

Anleitung zur Herstellung von Lösungen durch Lithiumborataufschluss



Katanax®

Inhaltsverzeichnis

1. Prinzip	3
2. Auswahl des Schmelzmittels	4
3. Verhältnis Probe/Schmelzmittel	6
4. Nichtbenetzungsmittel (NWA).....	6
5. Auswahl der Säure und deren Konzentration	7
6. Organische Proben (Kohlenstoff)	8
7. Oxidationsarten.....	9
8. Problembehandlung.....	11
9. Methodenentwicklung	16

1. Prinzip

Der Zweck eines alkalischen Aufschlusses besteht darin, die **Probe in** einem geschmolzenen Lithiumborat-Flussmittel **aufzulösen**. Zur Herstellung von Lösungen wird die **Schmelze** (bestehend aus der Flussmittelschmelze und der gelösten Probe) in einer verdünnten **Säurelösung** gelöst. Für eine quantitative Analyse ist es daher essentiell, dass die gesamte Schmelze in die Lösung überführt wird.

Um sicherzustellen, dass alles überführt wird, können Sie einen „**Überschuss**“ an **Nichtbenetzungsmittel** * (non-wetting agent, NWA) verwenden. Im Gegensatz zur Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) beeinflusst das Nichtbenetzungsmittel die ICP-Ergebnisse anderer Elemente nicht (es sei denn, der NWA enthält ein Element, das analysiert werden muss). Um den vollständigen Transfer der Schmelze in die Lösung zu gewährleisten, kann der Platintiegel nach dem Abkühlen einige Minuten direkt in die Lösung getaucht werden. Eventuelle Rückstände der erstarrten Schmelzmischung werden in der Lösung gelöst.

Viele Prinzipien sind identisch mit der Herstellung von Schmelztabletten für die RFA. So muss auch hier die **Probe vollständig oxidiert** sein, bevor sie in der Flussmittelschmelze aufgelöst werden kann. Bei der Herstellung von Lösungen dürfen jedoch keine festen Oxidationsmittel verwendet werden. Dies wäre unter Umständen möglich, es würde jedoch einen Einfluss auf die Menge und die Art der endgültigen Matrix hervorrufen. Für die Herstellung von (metallischen) Proben für einen alkalischen Schmelzaufschluss ist eine thermische oder saure Oxidation zu empfehlen. Weitere Infos hierzu finden Sie in Abschnitt 7, Oxidationsarten.

* ACHTUNG: Probenmischungen mit einem Anteil von mehr als 0,5 g an Halogenverbindung können beim Abgießen der Schmelze in die Säure zu einer explosiven Reaktion führen!

Im Folgenden typische Einwaagen an Schmelzmittel, Probe und Nichtbenetzungsmittel für einen alkalischen Aufschluss:

- 2.5g Lithiummetaborat
- 0.25g Probe
- 0.1g Lithiumbromid (LiBr, Nichtbenetzungsmittel)

2. Auswahl des Schmelzmittels



Das meistverwendete Schmelzmittel bei der Herstellung von Lösungen mittels Lithiumborataufschluss ist **Lithiummetaborat (LiM)**. Der Hauptgrund für die Verwendung dieses Schmelzmittels ist seine **schnelle Auflösung** (ca. 10-15 Minuten) beim direkten Abgießen in verdünnte Säurelösung (im Vergleich zu Flussmitteln, die Lithiumtetraborat enthalten). Darüber hinaus weist dieses

Schmelzmittel ein hohes Aufschlussvermögen bei den meisten, als Oxid vorliegenden Elementen auf.

LiM wird wegen seiner chemischen Eigenschaften, die für die Bildung von stabilem Glas ungünstig sind, üblicherweise nicht zur Herstellung von Glasperlen verwendet. Wichtig ist, den Unterschied zwischen dem Aufschlussvermögen und der Fähigkeit, eine stabile Glasperle zu bilden, zu verstehen. Mit Lithiummetaborat (LiM) wird die Bildung einer Glasperle aufgrund der hohen Kristallisationsneigung von LiM sehr wahrscheinlich scheitern, auch bei vollständigem Aufschluss der Probe.

