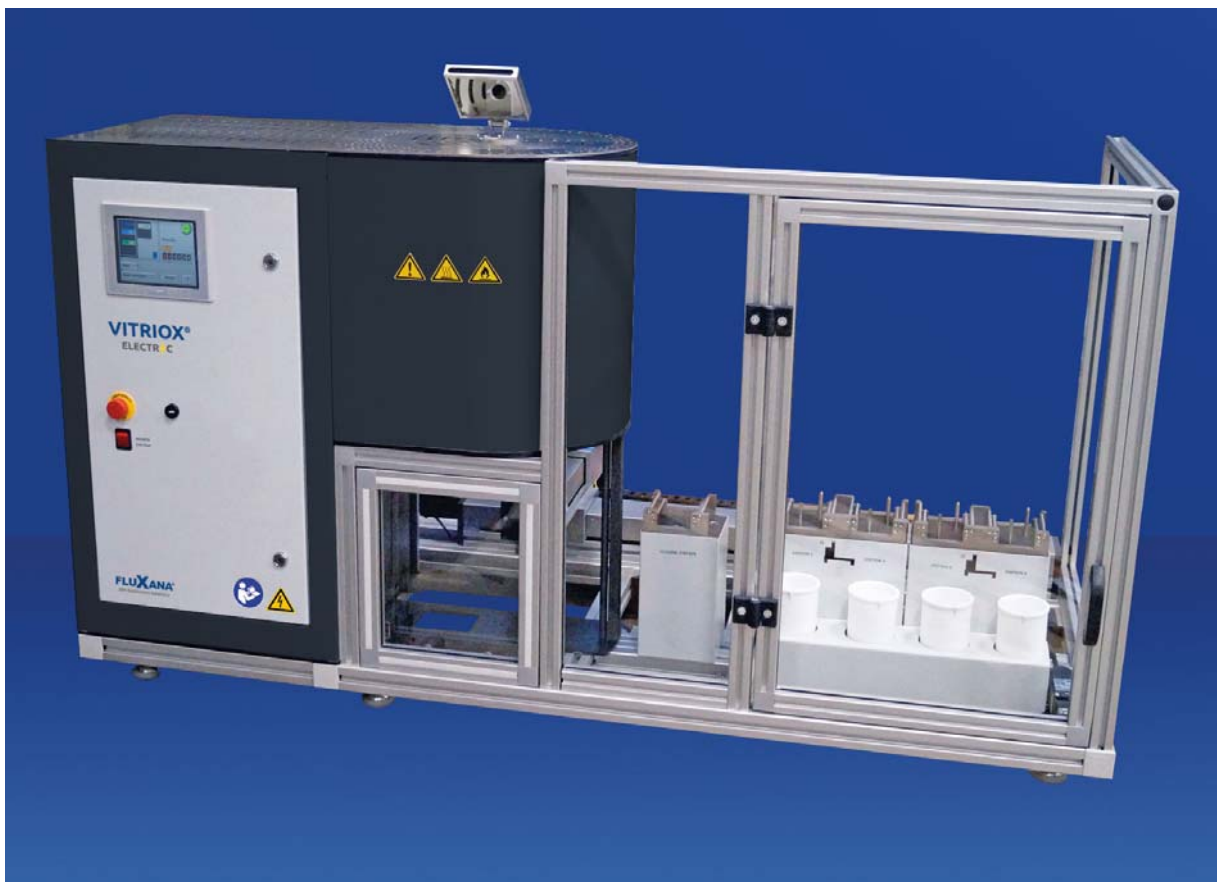


## RFA Analyse von Feldspat und Silikaten in der Glasindustrie mittels Boratschmelzen

### Einleitung

Die Analyse von Rohmaterialien mit der RFA ist eine gängige Standardmethode [1,2]. Um eine hohe Präzision und damit auch Richtigkeit zu gewährleisten werden die Proben mittels Boratschmelzen vorbereitet. Wichtig dabei ist, dass die Probe 100% in dem Borat aufgeschlossen wird und eine homogene Schmelztablette produziert wird. Das elektrische Schmelzgerät von FLUXANA garantiert beides. Wichtiger Indikator für die Leistungsfähigkeit ist das Element Silizium. Es wird nur homogen in der Tablette verteilt, wenn sowohl die Temperatur stabil eingehalten wird als auch der Rührmechanismus effektiv funktioniert.



