

## Einfluss des Rührmechanismus auf die Präzision des Schmelzaufschlusses bei VITRIOX GAS und ELECTRIC

### Einleitung

Ein wichtiger Aspekt bei der Probenpräparation für die Röntgenfluoreszenzanalyse mit Hilfe von Schmelzaufschlüssen ist die Homogenisierung der Schmelze. Davon hängt im Wesentlichen ab, ob die Schmelztablette nach dem Abkühlen reißt oder mechanisch stabil bleibt. Hat man eine stabile Schmelztablette erhalten, kann aber nur mit Hilfe der analytischen Präzision (z.B. aus 10 Wiederholpräparationen) beurteilen, ob die Probe tatsächlich homogen in dem Schmelzmittel aufgelöst wurde.

### Kreisförmiges Rühren vs. schwenkendes Rühren

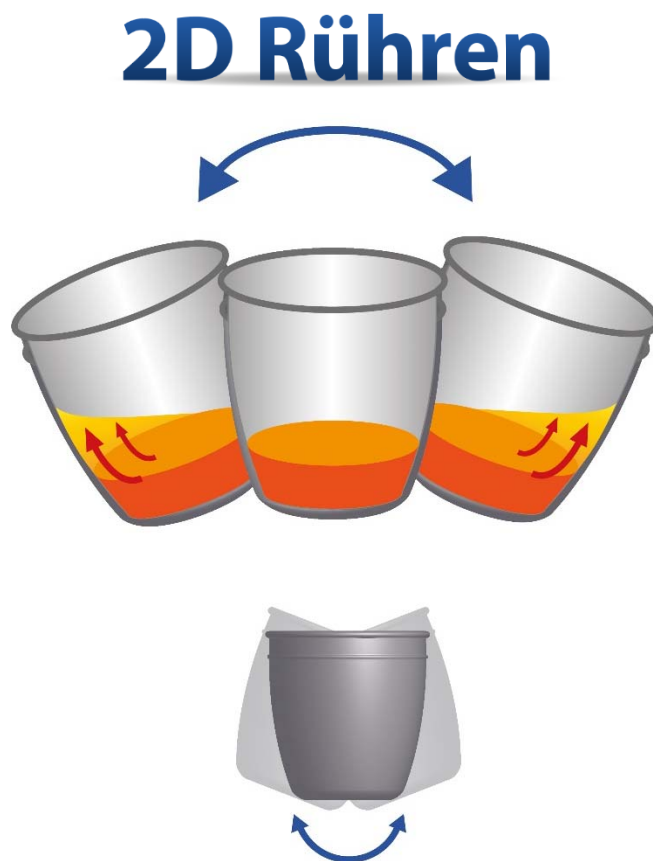
Die Schmelzgeräte VITRIOX GAS und VITRIOX ELECTRIC benutzen beide einen kreisförmigen Rührmechanismus, der die Probe durch die Zentrifugalkraft und die Beschleunigung und das Abbremsen durchmischt. Im Prinzip so wie man den Zucker in den Kaffee oder Tee einrührt.



Abb. 1: Die Abbildung zeigt das Prinzip des kreisförmigen 3D Rührens der VITRIOX Geräte.