Zu beachten ist außerdem, dass die in der Probe enthaltenen Elemente die chemischen Eigenschaften der Schmelz verändern

können. Sie können die Neigung zur Bildung eines Glases erhöhen oder verringern. Dieses Phänomen ist gleichermaßen auf die Herstellung von Glasperlen wie auch auf Lösungen anwendbar. Wenn ungelöste Partikel in einer Glasperle oder Lösung beobachtet werden, kann dies ein Zeichen dafür sein, dass der Aufschluss der Probe unvollständig war.

Als weiterer wichtiger Punkt ist zu beachten, dass die **maximale Löslichkeit von LiM in 100 ml** einer verdünnten Säurelösung bei etwa **3 g** liegt. Somit ist die maximale Menge an Schmelzmittels, die bei einem Schmelzaufschluss zur Lösungsherstellung eingesetzt werden kann, begrenzt.

Die typische Temperatur für einen Schmelzaufschluss mit LiM-Schmelzmittel liegt bei etwa **1000°C**. Der Schmelzpunkt des Schmelzgemisches (d. H. mit der Probe) kann geringfügig durch die Menge und Art der in der Probe enthaltenen Elemente beeinflusst werden. Durch Erhöhen der Temperatur kann der Probenaufschluss beschleunigt werden, es ist jedoch zu beachten, dass bestimmte in der Probe enthaltene Elemente zur Verdunstung neigen können.

Alternative (sekundäre) Schmelzmittel, die aus anderen Elementen als Lithium oder Bor bestehen, können ebenso zur Herstellung von Lösungen verwendet werden. Beispielhaft zu nennen sind hierbei Natriumperoxid (Na_2O_2), Lithiumhexametaphosphat ($(\text{LiPO}_3)_n$), Natriumhexametaphosphat ($(\text{NaPO}_3)_n$), Natriumhydroxid (NaOH), Kaliumhydroxid (KOH), Natriumcarbonat (Na_2CO_3), Kaliumcarbonat (K_2CO_3) und andere. Jedes dieser Flussmittel hat spezifische Merkmale hinsichtlich der Reaktionstemperatur, der elementspezifischen Aufschlussleistung sowie der Art des Tiegels, der zur Herstellung der Schmelze verwendet wird. Alternative Schmelzmittel können hilfreich sein, um die Lithium- und Bor-Matrix zu senken oder wenn Lithium bzw. Bor von Interesse in der Probe sind.

3. Verhältnis Probe/Schmelzmittel

Auch bei der Herstellung von Lösungen liegt das Verhältnis von Probe zu Schmelzmittel nahe an jenem zu Herstellung von



an jenem zu Herstellung von Glasperlen. Ein Verhältnis von **Probe zu Flussmittel von 1/10** ist im Allgemeinen ein guter Ausgangspunkt, **wenngleich das Verhältnis bei einem Aufschluss unter Verwendung von LiM als Schmelzmittel höher sein könnte.**

In den meisten Fällen kann eine größere Probenmenge in LiM gelöst werden als in LiT, es gibt jedoch einige Ausnahmen. Bei bestimmten Elementen wie z.B. Chrom-, Titan- und Nioboxiden ist es schwierig, ein Verhältnis von Probe zu Schmelzmittel von mehr

als 1/20 zu erzielen. Ein limitierender Faktor beim Herstellen von Lösungen ist die begrenzte Menge an Schmelzmittel, die aufgrund der Löslichkeitsgrenze in einer wässrigen Lösung verwendet werden kann. Für den Aufschluss größerer Probenmengen müsste mehr Flussmittel verwendet und folglich auch mehr Säurelösung vorgelegt werden. Der Verdünnungsfaktor wäre letztlich der gleiche.

4. Nichtbenetzungsmittel (NWA)

Wie bereits erörtert, zeigt das Nichtbenetzungsmittel (**Non-Wetting Agent, NWA**) hier keine unerwünschten Matrixeffekte, im Gegensatz zur RFA-Analyse. Zu bedenken ist natürlich, einen NWA zu verwenden, die kein Element enthält, welches mittels ICP analysiert werden soll. Die Wirksamkeit des NWA ist vergleichbar mit jener zur

Herstellung von Glasperlen. In abnehmender Reihenfolge der Wirksamkeit: LiBr, KBr, KI, NaI, LiI.