**Abb. 1** Elektrisches Schmelzgerät mit 4 Stationen RFA und ICP.

## RFA Analyse von Feldspat und Silikaten in der Glasindustrie mittels Boratschmelzen

Die hier vorgestellte Methode nutzt die Möglichkeiten des neuen elektrischen Schmelzaufschlussgerätes (ESG) von FLUXANA:

- Stabile Temperatursteuerung
- Hohe Präzision
- Schmelzen mit Deckeln



**Abb.2 Tiegel für elektrisches Schmelzgerät mit abnehmbarem Deckel.**

### Durchführung

Die Probenpräparation der 1 Stunde bei 950°C geglühten Proben erfolgte mit Boratschmelzen. Das Verhältnis zwischen Probe und Schmelzmittel wurde bei 1:8 festgelegt. Damit wurde eine hohe Empfindlichkeit und Präzision für alle Elemente erreicht.

### Probenpräparation

Sand, Feldspat geglüht\* 1g

Schmelzmittel FX-X65\*\* 8g

\*1h bei 950°C

\*\*66% Lithiumtetraborat + 34% Lithiummetaborat

### RFA Analyse von Feldspat und Silikaten in der Glasindustrie mittels Boratschmelzen

#### Ergebnisse

Abb. 3 Mehrfachpräparation der CRM Probe NIST 1413. Vergleich mit zertifizierten Konzentrationen.

Sand sample (NIST1413) conc. mass %									
Preparation No	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BaO	CaO	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	MgO	Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O
1	9,93	0,12	0,74	0,006	0,270	3,92	0,045	0,006	1,68
2	9,87	0,11	0,73	0,005	0,268	3,92	0,059	0,006	1,69
3	9,92	0,11	0,73	0,006	0,269	3,92	0,049	0,007	1,67
4	9,88	0,13	0,74	0,006	0,273	3,90	0,056	0,005	1,67
5	9,93	0,12	0,73	0,005	0,269	3,92	0,042	0,006	1,68
6	9,91	0,12	0,74	0,004	0,269	3,91	0,056	0,005	1,68
7	9,89	0,11	0,73	0,006	0,271	3,91	0,056	0,005	1,67
8	9,92	0,11	0,74	0,006	0,269	3,92	0,062	0,006	1,67
9	9,92	0,11	0,73	0,004	0,273	3,91	0,064	0,006	1,70
10	9,91	0,11	0,74	0,006	0,272	3,90	0,058	0,008	1,67
<b>Mean</b>	<b>9,91</b>	<b>0,12</b>	<b>0,74</b>	<b>0,005</b>	<b>0,270</b>	<b>3,91</b>	<b>0,054</b>	<b>0,006</b>	<b>1,68</b>
Stdev	0,02	0,01	0,01	0,001	0,002	0,01	0,007	0,001	0,01
<b>Certificate</b>	<b>9,9</b>	<b>0,12</b>	<b>0,74</b>		<b>0,24</b>	<b>3,94</b>	<b>0,06</b>		<b>1,75</b>