## Einfluss des Rührmechanismus auf die Präzision des Schmelzaufschlusses bei VITRIOX GAS und ELECTRIC

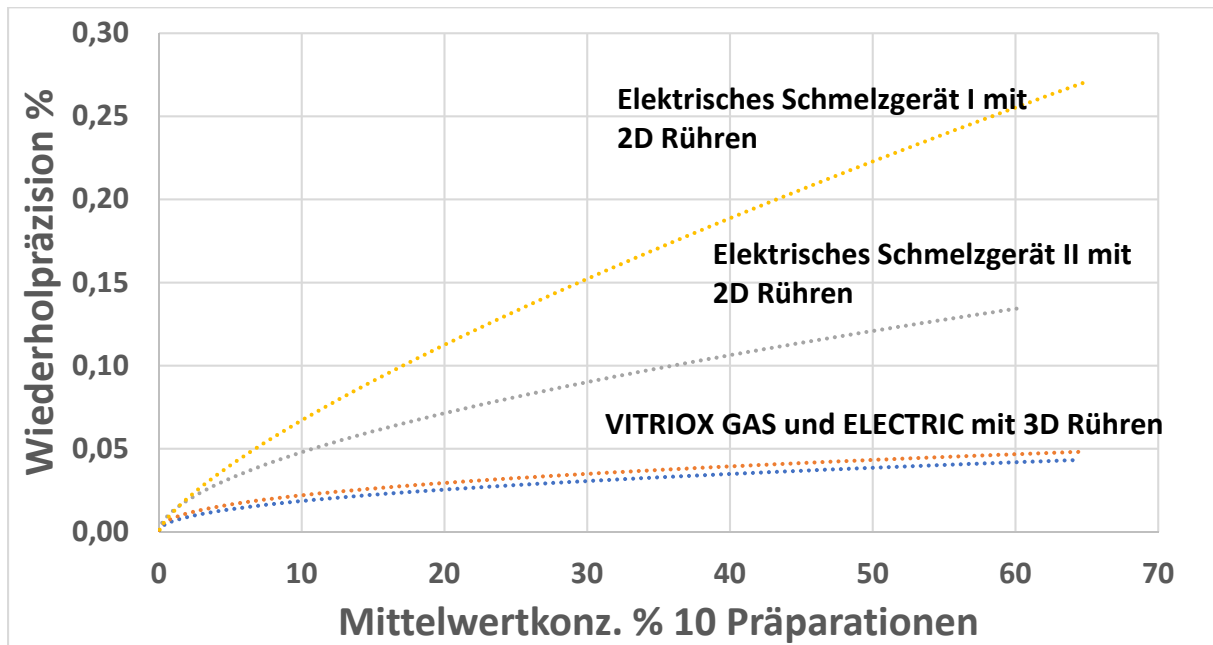
Alle anderen elektrischen Schmelzgeräte benutzen das sogenannte Schwenken als Rührmechanismus. Dabei wird der Tiegel in einer Ebene hin- und her bewegt. Jedem Anwender wird sofort klarwerden, dass dieser Rührmechanismus viel länger braucht um eine Probe homogen zu durchmischen. Versuchen Sie das doch mal mit dem Zucker im Kaffee oder Tee.



**Abb. 2:** Die Abbildung zeigt das Prinzip des 2D Rührens in Form von Schwenken des Tiegels.

Was offensichtlich klingt kann man auch analytisch nachweisen, indem man auf jedem Schmelzgerät 10 Wiederholpräparationen ein und derselben Probe unter gleichen Bedingungen macht und danach die Standardabweichung der Konzentration bestimmt (man spricht dann auch von Wiederholpräzision der Schmelze).