Um sicherzustellen, dass die Schmelze möglichst flüssig ist und vollständig ausgegossen wird, **kann eine größere Menge NWA verwendet werden (im Vergleich zur Herstellung von Glasperlen)**. Eine normale Menge an NWA, die zur Herstellung von Glasperlen verwendet wird, beträgt etwa 0,5% (oder weniger) der gesamten Schmelzmittelmenge. Zur Herstellung von Lösungen können 3 bis zu 5% (d. h. 100 bis 150 mg) der gesamten Schmelzmittelmenge verwendet werden, ohne die Signale der Mehrzahl der Elemente zu beeinflussen. Das Ziel der Verwendung einer so großen Menge an NWA ist es, sicherzustellen, dass die Schmelze **dermaßen flüssig ist, dass sie vollständig in den Teflonbecher abgegossen wird, ohne Rückstände im Platintiegel zu hinterlassen**.

***Bitte beachten Sie, dass ab einer bestimmten Menge an Halogenverbindung eine explosive Reaktion beim direkten Abgießen der Schmelzmischung auftreten und schwere Schäden verursachen kann. Die maximale Menge von ~ 0,5 g Halogenverbindung, die als NWA verwendet oder in der Probe enthalten sind, darf nicht überschritten werden. Weitere Informationen erhalten Sie bei Katanax oder Ihrem Katanax-Händler.

5. Auswahl der Säure und deren Konzentration



Die beiden wichtigsten Säuren, die bei der ICP-Analyse als Matrix verwendet werden, sind verdünnte **Salpetersäure (HNO₃)** und **Salzsäure (HCl)**. Üblicherweise beträgt die Konzentration der verwendeten Säure zwischen **5% und 10% (v/v)** der jeweiligen Säure. In manchen Fällen

beeinflusst jedoch die Säure und deren Konzentration die Löslichkeit des Schmelzmittels.

Im Allgemeinen ist die Löslichkeit des Flussmittels unabhängig von der Säurekonzentration, egal ob diese 1%ig oder 30%ig (v/v) vorliegt. Bei einer Säurekonzentration von mehr als 5% ist die Auflösungsgeschwindigkeit jedoch erheblich schneller.

Die Löslichkeit des Schmelzmittel-Proben-Gemisches kann in manchen Fällen durch die Konzentration und die Art der Säure beeinflusst werden. Ist die Säurekonzentration zu hoch, kann die Lösung trüb / milchig erscheinen. In diesen Fällen kann eine Verringerung der Säurekonzentration (auf 2-3% v/v) hilfreich sein. Dies kann z.B. bei Wolfram beobachtet werden.

6. Organische Proben (Kohlenstoff)

Beim alkalischen Aufschluss erfordern Proben, die organische Verbindungen enthalten oder einen Kohlenstoffgehalt aufweisen, der einen gewissen Prozentsatz überschreitet, eine spezielle Vorbehandlung. Kohlenstoff ist **im Lithiumborat-Schmelzmittel unlöslich** und kann mittel- bis langfristig die **Platinware schädigen** (durch Metallkristallisation verursachte Versprödung). Im Allgemeinen empfiehlt sich, den Kohlenstoff vor dem Aufschluss entweder durch Erhitzen oder durch Säurebehandlung zu entfernen. Zur **vollständigen Entfernung** des Kohlenstoffes reicht in der Regel eine **Temperatur von 950-1000°C für 30-60 Minuten**, je nach Art und Menge der Proben.

Leider kann die Erhitzung oder Säurebehandlung andere Elemente beeinträchtigen, die gegenüber Hitze oder Säuren empfindlich sind. Unter Umständen (jedoch nicht empfehlenswert), müssen solche Proben ohne Vorbehandlung direkt aufgeschlossen werden. In diesem Fall befinden sich wahrscheinlich **ungelöste, schwarze Rückstände** in der Lösung, die anschließend **abfiltriert** werden können. Eine Möglichkeit, schwerflüchtige Elemente am

Verdampfen zu hindern, besteht im möglichst schnellen Erreichen des Schmelzpunktes des Schmelzmittels. Bei **organischen/metalloorganischen Proben** kann diese Vorgehensweise jedoch zu übermäßiger Rauchentwicklung bis hin Entzündung führen, was wiederum zum Verlust bestimmter Elemente führen kann.

