

## Einsatz von Quarztiegeln als Ersatz für Platintiegel im elektrischen Schmelzgerät VITRIOX®

### Einleitung

Schmelzaufschlüsse von nichtmetallischen Feststoffen werden im analytischen Alltag routinemäßig durchgeführt. Im vorliegenden Erfahrungsbericht wird über den Einsatz von Quarztiegeln als Alternative zu Platintiegeln im automatisierten Schmelzaufschluss berichtet.

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.

Deshalb wird immer wieder der Wunsch laut, Tiegel aus alternativen Materialien einzusetzen. In Zusammenarbeit mit der Hochschule Rhein-Waal in Kleve wurde der Einsatz von Quarztiegeln als Alternative untersucht.



**Abb. 1** Elektrisches Schmelzgerät mit 2 Stationen, Quarztiegel in der Anwendung.

### Einsatz von Quarztiegeln als Ersatz für Platintiegel im elektrischen Schmelzgerät VITRIOX®



Zur praktischen Anwendung wurde auf Basis des **Applikationssets ‚Schlacken und Stäube‘** eine Kalibrierung unter Verwendung von Quarztiegeln durchgeführt. Diese Applikation zeichnet sich dadurch aus, dass Proben, die reduzierte Bestandteile wie z.B. Sulfide, Nitride, Carbide, Kohlenstoff, Metalle oder ähnliches enthalten, vor der eigentlichen Schmelze durch ein starkes Oxidationsmittel oxidiert werden und damit der Schmelzaufschluss erfolgreich durchgeführt werden kann.

#### Probenpräparation

Probe 0,4g  
 Schmelzmittel FX-X65\* 9g  
 Oxidationsmittel FX-OXY7\*\* 1g

\*66% Lithiumtetraborat + 34% Lithiummetaborat

\*\*Strontiumnitrat

Component	Slags and Dusts	
	Min %	Max %
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	78,0
CaO	0	98,0
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0	18,0
Cu	0	0,2
Fe	0	70,0
K <sub>2</sub> O	0	2,5
MgO	0	22,0
Mn	0	10,0
Na <sub>2</sub> O	0	3,0
Ni	0	0,04
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0	16,0
Pb	0	4,0
S	0	1,5
SiO <sub>2</sub>	0	60,0
TiO <sub>2</sub>	0	13,0
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0	1,0
Zn	0	20,0

**Tabelle 1: Kalibrierbereiche des Applikationspaketes Schlacken und Stäube.**

## Einsatz von Quarztiegeln als Ersatz für Platintiegel im elektrischen Schmelzgerät VITRIOX®

### Durchführung

Die Probe wird mit dem Oxidationsmittel gemischt und oben auf das im Quarztiegel vorgelegte Schmelzmittel aufgelegt. Danach wird die Probe bei 1200°C im elektrischen Schmelzgerät VITRIOX geschmolzen.



### Kalibrierung

Tabelle 1 zeigt die Kalibrierbereiche, die durch die Standardproben des Applikationssets abgedeckt werden. In Abbildung 2 wird beispielhaft die Kalibrierung des Elements Calcium gezeigt.

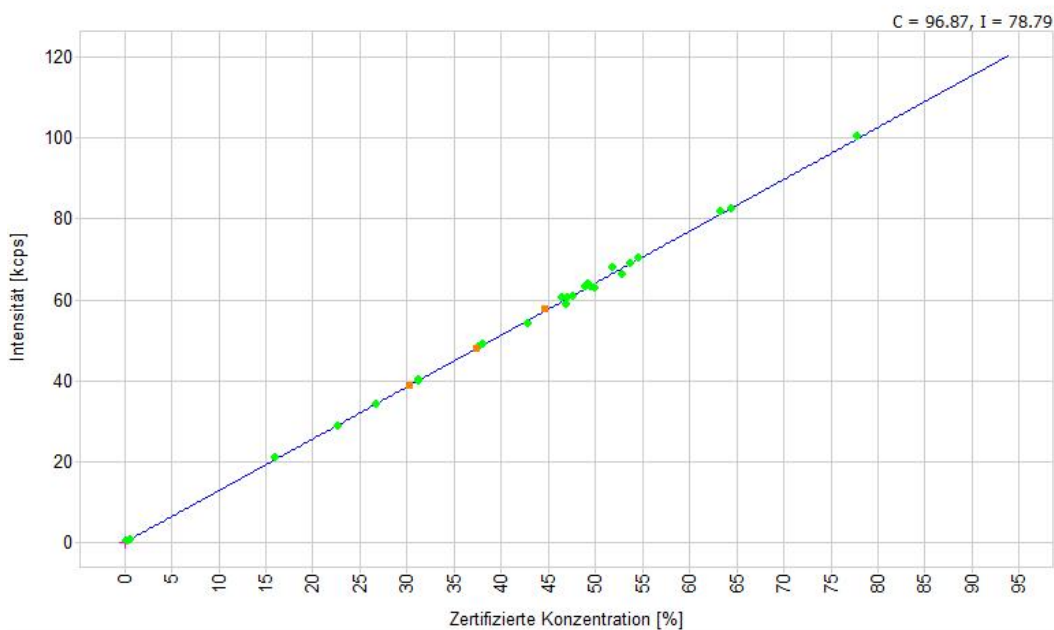


Abb. 2 Kalibrierung von CaO mit Hilfe von CRM auf Basis von Schlackeproben geschmolzen im Quarztiegel. Kalibrierfehler SEE = 0,5%. Die Ca Ka Linie wurde auf die Sr La Linie normiert.