Sand sample (NIST1413) conc. mass %									
Preparation No	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	SiO <sub>2</sub>	SrO	TiO <sub>2</sub>	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	ZnO	ZrO <sub>2</sub>	LOI	Sum
1	0,039	82,83	0,010	0,111	0,009	0,005	0,007	1,52	99,7
2	0,041	82,77	0,015	0,113	0,007	0,004	0,011	1,49	99,6
3	0,040	82,79	0,010	0,110	0,007	0,004	0,008	1,50	99,6
4	0,040	82,76	0,012	0,112	0,006	0,004	0,004	1,49	99,6
5	0,039	82,83	0,009	0,114	0,007	0,004	0,009	1,55	99,7
6	0,041	82,68	0,005	0,113	0,007	0,004	0,005	1,55	99,5
7	0,038	82,72	0,014	0,110	0,008	0,004	0,006	1,59	99,7
8	0,043	82,86	0,012	0,112	0,008	0,004	0,015	1,58	99,7
9	0,039	82,83	0,010	0,116	0,008	0,004	0,009	1,62	99,8
10	0,039	82,67	0,015	0,121	0,009	0,004	0,012	1,52	99,5
<b>Mean</b>	<b>0,040</b>	<b>82,77</b>	<b>0,011</b>	<b>0,113</b>	<b>0,008</b>	<b>0,004</b>	<b>0,009</b>	<b>1,54</b>	<b>99,6</b>
Stdev	0,001	0,07	0,003	0,003	0,001	0,000	0,003	0,04	0,1
		<b>82,77</b>		<b>0,11</b>					

### RFA Analyse von Feldspat und Silikaten in der Glasindustrie mittels Boratschmelzen

Abb. 4 Mehrfachpräparation zweier Feldspatproben.

Feldspar (128) conc. mass %									
Preparation No	Al2O3	BaO	CaO	Cr2O3	Fe2O3	K2O	MgO	Mn2O3	Na2O
1	20,17	0,000	0,87	0,001	0,041	0,19	0,005	0,003	10,60
2	20,21	0,008	0,88	0,003	0,039	0,18	0,009	0,002	10,63
3	20,19	0,004	0,88	0,002	0,040	0,19	0,030	0,002	10,63
4	20,07	0,009	0,89	0,002	0,054	0,19	0,018	0,002	10,62
5	20,13	0,007	0,88	0,003	0,047	0,19	0,010	0,002	10,62
6	20,14	0,004	0,88	0,001	0,044	0,19	0,022	0,003	10,64
7	20,18	0,005	0,89	0,003	0,038	0,19	0,020	0,003	10,66
8	20,19	0,009	0,87	0,002	0,039	0,19	0,012	0,002	10,63
9	20,11	0,006	0,87	0,001	0,040	0,19	0,022	0,003	10,63
10	20,09	0,004	0,88	0,002	0,039	0,19	0,021	0,003	10,59
<b>Mean</b>	<b>20,15</b>	<b>0,006</b>	<b>0,88</b>	<b>0,002</b>	<b>0,042</b>	<b>0,19</b>	<b>0,017</b>	<b>0,003</b>	<b>10,62</b>
Stdev	0,05	0,003	0,01	0,001	0,005	0,00	0,008	0,001	0,02

Feldspar (128) conc. mass %								
Preparation No	P2O5	SiO2	SrO	TiO2	V2O5	ZnO	LOI	Summe
1	0,008	68,31	0,052	0,038	0,005	0,001	0,14	100,2
2	0,008	68,38	0,039	0,025	0,006	0,001	0,14	100,3
3	0,007	68,34	0,047	0,025	0,005	0,001	0,13	100,1
4	0,009	68,26	0,035	0,040	0,005	0,001	0,12	100,1
5	0,008	68,20	0,041	0,020	0,005	0,001	0,12	100,1
6	0,008	68,36	0,036	0,022	0,005	0,002	0,12	100,1
7	0,009	68,37	0,053	0,022	0,004	0,001	0,12	100,3
8	0,008	68,28	0,044	0,024	0,004	0,001	0,12	100,3
9	0,012	68,40	0,032	0,023	0,005	0,001	0,11	100,2
10	0,010	68,14	0,040	0,021	0,005	0,001	0,11	99,9
<b>Mean</b>	<b>0,008</b>	<b>68,30</b>	<b>0,042</b>	<b>0,026</b>	<b>0,005</b>	<b>0,001</b>	<b>0,12</b>	<b>100,2</b>
Stdev	0,001	0,08	0,007	0,007	0,001	0,000	0,01	0,1

