

Verwendung von Platingeschirr in der RFA



Einleitung

Zur Herstellung von Schmelztabletten mit den Schmelzgeräten VITRIOX® ELECTRIC und VITRIOX® GAS werden Tiegel und Abgießschalen benötigt. Zum Einsatz kommt eine spezielle Legierung aus Platin und Gold mit einer Zusammensetzung von 95% Pt und 5% Au. Diese Legierung zeichnet sich durch ihre mechanische Beständigkeit und aufgrund des Goldgehaltes durch eine geringe Materialanhaftung aus. Außerdem ist diese Legierung auch als FKS-Platin erhältlich, d.h. durch Zugabe einer Spur von Zirkonoxid kann die Nutzungsdauer weiter verlängert werden. Alternativ zu Platintiegeln bietet FLUXANA auch Tiegel aus Quarz (Verwendung nur im VITRIOX® ELECTRIC möglich) an.

Verwendung von Platingeschirr in der RFA

Art des in der RFA verwendeten Platingeschirrs

Tiegel:

Der Standardtiegel hat ein Volumen von 20 ml und wird für die meisten Schmelzvorgänge verwendet. Für einige spezielle Anwendungen, z. B. Ferrolegierungen und Schlacken, wird ein größerer Tiegel oder ein Tiegel mit Erhebungen verwendet, um einen erfolgreichen Schmelzaufschluss zu gewährleisten. Ein weiterer Spezialfall ist der Quarz-Tiegel. Er ist eine Entwicklung von FLUXANA, die das Aufschmelzen von Proben ermöglicht, die Platingeschirr beschädigen würden (z.B. Aluminium, Karbide, Nitride). Quarz-Tiegel können nur einmal verwendet werden und sind nur für den VITRIOX® ELECTRIC geeignet, nicht für den VITRIOX® GAS.

Abgießschale:

Abgießschalen gibt es in verschiedenen Größen, je nach dem RFA-Spektrometer, in dem die Schmelztabletten analysiert werden. Übliche Durchmesser liegen zwischen 29 und 39 mm.

Deckel:

Durch die Verwendung von Deckeln, die auf den Tiegel montiert werden, können flüchtige Elemente mit dem VITRIOX® ELECTRIC analysiert werden. So kann der Anwender beispielsweise Fluor und Chlor in einer Zementprobe analysieren. Ohne die Verwendung von Deckeln würden diese Elemente beim Schmelzen verdampfen.

Recycling von Platingeschirr:

Nach einiger Zeit nutzt sich das Platingeschirr ab. Beschädigungen an der Oberfläche und ein Absacken der Abgießschalen sind häufige Anzeichen für das Ende der Lebensdauer von Platingeschirr. Dann muss das Platingeschirr recycelt werden. FLUXANA bietet diesen Recycling-Service ohne Risiko und ohne Ausfallzeiten für die Kunden an.

Verwendung von Platingeschirr in der RFA

Hier sind einige Beispiele für Verschleißerscheinungen, die darauf hinweisen, dass das Platin bald recycelt werden sollte:

Schmelztiegel:

- Stark erhöhter Zeitaufwand für die Reinigung des Tiegels nach dem Schmelzen
- Zunehmende Menge an Probenresten im Tiegel nach dem Schmelzen (siehe Abb. 1 oben links)
- Stark aufgerauter Tiegelboden (siehe Abb. 1 oben rechts)
- Verformung des Tiegels und große Kratzer auf dem Tiegel
- Stark angegriffenes Platin mit oder ohne Löcher (Abb. 1 unten)



Abbildung 1: verschiedene Arten von Schäden an den Tiegeln

Verwendung von Platingeschirr in der RFA

Abgießschale:

- Verformung und große Kratzer in der Schale
- SchmelzTablette klebt an der Schale
- Stark aufgeraute Oberfläche (siehe Abb. 2 links)
- Unterseite der Schale ist nicht mehr gerade, sondern bildet eine Beule (s. Abb. 2 rechts)

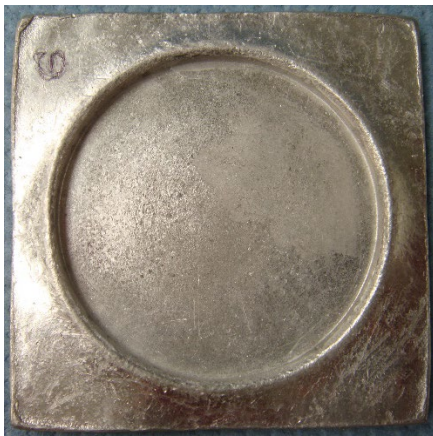


Abbildung 2: Stark aufgeraute Formenoberfläche (links), Formenboden bildet eine Beule (rechts)