Es ist dringend anzuraten, den Verbrennungsprozess zu kontrollieren, um Ascheverluste und Kohlenstoffablagerungen im Gerät zu vermeiden. Eine **langsame Temperaturrampe (5°C pro min) zwischen 200 und 300°C** reicht normalerweise aus, um die Proben bei minimaler Rauchentwicklung zu oxidieren und eine Entzündung zu vermeiden. Wie eingangs erwähnt, kann der Kohlenstoff vollständig beseitigt werden, indem die Probe während einer ausreichend langen Zeit einer höheren Temperatur ausgesetzt wird.

Bei Kohlenstoffanteilen in der Probe von **weniger als 5%** ist es eventuell möglich, die **Kohlenstoffeliminierung und den Lithiumborat-Aufschluss zu kombinieren**. Die Probe muss **auf das Schmelzmittel** gelegt werden (ohne Kontakt zum Tiegel) und im daraufhin bis knapp **unter die Schmelztemperatur** des Schmelzmittels erhitzt werden (typischerweise ca. **800-850°C**). Diese Temperatur gilt es für einen Zeitraum von 5 bis 20 Minuten zu halten, bevor die Temperatur weiter erhöht und mit dem eigentlichen Aufschluss fortgeföhren wird.

7. Oxidationsarten

Die Verwendung eines oder mehrerer **pulverförmiger Oxidationsmittel** kann eine Option sein, um metallische oder teilweise metallische Proben während des Aufschlussvorgangs zu oxidieren. Für maximale Wirksamkeit sollte das Schmelzmittel mit der **Probe-Oxidationsmittel-Mischung** überschichtet werden, eine Vermischung aller Komponenten der Schmelzmischung resultiert allerdings in einer Verminderung der Reaktivität des Oxidationsmittels. Zu beachten ist, dass die Zugabe einer

Verbindung (des Oxidationsmittels) zu den Bestandteilen der Aufschlussmischung einen Einfluss auf die Zusammensetzung der Mischung hat. Es kann zu einer Veränderung der Probenlöslichkeit im Schmelzmittel und/oder der Löslichkeit des Schmelzmittels in der verdünnten Säurelösung kommen.

Auch ein **Aufheizen** in Gegenwart von Sauerstoff (z.B. in Umgebungsatmosphäre) kann als Oxidationsschritt im Vorfeld eines Aufschlusses zur Herstellung von Lösungen verwendet werden. Die erforderliche Temperatur und Dauer werden von der Art der Probe bestimmt. Die Prozessoptimierung kann durch Überwachen der Gewichtszunahme oder Gewichtsabnahme (bis zur Stabilisierung) der Proben erreicht werden. Beachten Sie, dass die Oxidation durch Erhitzen nicht für alle Arten von Metallen funktioniert.

Die Oxidation durch **Zugabe von Säure** ist eine weitere Option. Hierbei wird die Probe in den Platintiegel eingewogen und dieser dann im Abzug auf eine Heizplatte gestellt. Zur Oxidation wird Säure (typischerweise konzentrierte HNO_3 **oder** HCl - NIE GEMEINSAM) langsam (**tropfenweise**) zugegeben. Abhängig von der Art der Probe kann es zu einer intensiven Reaktion kommen. Aus diesem Grund ist es empfehlenswert, das Ende der vorherigen Reaktion abzuwarten, bevor weitere Säure zugegeben wird. Aufgrund der eben erwähnten, möglicherweise stark exothermen Reaktion, sollte die erstmalige Säurezugabe stets bei **Raumtemperatur** erfolgen. Die Säurezugabe endet, wenn keine Reaktion mehr von der Probe ausgeht und die Probe vollständig mit Säure benetzt ist. Der **Säureüberschuss wird mittels Heizplatte zur Verdunstung** gebracht.

Es ist wichtig, die verbleibende Säure vollständig aus der Probe zu entfernen, da Säuredämpfe Teile des Aufschlussgerätes beschädigen (korrodieren) können sowie bei hohen Temperaturen auch die Platinware beeinträchtigen können. Nach der Oxidation durch die Säure und anschließendem Verdunsten können Flussmittel

und NWA direkt auf die behandelte Probe gegeben und der Aufschluss durchgeführt werden.

