

Röntgenfluoreszenzanalyse von NaCl und KCl mittels Boratschmelzen und VITRIOX®

Einleitung

Die Analyse von chloridhaltigen Stoffen mit der RFA ist eine stetige Herausforderung, da Chlor in den Boratschmelzen eine hohe Flüchtigkeit aufweist. Das führt bei bisherigen Schmelzaufschlussystemen zu einer nur schlechten Wiederholbarkeit.

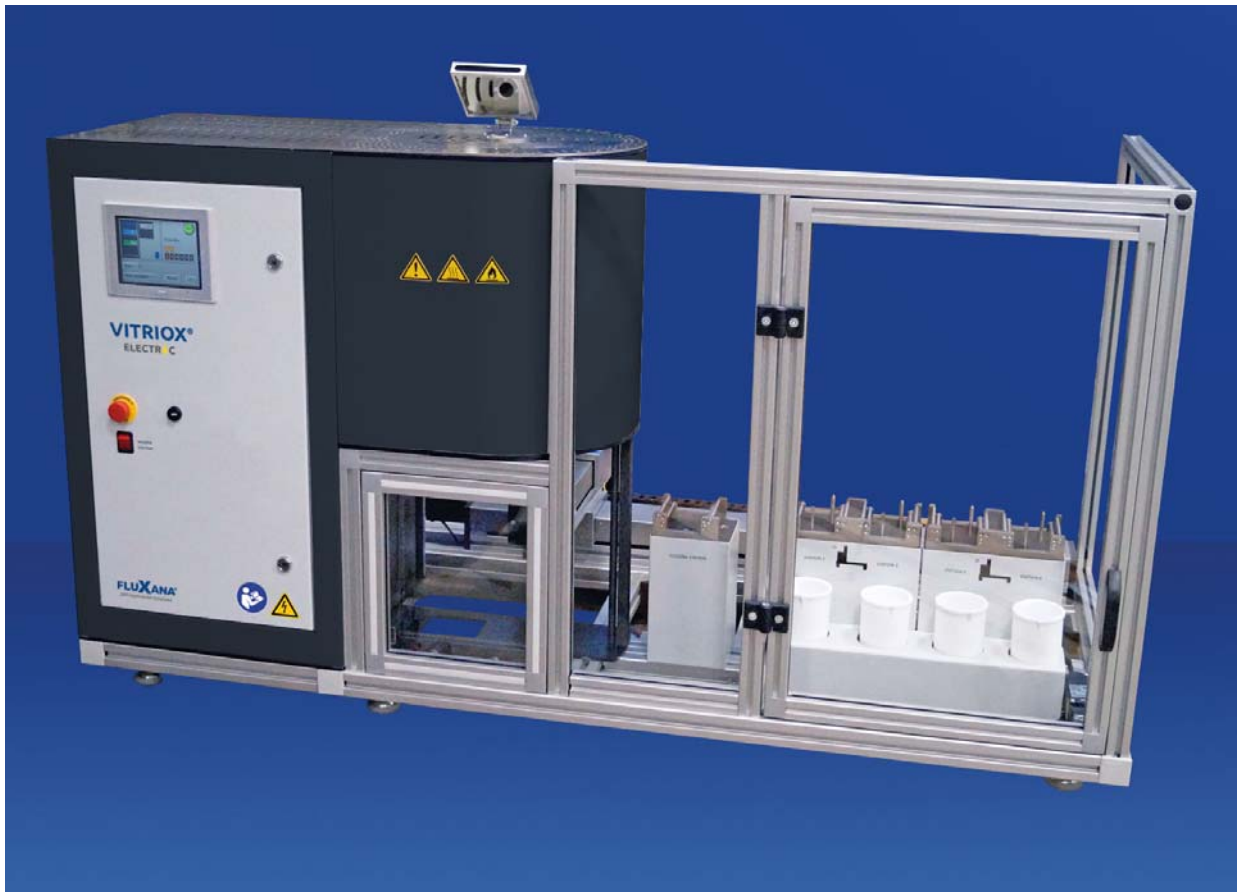


Abb. 1 Elektrisches Schmelzgerät mit 4 Stationen RFA und ICP.

Röntgenfluoreszenzanalyse von NaCl und KCl mittels Boratschmelzen und VITRIOX®

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

- Präzise Temperatursteuerung
- Hohe Präzision
- Schmelzen mit Deckeln



Abb.2 Tiegel für elektrisches Schmelzgerät mit abnehmbarem Deckel.

Durchführung

Die Probenpräparation der bei 105°C getrockneten Probe erfolgte mit Boratschmelzen wobei das Verhältnis zwischen Probe und Schmelzmittel 1:8 beträgt. Damit wird eine hohe Empfindlichkeit für Chlor aber auch Natrium und Kalium erreicht.