### RFA Analyse von Feldspat und Silikaten in der Glasindustrie mittels Boratschmelzen

Feldspar (129) conc. mass %									
Preparation No	Al2O3	BaO	CaO	Cr2O3	Fe2O3	K2O	MgO	Mn2O3	Na2O
1	16,46	0,13	0,14	0,002	0,120	10,81	0,031	0,004	2,08
2	16,57	0,13	0,13	0,004	0,123	10,74	0,031	0,004	2,08
3	16,68	0,14	0,14	0,003	0,126	10,80	0,023	0,002	2,10
4	16,55	0,13	0,13	0,002	0,121	10,81	0,024	0,004	2,11
5	16,62	0,13	0,14	0,002	0,129	10,80	0,028	0,003	2,08
6	16,54	0,13	0,15	0,002	0,121	10,78	0,026	0,003	2,10
7	16,57	0,13	0,14	0,003	0,125	10,80	0,033	0,004	2,09
8	16,62	0,14	0,13	0,002	0,137	10,82	0,028	0,004	2,09
9	16,58	0,13	0,14	0,003	0,124	10,82	0,026	0,003	2,09
10	16,52	0,14	0,15	0,002	0,118	10,81	0,032	0,003	2,08
<b>Mean</b>	<b>16,57</b>	<b>0,13</b>	<b>0,14</b>	<b>0,002</b>	<b>0,124</b>	<b>10,80</b>	<b>0,028</b>	<b>0,003</b>	<b>2,09</b>
Stdev	0,06	0,00	0,01	0,001	0,005	0,02	0,004	0,001	0,01

Feldspar (129) conc. mass %								
Preparation No	P2O5	SiO2	TiO2	V2O5	ZnO	ZrO2	LOI	Summe
1	0,073	70,01	0,030	0,006	0,002	0,008	0,44	99,7
2	0,072	70,12	0,052	0,005	0,002	0,004	0,44	99,8
3	0,074	70,15	0,030	0,007	0,001	0,004	0,47	100,3
4	0,073	70,04	0,040	0,005	0,001	0,004	0,47	99,9
5	0,071	70,16	0,038	0,007	0,001	0,006	0,45	100,1
6	0,071	70,01	0,036	0,007	0,001	0,005	0,45	99,9
7	0,070	70,03	0,039	0,006	0,001	0,003	0,45	100,0
8	0,071	70,06	0,038	0,006	0,002	0,003	0,45	100,1
9	0,073	70,12	0,035	0,006	0,001	0,003	0,42	99,9
10	0,071	70,09	0,035	0,005	0,001	0,005	0,42	100,0
<b>Mean</b>	<b>0,072</b>	<b>70,08</b>	<b>0,037</b>	<b>0,006</b>	<b>0,001</b>	<b>0,004</b>	<b>0,45</b>	<b>99,9</b>
Stdev	0,001	0,06	0,006	0,001	0,000	0,002	0,02	0,2

Die Ergebnisse zeigen die sehr hohe Präzision und Richtigkeit. Verantwortlich dafür ist die softwaregesteuerte Temperaturführung des elektrischen Schmelzgerätes. Das kreisförmige Rühren mit hoher Geschwindigkeit sorgt dafür, dass auch schwer zu lösende Elemente wie Silizium homogen in der Schmelztablette verteilt werden. Flüchtige Elemente wie Natrium oder Kalium werden durch das geschlossene Ofendesign zurückgehalten und gehen deshalb nicht verloren.

## RFA Analyse von Feldspat und Silikaten in der Glasindustrie mittels Boratschmelzen

### Zusammenfassung

Die hier vorgestellten Ergebnisse belegen klar, dass mit dem neuen elektrischen Schmelzgerät von FLUXANA Boratschmelzen mit höchster Präzision hergestellt werden können. Flüchtige Elemente wie z.B. die Alkalien, deren Präzision besonders von der Temperaturstabilität des Schmelzgerätes abhängt, können zufriedenstellend analysiert werden. Auch schwer lösliche Elemente wie Silizium lassen sich mit hoher Präzision bestimmen.

### Literatur

[1] Rainer Schramm, Röntgenfluoreszenzanalyse in der Praxis, korrigierte Auflage II, FLUXANA (2017).

[2] [www.fluxana.com](http://www.fluxana.com)