Natürlich kann auch eine **Kombination der** oben beschriebenen **Oxidationsverfahren** verwendet werden. So kann z.B. eine Probe zuerst durch Hitze, gefolgt von pulverförmigem Oxidationsmittel während des Schmelzvorgangs behandelt werden. Möglich ist auch die Kombination aus Hitze- und Säureoxidation.

Wie auch bei der Herstellung von Schmelzperlen sind die zu oxidierenden Proben bei der Herstellung von Lösungen nicht immer leicht zu verarbeiten. Da die "Gesundheit" der Platinware während eines Oxidationsvorganges beeinträchtigt werden kann, **wird dringend empfohlen, Ihren lokalen Katanax-Distributor oder Katanax direkt zu kontaktieren.**

8. Problembehandlung



Das Ziel der Herstellung einer Lösung durch Schmelzaufschluss besteht darin, eine klare und saubere Lösung (d.h. vollständige Auflösung) ohne Anzeichen von Rückständen oder ungelösten Partikeln zu erhalten. Das Vorhandensein fester Partikel in der Säurelösung kann durch zwei unterschiedliche Phänomene verursacht werden: Wenn ungelöste Partikel **aus der Schmelze stammen oder wenn sie nach dem Abgießen** der Lösung entstehen.

• Ungelöste Partikel in der Schmelze (vor dem Abgießen)

Ungelöste Partikel in der Schmelze werden auch in der Lösung ungelöst bleiben. Gründe hierfür sind:

- **Nicht oxidierte Elemente:** stellen Sie sicher, dass die Probe vollständig oxidiert ist.

- **Löslichkeitsgrenze** der Probe im Schmelzmittel: setzen Sie weniger Probe ein.

- **Aufschlussdauer**: In der Regel ist die Aufschlussdauer für Lösungen vergleichsweise kurz (aufgrund der geringen Materialmenge), gegebenenfalls muss diese verlängert werden.

- **Partikelgröße der Probe**: Ähnlich wie bei der Herstellung von Schmelzperlen kann die Partikelgröße der Probe eine Rolle spielen. Unter Umständen müssen die Mahlparameter zur Vorbereitung der Probe modifiziert werden.

Tip: Um festzustellen, ob die Schmelze ungelöste Partikel enthält, kann das Aufschlussprogramm **unmittelbar vor dem Abgießen abgebrochen** werden. Dies ist allerdings nur sinnvoll, wenn ein Abkühlen und Erstarren der Schmelze im Platintiegel zur Überprüfung auf ungelöste Partikel möglich sind. Das Vorhandensein oder Nichtvorhandensein von Partikeln in der opaken Masse kann allerdings nicht überprüft werden. Um ein **stabiles Glas** zu erhalten, ist mitunter die Art des Flussmittels zu ändern: Wenn ein Schmelzmittel mit einem höheren Gehalt an Lithiumtetraborat (LiT) gewählt wird, kristallisiert das Flussmittel nicht aus und die Beurteilung des Aufschlusszustands der Probe ist vor dem Ausgießen der Mischung möglich. Wichtig ist, das Verhältnis von Probe zu Schmelzmittel beizubehalten, das Aufschlussprogramm unverändert zu lassen und die Konzentration des LiM-Schmelzmittels so hoch wie möglich zu halten (wobei dennoch eine Kristallisation vermieden werden muss). Möglicherweise muss diese Vorgehensweise durch Versuch und Irrtum optimiert werden.

• **Fällungsreaktionen in der Lösung (nach dem Abgießen)**

Das Auftreten von Fällungsreaktionen in der Lösung nach einem optimalen Schmelzaufschluss (keine Partikel in der Schmelze) kann folgende Ursachen haben:

- **Auswahl der Säure:** Versuchen Sie es mit einer anderen Säure wie z.B. Salzsäure, Salpetersäure oder Zitronensäure.