Verfügbares Platingeschirr

Zur Durchführung des Schmelzaufschlusses werden sowohl Tiegel wie auch Abgießschalen

Platingeschirr für VITRIOX® ELECTRIC

Art.-Nr.	Beschreibung	Innen/Außendurchmesser in mm	Höhe mm	Boden mm	Gewicht g
FS-VIT01	Tiegel VIT.E	20 / 34	38	0,5	45
- FS-VID1	Deckel für FS-VIT01	-	-	-	8
FS-VIT02	Tiegel VIT.E Viscous	22,9 / 39,1	36	0,5	54
FS-VIT03	Tiegel VIT.E Ferro	22,9 / 39,1	36	0,5	55
- FS-VID02	Deckel für FS-VIT02/03	-	-	-	11
FS-VIA4012	Schale VIT.E	29 / 31	3,8	0,8	30
FS-VIA4011	Schale VIT.E	32 / 34	3,8	0,8	30
FS-VIA4010	Schale VIT.E	34 / 36	3,8	0,8	46
FS-VIA4009	Schale VIT.E	39 / 41	3,8	0,8	46
FS-VIA4015	Schale VIT.E	39 / 41	3,8	1,4	80

Verwendung von Platingeschirr in der RFA

Platingeschirr für VITRIOX® GAS

Art.-Nr.	Beschreibung	Innen/Außendurchmesser in mm	Höhe mm	Boden mm	Gewicht g
FS-OT866	Tiegel VIT.GAS	20 / 34	38	0,5	45
FS-OT867	Tiegel VIT.GAS	22,5 / 36	38	0,5	54
FS-OA434	Schale VIT.GAS	29 / 31	3,8	0,8	31
FS-OA877	Schale VIT.GAS	32 / 34	3,8	0,8	31
FS-OA438	Schale VIT.GAS	34 / 36	3,8	0,8	45
FS-OA439	Schale VIT.GAS	39 / 41	3,8	0,8	46

Tabelle 1: Tabelle 1 Übersicht Platingeschirr für VITRIOX® ELECTRIC

Standardapplikationen mit VITRIOX® ELECTRIC

Für Standardapplikationen werden 1g Probe und 8g Schmelzmittel (z.B. FX-X65) in den Tiegel FS-VIT01 eingewogen. Die Schmelzgeräte VITRIOX® ELECTRIC und GAS verfügen über fertige Schmelzprogramme, so dass der Tiegel mit Probe und die passende Abgießschale nur in das Gerät gelegt werden müssen und danach der Schmelzaufschluss vollautomatisch durchgeführt wird. Am Ende müssen Sie nur noch die fertige Glastablette der Abgießschale entnehmen und in der Röntgenfluoreszenz messen.

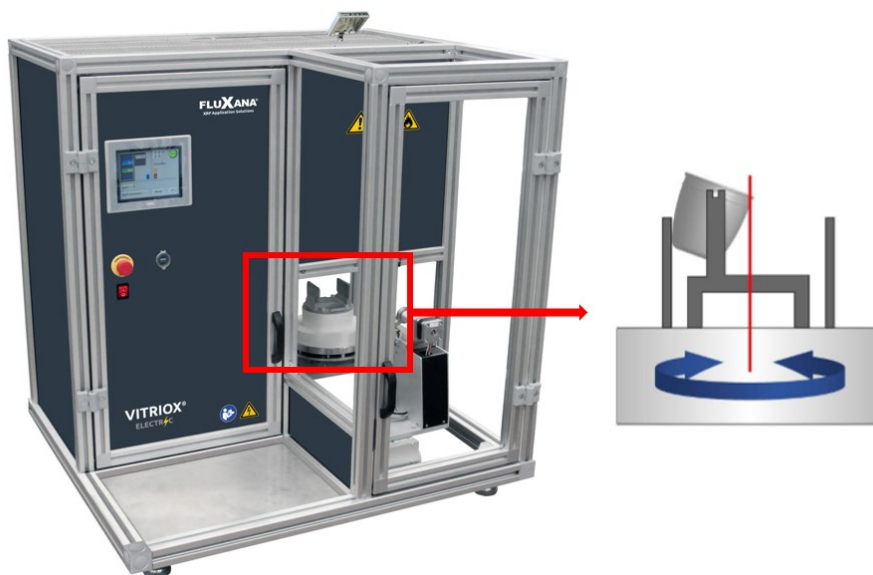


Abbildung 3: Rotationsrührprinzip beim VITRIOX® ELECTRIC

Verwendung von Platingschirr in der RFA

Das Besondere am VITRIOX® ELECTRIC ist das 3D Rührprinzip (Abb. 1). Dabei rotiert der Tiegel mit hoher Geschwindigkeit außerhalb der Drehachse. Durch Beschleunigen und Abbremsen entsteht dann der Rühreffekt wie in Abb. 2. gezeigt.