Probenpräparation

NaCl, KCl getrocknet 1g

Schmelzmittel FX-X65* 8g

*66% Lithiumtetraborat + 34% Lithiummetaborat

Röntgenfluoreszenzanalyse von NaCl und KCl mittels Boratschmelzen und VITRIOX®

Kalibrierung

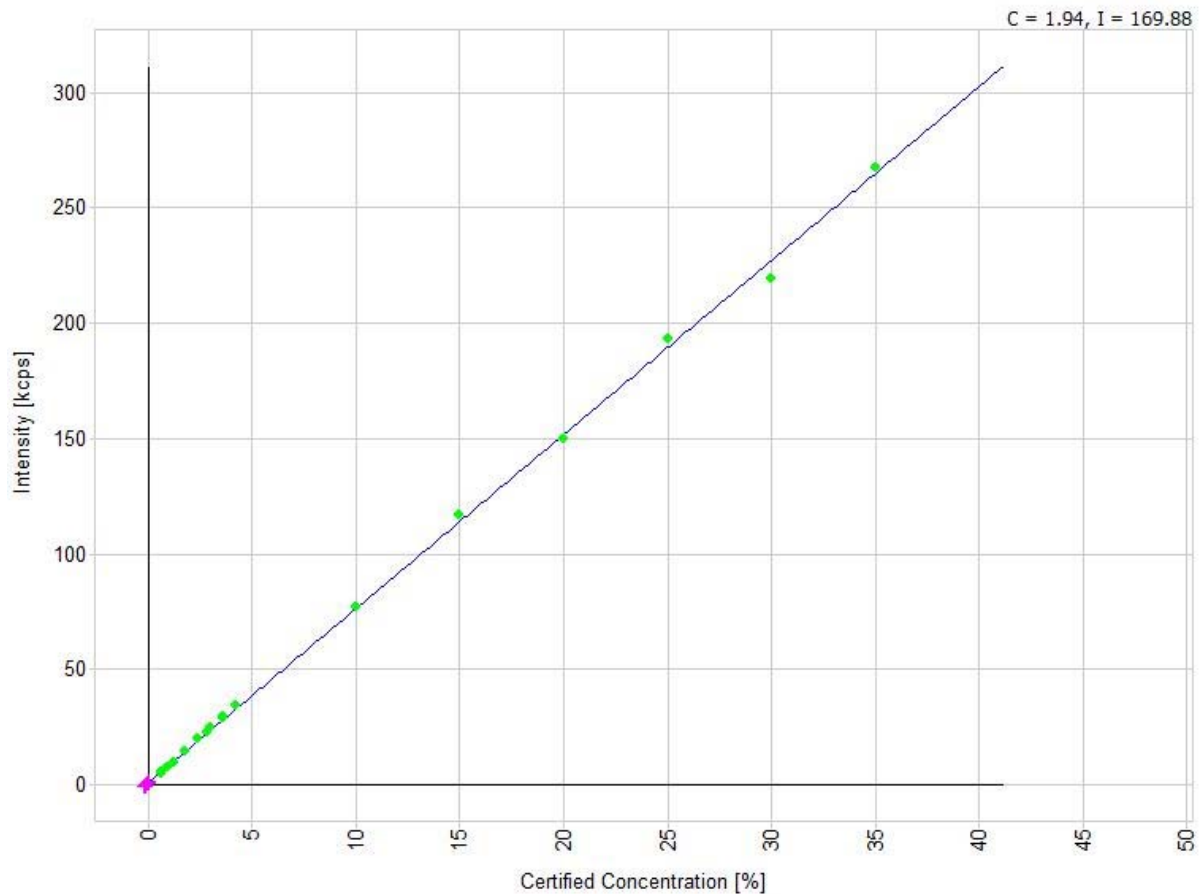


Abb. 3 Chlorkalibrierung in Rohstoffen, FLUXANA Applikationspaket RAW-CL, Kalibrierfehler RMS = 0.25%. Die oberen Punkte sind NaCl, die unteren KCl Standards.

Die Kalibrierproben wurden synthetisch aus den Reinchemikalien NaCl und KCl mit Hilfe des elektrischen Schmelzgerätes von FLUXANA hergestellt. Alle Proben wurden als Duplikat geschmolzen. Der erzielte Kalibrierfehler für Chlor ist 0,25%. Es gibt eine systematische Abweichung zwischen KCl und NaCl was an der unterschiedlichen Flüchtigkeit der Verbindungen liegt.

Validierung der Probenpräparation

Tabelle 1 zeigt die Resultate von Wiederholpräparationen mit dem VITRIOX von Proben die hohe NaCl und KCl Konzentrationen enthalten.

Röntgenfluoreszenzanalyse von NaCl und KCl mittels Boratschmelzen und VITRIOX®

Tabelle 1 Wiederholbarkeit von Chlorid in Proben mit hohen NaCl und KCl Konzentration.

%	Cl	Na ₂ O	SiO ₂	%	Cl	K ₂ O	SiO ₂
SiO ₂ -NaCl Präp. 1	30,30	26,97	44,44	SiO ₂ -KCl - Präp. 1	23,53	32,49	44,22
SiO ₂ -NaCl Präp. 2	30,39	27,04	44,45	SiO ₂ -KCl - Präp. 2	23,36	32,44	44,20
SiO ₂ -NaCl Präp. 3	30,28	26,96	44,44	SiO ₂ -KCl - Präp. 3	23,41	32,62	44,13
SiO ₂ -NaCl Präp. 4	30,30	26,98	44,40	SiO ₂ -KCl - Präp. 4	23,36	32,46	44,22
SiO ₂ -NaCl Präp. 5	30,17	26,98	44,43	SiO ₂ -KCl - Präp. 5	23,40	32,43	44,21
Mittelwert	30,29	26,99	44,43	Mittelwert	23,41	32,49	44,20
Standardabw.	0,08	0,03	0,02	Standardabw.	0,07	0,08	0,04

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. Chlor, deren Präzision besonders von der Temperaturstabilität des Schmelzgerätes abhängt, können nun zufriedenstellend analysiert werden. Was bleibt ist ein systematischer Fehler in Abhängigkeit der Bindungsform von Chlor. Dies muss in die Planung der Analytik miteinbezogen werden.

Literatur

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