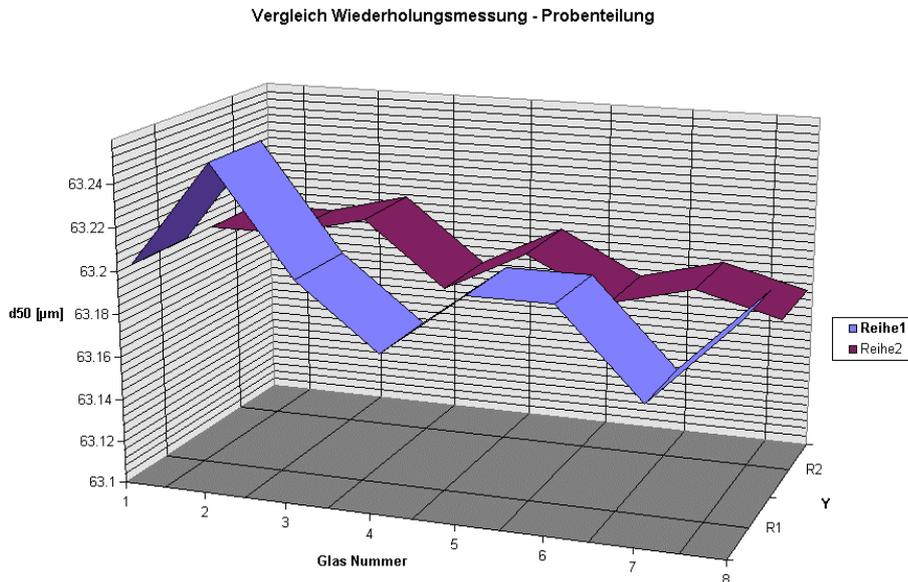


Bild 4: Vergleich Mehrfachmessung mit Probenteilung

Der Median-Mittelwert der acht Reproduzierbarkeitsmessungen beträgt $x = 63.1925 \pm 0.012$ [µm], während der Median-Mittelwert der einzeln gemessenen Proben in den acht Gläsern $x = 63.1975 \pm 0.027$ [µm] beträgt. Der Vergleich zeigt, dass die Genauigkeit des Analysengerätes natürlich sehr viel höher liegt als die Genauigkeit nach der Probenteilung. Trotzdem ist deutlich zu erkennen, dass der durch die LABORETTE 27 verursachte systematische Fehler sehr gering ist.

Die Schlussfolgerung

Die Teilungsgenauigkeit beeinflusst entscheidend die Präzision einer Merkmals-Analyse. Sie kann durch konstruktive Maßnahmen minimiert werden. Dies ist FRITSCH mit der LABORETTE 27 gelungen; mit diesem Rotations- Kegelprobenteiler können moderne Analysengeräte ihre Leistungsfähigkeit voll ausnutzen. Die LABORETTE 27 sollte jedem modernen Analysengeräte beigestellt werden.

Quellen und weiterführende Literatur

- [1] Dipl.-Phys. Götz von Bernuth, "Probenvorbereitung", Kontrolle, September 1984
- [2] Dr.-Ing. H. Müller, Dr.-Ing. D. Espig, Ing. S. Kauter, "Probenvorbereitung auf wissenschaftlicher Grundlage", Aufbereitungstechnik, 8/1986.
- [3] Prof. Dr.-Ing. Karl Sommer, "Seminar Fritsch Probennahme", Mannheim, Germany, June 28, 1995

Autor: Dipl.-Ing. Wolfgang Mutter, Technischer Direktor, Fritsch GmbH
E-Mail: mutter@fritsch.de