Abbildung 4: Anwendung des Rotationsrührprinzips beim VITRIOX® ELECTRIC im Tiegel

Verwendung von Platingschirr in der RFA

Reinigung des Platingschirrs nach dem Schmelzen.

Gebrauchtes Platingschirr muss in einem Ultraschallbad gereinigt werden:



Abbildung 5: Ultraschallbad für die Reinigung von Platin

Zubehör

Art.-Nr.	Beschreibung
FS-OZ327	Tiegelzange mit Platinschuhen, Länge 230 mm, ca. 5 g Pt
VU-US1.9kit	Ultraschallbad mit Heizung, Vol. ca. 1,9l zur Reinigung

Tabelle 2: Zange und Ultraschallbad sind wichtige Hilfsmittel für die Reinigung von Platingschirr nach dem Schmelzen

Weitere Informationen über die Verwendung des Ultraschallbads finden Sie in diesem Video:

[Link](#)

Die folgenden Lösungen und Einstellungen können für die Reinigung verwendet werden:

- 10%ige Zitronensäure in einem Becherglas bei 50°C im Ultraschallbad
- Schneller: 20% Zitronensäure in einem Becherglas bei 80°C im Ultraschallbad
- Effektiver, aber auch aggressiver: 10% HCl im Becherglas

Verwendung von Platingeschirr in der RFA

Nachdem das Platingeschirr im Ultraschallbad gereinigt wurde, muss es mit destilliertem Wasser abgewaschen und getrocknet werden.

Hinweis: Das Ultraschallbad darf nie direkt mit Säuren gefüllt werden. Bei Verwendung von Säuren muss ein Becherglas mit Gummiring und weißem Kunststoffdeckel verwendet werden.

Sicherheitshinweise für die Reinigung mit einem Ultraschallbad

- Nach dem Einsetzen des Glases darf der Wasserstand im Ultraschallbad nicht unter die Markierung sinken. Um ein Überlaufen zu vermeiden, darf das Bad aber auch nicht überfüllt werden. Das eingesetzte Becherglas muss frei im Becken schwimmen, ohne den Boden zu berühren.
- Die Füllung für das Ultraschallbad sollte nur aus Wasser mit einigen Tropfen Geschirrspülmittel bestehen.
- Feststoffe im Ultraschallbad und der Kontakt des Becherbodens mit dem Boden des Ultraschallbades begünstigen Lochfraß und damit Totalschäden.
- Bei der Verwendung von 10%iger Salzsäure, dem wirksamsten Reinigungsmittel, ist darauf zu achten, dass beim Herausnehmen des Geschirrs aus dem Ultraschallbad keine Säure in das Bad tropft. In diesem Fall muss das Wasser im Ultraschallbad sofort ausgetauscht werden, da sonst der Boden des Ultraschallbades in kurzer Zeit zerstört wird.
- Säuretropfen, die auf den weißen Kunststoffdeckel gelangen, müssen sofort entfernt werden (z. B. mit einem Papiertuch). Nicht mit Wasser spülen, während es auf dem Ultraschallbad liegt. Wenn gespült wird, dann nur unter fließendem Wasser im Spülbecken!
- Bei längerem Gebrauch wird die Reinigung von Platingeschirr schwieriger, da bei jedem Aufschmelzen eine kleine Menge Gold aus der Oberfläche herausgelöst wird.
- Tragen Sie bei der Arbeit mit HCL-Säure immer persönliche Schutzkleidung! Laborkittel, Schutzhandschuhe und Gesichtsschutz sind Pflicht.

Verwendung von Platingeschirr in der RFA

Sonderapplikationen mit VITRIOX® ELECTRIC und VITRIOX® GAS: Ferrolegierungen und Schlacken

Neben oxidischen Materialien, die einfach nur mit Schmelzmittel geschmolzen werden können, gibt es auch Materialien wie z.B. Ferrolegierungen oder Schlacken mit metallischem Anteilen die zusätzlich ein Oxidationsmittel benötigen um eine Beschädigung des Platingeschirrs zu vermeiden.

Im VITRIOX® ELECTRIC oder GAS kann für viele dieser Materialien Probe, Oxidationsmittel und Schmelzmittel direkt am Anfang in den Tiegel eingewogen werden. Da aber im Tiegel für die Oxidationsreaktion mehr Volumen benötigt wird, wurde dafür extra der Tiegel FS-VIT03 entwickelt (siehe Abb.6).