- **Löslichkeitsgrenze** des Schmelzmittels (und/oder einer anderen Komponente der Schmelzmischung): Wenn die Gesamtmenge des Schmelzmittels mehr als 3g LiM beträgt oder wenn die Kombination aus LiM und pulverförmigem Oxidationsmittel auf Lithiumbasis diese Menge überschreitet, verringern Sie die Menge des Schmelzmittels und/oder der anderen Komponenten in der Schmelzmischung.

- **Säurekonzentration:** siehe nächster Abschnitt "Trübe Lösung"

• Trübe Lösung

Nach dem Abgießen kann die Lösung trüb und sogar milchig werden, wenn sich die Schmelze darin auflöst. Dieser Aspekt ist auf winzige Schwebeteilchen zurückzuführen. Dies zeigt eine Heterogenität der ursprünglichen Mischung an.

Dies wurde unter anderem bei Wolframoxid-Proben beobachtet. In diesem speziellen Fall war die Säurekonzentration die Ursache des Phänomens. Der pH-Wert der endgültigen Lösung sollte nicht zu sauer sein, um die Auflösung der während des Aufschlusses erzeugten Salze zu ermöglichen. Durch Verwendung einer schwächeren Säurekonzentration konnte im genannten Beispiel eine vollständige Auflösung erreicht werden. Beispielsweise ergab eine mit 10%iger HCl hergestellte Lösung eine trübe Lösung (pH = 2), bei Verwendung von 3%iger HCl (pH = 5-6) war diese jedoch klar. Das Auflösen der Schmelze wird aufgrund der niedrigeren Säurekonzentration länger dauern, jedoch wird die finale Lösung eine hinreichende Qualität für die folgende Analyse aufweisen.

Ebenso kann es zur Eintrübung der Lösung kommen, wenn versucht wird, eine bereits **erkaltete Schmelze (z.B. eine Glasperle) in der Säurelösung aufzulösen**. Beim Hinzufügen einer festen Masse ist ein **ständiges Rühren** der Säurelösung essentiell. Als Auslöser der Eintrübung wird vermutet, dass lokal zu viel der Schmelze gelöst wird

und es dadurch zu einer lokalen Änderung des pH-Wertes kommt. Die lokal mangelnde Verdünnung der Schmelze resultiert in weiterer Folge in der Bildung eines Niederschlages.

• **Ausnahmen**

Der chemische Prozess, der bei der Herstellung von Lösungen mittels Lithiumborat-Aufschluss abläuft, kann mitunter relativ komplex sein. In Abhängigkeit von den Probenotypen können während aller Prozessschritte mehrere Nebenreaktionen auftreten. Im Folgenden finden Sie eine Auflistung einiger, die sich nach der Art der Matrix und den unerwünschten Reaktionen, die während des Prozesses auftreten können, sowie den Strategien, mit denen sie umgangen werden können, unterscheiden:

Siliciumdioxid-reiche Proben (SiO_2 zwischen 75% und 100%):

Während eines Schmelzaufschlusses von Proben, die hauptsächlich aus Siliciumdioxid bestehen, besteht eine hohe Wahrscheinlichkeit für die **Bildung von Lithiumsilicaten** (insbesondere Li_2SiO_3). Diese Art von Probe verursacht zwar keine Probleme in der Schmelze (in geschmolzenem Glas löslich), kann sich jedoch während des AuflöSENS in der verdünnten Säurelösung in ein unlösliches Salz umwandeln (Bildung eines Niederschlages).

Strategien zur Problemlösung:

- 1) Verwenden Sie ein **Schmelzmittel auf Natriumbasis**, wie z.B. Natriumtetraborat (NaT). Dieses Schmelzmittel kann in Kombination mit Natriumcarbonat (Na_2CO_3) verwendet werden, wodurch die Fließfähigkeit des Gemisches und die Löslichkeit der Probe im Schmelzmittel verbessert werden. Durch die Verwendung von Natriumverbindungen als Flussmittel (mit NWA) wird die Bildung von Natriumsilikat (Na_2SiO_3) gefördert, das in wässriger Lösung löslich ist

- 2) Fügen Sie einen "internen Standard" hinzu. Typischerweise (wenn möglich) wird Aluminiumoxid (Al_2O_3) zu der Schmelzmittel-Probenmischung hinzugefügt. Das Hinzufügen einer ausreichenden Menge Al_2O_3 führt zur Bildung anderer, in wässriger Lösung löslichen, sekundären Salzen.

