

BestMasters

Ali Masoudi Alavi

# Strukturelle Phasen- analyse von chemischen Prozessadditiven in der Silikat-Industrie

Untersuchung der Wechselwirkung  
von Alkali-Wassergläsern  
mit Aluminium-Tetrametaphosphat



Springer Spektrum

---

# BestMasters

Mit „**BestMasters**“ zeichnet Springer die besten Masterarbeiten aus, die an renommierten Hochschulen in Deutschland, Österreich und der Schweiz entstanden sind. Die mit Höchstnote ausgezeichneten Arbeiten wurden durch Gutachter zur Veröffentlichung empfohlen und behandeln aktuelle Themen aus unterschiedlichen Fachgebieten der Naturwissenschaften, Psychologie, Technik und Wirtschaftswissenschaften. Die Reihe wendet sich an Praktiker und Wissenschaftler gleichermaßen und soll insbesondere auch Nachwuchswissenschaftlern Orientierung geben.

Springer awards “**BestMasters**” to the best master’s theses which have been completed at renowned Universities in Germany, Austria, and Switzerland. The studies received highest marks and were recommended for publication by supervisors. They address current issues from various fields of research in natural sciences, psychology, technology, and economics. The series addresses practitioners as well as scientists and, in particular, offers guidance for early stage researchers.

Weitere Bände in der Reihe <http://www.springer.com/series/13198>

---

Ali Masoudi Alavi

# Strukturelle Phasenanalyse von chemischen Prozessadditiven in der Silikat-Industrie

Untersuchung der Wechselwirkung  
von Alkali-Wassergläsern mit  
Aluminium-Tetrametaphosphat



Springer Spektrum

Ali Masoudi Alavi  
Koblenz, Deutschland

ISSN 2625-3577

ISSN 2625-3615 (electronic)

BestMasters

ISBN 978-3-658-25693-7

ISBN 978-3-658-25694-4 (eBook)

<https://doi.org/10.1007/978-3-658-25694-4>

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Springer Spektrum

© Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH, ein Teil von Springer Nature 2019

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung, die nicht ausdrücklich vom Urheberrechtsgesetz zugelassen ist, bedarf der vorherigen Zustimmung des Verlags. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Bearbeitungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

Die Wiedergabe von allgemein beschreibenden Bezeichnungen, Marken, Unternehmensnamen etc. in diesem Werk bedeutet nicht, dass diese frei durch jedermann benutzt werden dürfen. Die Berechtigung zur Benutzung unterliegt, auch ohne gesonderten Hinweis hierzu, den Regeln des Markenrechts. Die Rechte des jeweiligen Zeicheninhabers sind zu beachten.

Der Verlag, die Autoren und die Herausgeber gehen davon aus, dass die Angaben und Informationen in diesem Werk zum Zeitpunkt der Veröffentlichung vollständig und korrekt sind. Weder der Verlag, noch die Autoren oder die Herausgeber übernehmen, ausdrücklich oder implizit, Gewähr für den Inhalt des Werkes, etwaige Fehler oder Äußerungen. Der Verlag bleibt im Hinblick auf geografische Zuordnungen und Gebietsbezeichnungen in veröffentlichten Karten und Institutionsadressen neutral.

Springer Spektrum ist ein Imprint der eingetragenen Gesellschaft Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH und ist ein Teil von Springer Nature

Die Anschrift der Gesellschaft ist: Abraham-Lincoln-Str. 46, 65189 Wiesbaden, Germany

## **Vorwort**

Diese Masterarbeit entstand am Institut für Integrierte Naturwissenschaften der Universität Koblenz-Landau in der Arbeitsgruppe Technische Chemie und Korrosionswissenschaften unter der Leitung von Herrn Prof. Dr. Dr. Peter Quirnbach im Master-Studiengang Chemie und Physik funktionaler Materialien.

Mein Dank gilt der Leitung der Arbeitsgruppe für die Ermöglichung dieser Arbeit mit dem spannenden Themenfeld sowie der Betreuung. Dazu bedanke ich mich besonders bei Herrn Prof. Dr. Dr. Quirnbach als Betreuer sowie für die Empfehlung meiner Masterarbeit für die BestMasters-Reihe bei Springer Spektrum. Weiterhin geht mein Dank an Frau Dr. Almuth Sax für die vielen wissenschaftlichen Diskussionen sowie für die Übernahme des Zweitgutachtens.

Des Weiteren gilt mein Dank an den Mitarbeitern der Arbeitsgruppe sowie den Mitarbeitern des Deutschen Institut für Feuerfest und Keramik in Höhr-Grenzhausen für die Ermöglichung zur Nutzung der Gerätschaften der Probenpräparation sowie das Arbeiten an dem Röntgendiffraktometer mit dem die in dieser Arbeit erstellten Pulverdiffraktogramme aufgenommen wurden.

Dazu gilt mein großer Dank an Herrn Dr. Yannick Hemberger für die vielen wissenschaftlichen Diskussionen zur Röntgendiffraktometrie und der quantitativen Phasenanalyse mittels der Rietveld-Verfeinerung.