### Einfluss des Rührmechanismus auf die Präzision des Schmelzaufschlusses bei VITRIOX GAS und ELECTRIC



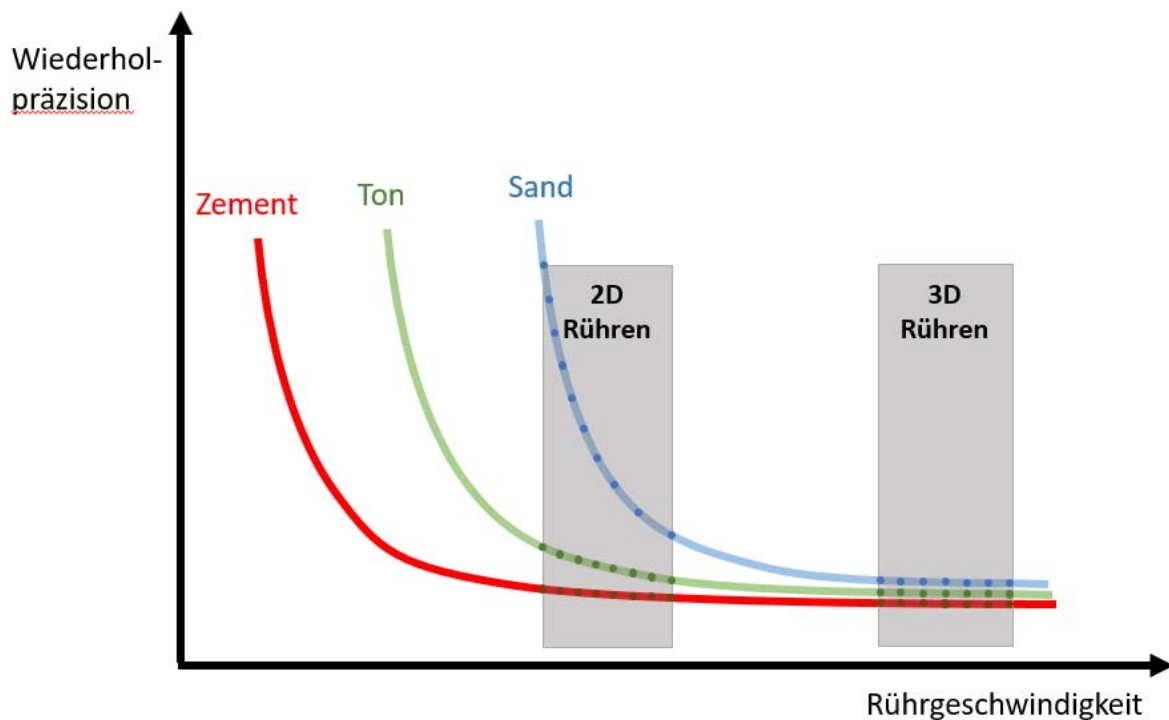
**Abb. 3:** Die Kurven zeigen die Abhängigkeit der Wiederholpräzision zu der Konzentration im Schmelzaufschluss verschiedener Schmelzgeräte. Es ist klar zu erkennen, dass unter gleichen Bedingungen das kreisförmige Rühren zur besten Wiederholpräzision führt.

Die Kurven in Abbildung 3 zeigen die Abhängigkeit der Wiederholpräzision zu der Konzentration im Schmelzaufschluss von vier verschiedenen Schmelzgeräten. VITRIOX GAS und ELECTRIC benutzen kreisförmiges Rühren und die beiden Konkurrenzgeräte einen Schwenkmechanismus zum Rühren. An der Absoluthöhe der Kurven ist klar zu erkennen, dass unter gleichen Bedingungen das kreisförmige Rühren zur besten Wiederholpräzision also dem kleinsten Fehler führt.

#### Abhängigkeit der Homogenität von der Rührgeschwindigkeit

Die Wiederholpräzision einer Schmelze hängt aber auch vom Probenmaterial ab. So zeigen verschiedene Materialien ein unterschiedliches Verhalten. Haupteinfluss ist dabei die Viskosität der Schmelze, also je höher die Viskosität desto stärker muss man Rühren. In Abb.4 ist klar zu erkennen, dass Sand mit sehr viel Silicium stärker gerührt werden muss als z.B. Zement. Nur mit Hilfe des 3D Rührens der VITRIOX Geräte ist gewährleistet, dass alle Materialien ausreichend homogenisiert werden können. Ein reines Schwenken als 2D Rühren reicht dabei oft nicht aus.

### Einfluss des Rührmechanismus auf die Präzision des Schmelzaufschlusses bei VITRIOX GAS und ELECTRIC



**Abb. 4:** Die Kurven zeigen die Abhängigkeit der Wiederholpräzision zu der Rührgeschwindigkeit im Schmelzaufschluss verschiedener Materialien. Das 3D Rühren führt zu einer wesentlich besseren Wiederholpräzision für verschiedene Materialien.

#### Literatur

- [1] Rainer Schramm, Röntgenfluoreszenzanalyse in der Praxis, korrigierte Auflage II, FLUXANA (2017).
- [2] [www.fluxana.com](http://www.fluxana.com)