### Einsatz von Quarztiegeln als Ersatz für Platintiegel im elektrischen Schmelzgerät VITRIOX®

#### Ergebnisse

Tabelle 2: Analyse von 3 CRM Kontrollproben zur Validierung der ‚Schlacke und Staub‘ Kalibrierung geschmolzen im Quarztiegel.

BS 101/5	Al2O3	CaO	Cr2O3	Fe	K2O	MgO	Mn	Na2O	P2O5	S	SiO2	TiO2
cert. %	0,57	46,00		19,20	0,01	5,50	4,42	0,04	0,71	0,12	14,90	1,10
Prep# 1	0,77	46,07	0,14	18,96	0,01	5,56	4,36	0,06	0,69	0,12	11,77	1,07
Prep# 2	0,71	46,19	0,14	19,03	0,00	5,49	4,38	0,14	0,69	0,12	11,67	1,01
<b>Mean</b>	<b>0,74</b>	<b>46,13</b>	<b>0,14</b>	<b>19,00</b>	<b>0,01</b>	<b>5,53</b>	<b>4,37</b>	<b>0,10</b>	<b>0,69</b>	<b>0,12</b>	<b>11,72</b>	<b>1,04</b>
Diff	0,17	0,13		-0,20	0,00	0,03	-0,04	0,06	-0,02	0,00	-3,18	-0,06

BS Slag 1	Al2O3	CaO	Cr2O3	Fe	K2O	MgO	Mn	Na2O	P2O5	S	SiO2	TiO2
cert. %	18,50	30,20		0,28	0,36	11,01	0,86	0,20		1,80	36,70	0,42
Prep# 1	18,29	29,94	<	0,31	0,37	10,96	0,89	0,24	0,04	1,17	36,87	0,41
Prep# 2	18,14	29,80	<	0,30	0,37	10,95	0,89	0,39	0,02	1,13	37,07	0,42
<b>Mean</b>	<b>18,22</b>	<b>29,87</b>		<b>0,31</b>	<b>0,37</b>	<b>10,96</b>	<b>0,89</b>	<b>0,32</b>	<b>0,03</b>	<b>1,15</b>	<b>36,97</b>	<b>0,42</b>
Diff	-0,29	-0,33		0,03	0,01	-0,05	0,03	0,12		-0,65	0,27	-0,01

FLX-CRM 100	Al2O3	CaO	Cr2O3	Fe	K2O	MgO	Mn	Na2O	P2O5	S	SiO2	TiO2
cert. %	5,54	64,51	0,01	1,75	0,82	1,47	0,05	0,23	0,17	1,19	20,89	0,28
Prep# 1	5,66	64,42	0,01	1,87	0,84	1,52	0,05	0,09	0,17	1,16	21,33	0,27
Prep# 2	5,52	63,97	0,01	1,85	0,84	1,51	0,05	0,18	0,14	1,14	21,97	0,25
<b>Mean</b>	<b>5,59</b>	<b>64,20</b>	<b>0,01</b>	<b>1,86</b>	<b>0,84</b>	<b>1,52</b>	<b>0,05</b>	<b>0,14</b>	<b>0,16</b>	<b>1,15</b>	<b>21,65</b>	<b>0,26</b>
Diff	0,05	-0,32	0,00	0,11	0,02	0,05	0,00	-0,10	-0,01	-0,04	0,76	-0,02

Die Ergebnisse zeigen eine hervorragende Übereinstimmung der zertifizierten mit den analysierten Konzentrationen für nahezu alle Elemente. Da SiO2 aufgrund der Kontamination durch den Quarztiegel nicht direkt bestimmt werden kann, wurden die angegebenen SiO2 Konzentrationen durch Differenzbildung zu 100% berechnet.

#### Zusammenfassung

Die hier vorgestellten Ergebnisse belegen klar, dass der Einsatz von Quarztiegeln eine ernst zu nehmende Alternative zu Platintiegeln darstellt. Proben die Platingifte enthalten, können so ohne Beschädigung des Tiegels, aufgeschmolzen werden. Der Nachteil dass die Probe mit SiO2 kontaminiert wird, kann durch Zugabe eines internen Standards kompensiert werden.

## Einsatz von Quarztiegeln als Ersatz für Platintiegel im elektrischen Schmelzgerät VITRIOX®

### Literatur

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