Abbildung 6: Tiegel FS-VIT03 und FS-OT867 im Vergleich zum Standardtiegel FS-VIT01

Verwendung von Platingeschirr in der RFA

Sonderapplikationen mit VITRIOX® ELECTRIC: hochviskose Schmelzen wie z.B. Sandproben oder Phosphate

Der Schmelzaufschluss im VITRIOX® ELECTRIC zeichnet sich durch seine hohe Wiederholpräzision in der RFA-Analytik aus. Damit ist er auch allen anderen kommerziell erhältlichen Schmelzgeräten überlegen. Ursache dafür ist das einmalige, patentierte Rührprinzip. Grundsätzlich hängt die Effizienz des Rührens von der Viskosität der Schmelze ab. Wird diese zu hoch, lässt sich der Inhalt des Tiegels nicht mehr homogenisieren. Um dieses Problem zu umgehen hat FLUXANA den Sondertiegel FS-VIT02 entwickelt. Dieser Tiegel ist mit Dellen und einem Champagnerboden versehen. Durch diese Oberflächenveränderungen wird die Schmelze zur Durchmischung gezwungen. In einer umfangreichen Bachelorarbeit wurde dieses neue Rührprinzip erfolgreich entwickelt (siehe Abb. 7). Dabei wurde untersucht welche Rührgeschwindigkeit mindestens erforderlich ist um eine homogene Schmelze mit ausreichender Präzision zu erzielen. Das Diagramm zeigt im Ergebnis, dass der neue Tiegel FS-VIT02 eine deutlich kleinere Rührgeschwindigkeit als der Standardtiegel FS-VIT01 benötigt und damit für hochviskose Schmelzen besonders geeignet ist.

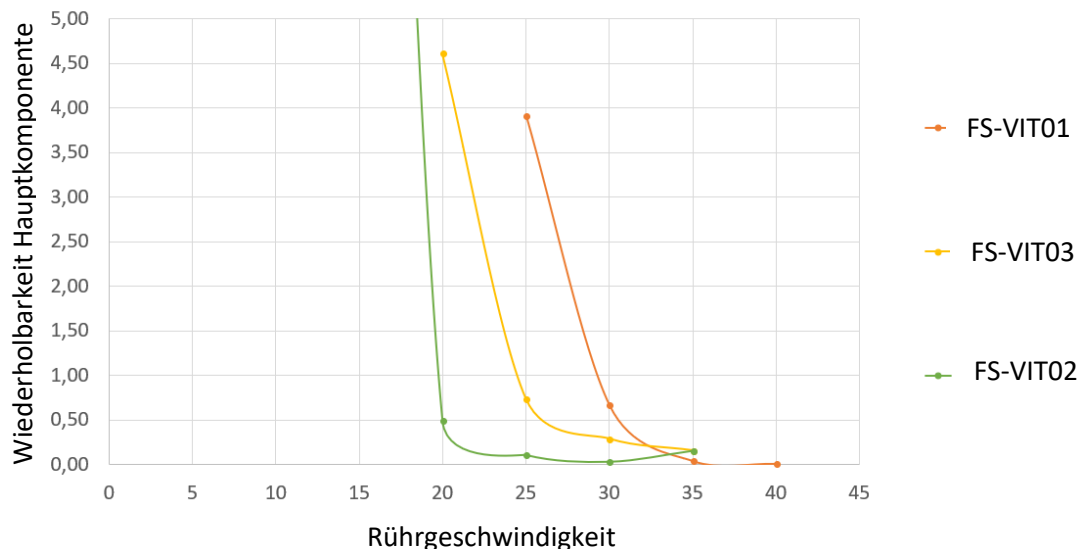


Abbildung 7: Rührgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Präzision bei unterschiedlichen Tiegelformen.

Verwendung von Platingeschirr in der RFA

Sonderapplikationen mit VITRIOX® ELECTRIC: Einsatz von Quarztiegeln

Es kommt immer wieder vor, dass das Aufschmelzen von Proben, die sogenannte Platingifte (Sulfide, Metalle insbesondere Aluminium, Carbide, Nitride) enthalten, zu erheblichen Schäden an den eingesetzten Platin-/Gold-Tiegeln führen. In einem gesonderten Whitepaper wird der Einsatz von Quarztiegeln als Alternative zu Platintiegeln beschrieben [2].

Literatur

- [1] Rainer Schramm, Röntgenfluoreszenzanalyse in der Praxis, korrigierte Auflage II, FLUXANA (2017).
- [2] Whitepaper: Einsatz von Quarztiegeln als Ersatz für Platintiegel im elektrischen Schmelzgerät VITRIOX®.
- [3] Whitepaper: Einfluss des Rührmechanismus auf die Präzision des Schmelzaufschlusses bei VITRIOX® GAS und ELECTRIC.
- [4] www.fluxana.com