Der größte Dank geht an meine Familie, die mich zu jeder Zeit umfassend unterstützt, mich stets motiviert und mir den Rücken freigehalten hat.

Ali Masoudi Alavi

# Inhaltsverzeichnis

<b>Abbildungsverzeichnis</b> .....	IX
<b>Tabellenverzeichnis</b> .....	XIII
<b>Abkürzungsverzeichnis</b> .....	XV
<b>1. Einleitung und Zielsetzung</b> .....	1
<b>2. Stand der Wissenschaft und Technik</b> .....	3
2.1 Wassergläser.....	3
2.1.1 Herstellung.....	5
2.1.2 Anwendung.....	6
2.1.3 Abbindung / Aushärtung der Wassergläser .....	7
2.1.4 Alkali-silikatische Glasstrukturen .....	9
2.2 Metaphosphate .....	11
2.2.1 Aluminium-Metaphosphate.....	12
2.2.2 Herstellung.....	13
2.2.3 Anwendung.....	15
<b>3. Experimentelle Durchführung</b> .....	17
3.1 Probenherstellung.....	17
3.2 Experimentelle Analysetechniken .....	18
3.2.1 Röntgenpulverdiffraktometrie (PXRD), powder X-ray diffraction.....	18
3.2.2 Rietveld-Methode.....	21
3.2.3 NMR-Spektroskopie.....	24
<b>4. Ergebnisse</b> .....	31
4.1 Röntgenpulverdiffraktometrie PXRD .....	31
4.2 Rietveld-Verfeinerung und quantitative Phasenanalyse .....	34
4.3 <sup>29</sup> Si-NMR-Spektroskopie.....	39
<b>5. Diskussion</b> .....	49
<b>6. Zusammenfassung</b> .....	55

<b>7. Ausblick</b> .....	57
<b>Literaturverzeichnis</b> .....	59
<b>Anhang</b> .....	63

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Struktur und Partikelgröße von $\text{SiO}_2$ -Einheiten im Sol-Gel-Prozess und deren Abhängigkeit vom pH-Wert. Abbildung modifiziert nach R. K. Iler, 1979.....	3
Abbildung 2:	Existenzbereich stabiler Wassergläser im Dreistoffsystem $\text{SiO}_2$ - $\text{Na}_2\text{O}$ - $\text{H}_2\text{O}$ , relativ schmaler Bereich des Alkalimoduls für stabile Alkali-Silikat-Lösungen bei Raumtemperatur. Abbildung modifiziert nach S. Böhmer, 1957. ....	4
Abbildung 3:	Schematische Darstellung des Schmelz-Löse-Verfahrens zur Synthese von Natrium- und Kalium-Wasserglas aus Quarz und dem jeweiligen Alkalicarbonat. Abbildung modifiziert nach F. Swatzina, 2015. ....	5
Abbildung 4:	Hydrothermalverfahren zur Herstellung von Kalium-, Natrium- und Lithium Wasserglas aus Quarz und der jeweiligen Lauge. Abbildung modifiziert nach F. Swatzina, 2015. ....	6
Abbildung 5:	Darstellung von kristallinem $\text{SiO}_2$ Netzwerk, einem Kieselglas sowie einem Alkali-Silikat-Glas. Abbildung modifiziert nach W. H. Zachariasen, 1932. ....	10
Abbildung 6:	Die fünf verschiedenen Koordinationszustände in Silikaten entsprechend der $Q^n$ Nomenklatur durch Sauerstoff-verbrückte Si-Atome, eigene Darstellung.....	10
Abbildung 7:	Struktureller Aufbau der $\text{PO}_4$ -Einheiten in a) Lithium-Trimetaphosphat-Hydrat ( $\text{Li}_3\text{P}_3\text{O}_9 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ ), b) Natrium-Ammonium-Pentametaphosphat-Hydrat ( $\text{Na}_4\text{NH}_4\text{P}_5\text{O}_{15} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$ ) und c) Natrium-Hexametaphosphat-Hydrat ( $\text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{18} \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ ). Abbildung übernommen aus A. Durif, 1995.....	11
Abbildung 8:	Struktureller Aufbau der Aluminium-Metaphosphate a) $\text{Al}_4(\text{P}_4\text{O}_{12})_3$ b) $\text{Al}_2\text{P}_6\text{O}_{18}$ und c) $\text{Al}_3\text{P}_9\text{O}_{27}$ , eigene graphische Darstellung, generiert aus Pulverdaten mit Diamond 4.5.0. Die in grün markierten Koordinationspolyeder sollen die Ringstruktur der $\text{PO}_4$ -Tetraeder verdeutlichen. ....	12
Abbildung 9:	Darstellung verschiedener Reaktionsprodukte aus der heterogenen Synthese von $\text{Al}(\text{OH})_3$ mit $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Abbildung modifiziert nach R. Giskow et. al., 2004, aus Daten von M. Tshako et al., 1978. ....	14