Eisenhaltige Proben (FeO , Fe_2O_3 , Fe_3O_4):

Wird eine eisenhaltige Probe nicht direkt in die Säure abgegossen, so gilt es unbedingt die **Kristallisation** der Schmelze vor dem Auflösen zu **vermeiden**. Eine Kristallisationsreaktion (exotherm) würde die Bildung einer Verbindung aus Eisen (aus der Probe) und Bor (aus dem Flussmittel) verursachen: es entstünde Eisenborid (FeB). Diese Verbindung ist, wie das Lithiumsilicat im vorherigen Beispiel, eine in wässriger Lösung unlösliche Verbindung.

Strategien zur Problemlösung:

- 1) Eisenborid scheint sich nur während der Kristallisation der Schmelze zu bilden, im Zusammenhang mit der Verwendung von LiM-Schmelzmittel kann dies aufgrund der instabilen Natur von LiM in der Abkühlphase leicht zu Kristallisation führen. **Direktes Abgießen der heißen Schmelze** in die saure Lösung (Standardmethode) ist daher zu bevorzugen, um einen Thermoschock zu erzeugen, der stark genug ist, um die Schmelze in ihrem glasigen Zustand einzufrieren und eine **Kristallisation zu vermeiden**.
- 2) Da die Verwendung von LiM-Flussmitteln, wie erwähnt, die Kristallisation begünstigt, besteht eine andere Möglichkeit zur Umgehung dieses Problems in der **Verwendung eines stabileren Schmelzmittels** gemäß der Glaschemie. Durch die Verwendung Lithiumtetraborat-reicher Schmelzmittel ist es möglich, die Schmelze in Form eines Glases abzukühlen (ohne Bildung von FeB , unter Verwendung von z.B. 35/65 LiT/LiM, 50/50 LiT/LiM, 67/33 LiT/LiM, 100% LiT).

Manganhaltige Proben (MnO, MnO₂, Mn₂O₃, Mn₃O₄):

Ähnlich wie Eisen neigt Mangan dazu, während des Schmelzens **Manganborid (MnB₂)** zu bilden, wodurch in der verdünnten Säurelösung unlösliche Partikel entstehen. In diesem Fall ist es jedoch unmöglich, diese Reaktion mit dem LiM-Flussmittel selbst bei direktem Ausgießen zu vermeiden.

Strategien zur Problemlösung:

Die einzige Möglichkeit, eine Schmelze, die einen hohen Mangananteil enthält, zu lösen, besteht in der Verwendung eines **Lithiumtetraborat-reicheren Schmelzmittels**. Die Verwendung einer 50/50 LiT/LiM – Mischung (bis zu reinem LiT) ist für den Aufschluss vor dem Auflösen in Säure erforderlich.

Wolframhaltige Proben (WO₃):

Für die Löslichkeit einer wolframhaltigen Schmelze in der Säurelösung ist deren Konzentration von großer Bedeutung. Eine zu hohe **Säurekonzentration** resultiert in einer trüben Lösung welche ungelöste Partikel enthält.

Strategien zur Problemlösung:

Die ideale Säurekonzentration liegt bei ca. 3% v/v (HCl)

9. Methodenentwicklung

Egal ob Sie bereits Schmelzaufschlüsse durchführen und auf ein elektrisches Schmelzaufschlussgerät wechseln möchten oder ob Sie neu in die Thematik Schmelzaufschluss einsteigen möchten und nicht wissen, ob Ihre Probe für den Lithiumborataufschluss geeignet ist – Katanax führt diese Tests gerne für Sie durch und entwickelt eine geeignete Methode für Sie – kostenlos und unverbindlich!



100-2500, Jean-Perrin

Québec, QC, Canada, G2C 1X1

www.katanax.com Email: info@katanax.com

© Copyright 2019, Katanax® inc.



C3 PROZESS- UND
ANALYSENTECHNIK GmbH

Peter-Henlein-Str. 20
D-85540 Haar b. München
Telefon 089/45 60 06 70
Telefax 089/45 60 06 80
info@c3-analysentechnik.de
www.c3-analysentechnik.de

