



#6722

Schmelzaufschluss nicht oxidiertes, metallischer Proben

Eine besondere Herausforderung beim Schmelzaufschluss ist die Verarbeitung metallischer Proben. Um die verwendete Platinware nicht dauerhaft zu beschädigen oder diese unbrauchbar zu machen, gilt es, die Proben in einem, dem Aufschluss vorangehenden, zusätzlichen Arbeitsschritt zu oxidieren. Um eine vollständige Oxidation zu erreichen, ist die Partikelgrößenverteilung der Probe von größter Wichtigkeit. In einer Studie an einer Probenmischung von Silizium und Eisen konnte gezeigt werden, dass eine Partikelgröße von $100\mu\text{m}$ nicht überschritten werden sollte, um eine vollständige Oxidation zu gewährleisten. Hierzu ist vor dem Aufschluss gegebenenfalls eine Vermahlung der Probe durchzuführen. Die in Abbildung 1 dargestellten Proben stellen Fraktionen unterschiedlicher Korngröße einer Probe dar, welche zum überwiegenden Teil aus Silizium und einem kleinen Teil aus Eisen bestand. Die Fraktionen wurden durch Sieben gewonnen. Hierbei ist jedoch zu beachten, dass dadurch möglicherweise die Homogenität der Probe beeinträchtigt wird.

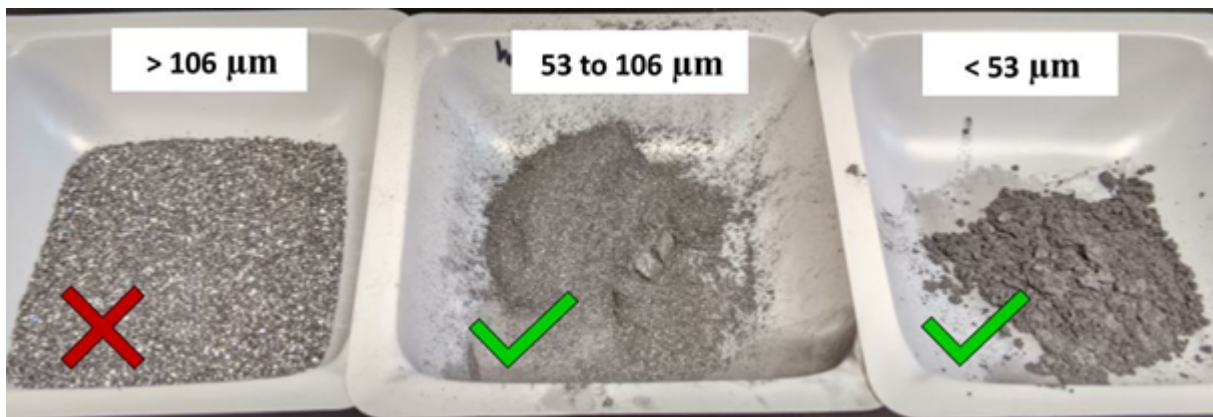


Abbildung 1: Probenfraktionen

Des Weiteren gilt es zu beachten, dass es durch die längere Dauer des Aufschlusses, bedingt durch den Oxidationsschritt, zu einer höheren Verdunstungsrate des Nichtbenetzungsmittels (NWA, z.B. Lithium-Bromid (LiBr) oder Lithium-Iodid (LiI)) kommen kann. In diesem Zusammenhang ist ein vorgeschmolzenes Flussmittel mit definiertem Anteil an Nichtbenetzungsmittel einer Flüssigzugabe vorzuziehen.

Um die Bildung unerwünschter Legierungen zu verhindern, welche den Platintiegel irreversibel beschädigen könnten, gilt es, die Probe so im Tiegel zu platzieren, dass diese vor der vollständigen Oxidation nicht in Kontakt mit dem Platin kommt. Hierzu wird ein Teil des zu verwendenden Schmelzmittels in den Tiegel überführt und in dessen Mitte eine kleine Mulde ausgeformt (siehe Abbildung 2). Hierin wird im nächsten Schritt die aufzuschließende Probe platziert. Abschließend wird der Ansatz mit dem restlichen Schmelzmittel überschichtet (siehe Abbildung 3). Hierbei ist größtes Augenmerk auf die Vermeidung eines Kontaktes der Probe mit der Platinware zu legen.

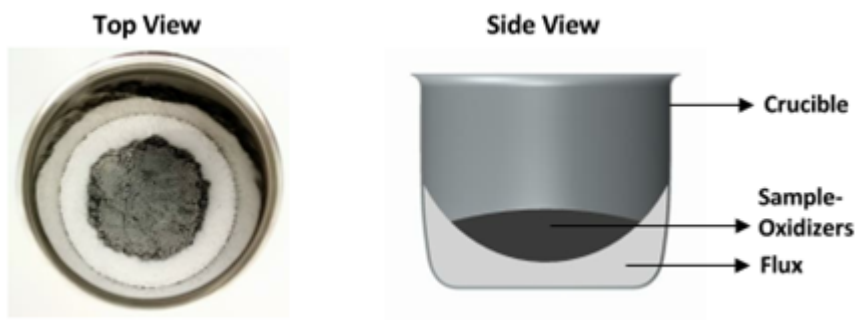


Abbildung 2: Schmelzmittel mit mittig platzierter Probe

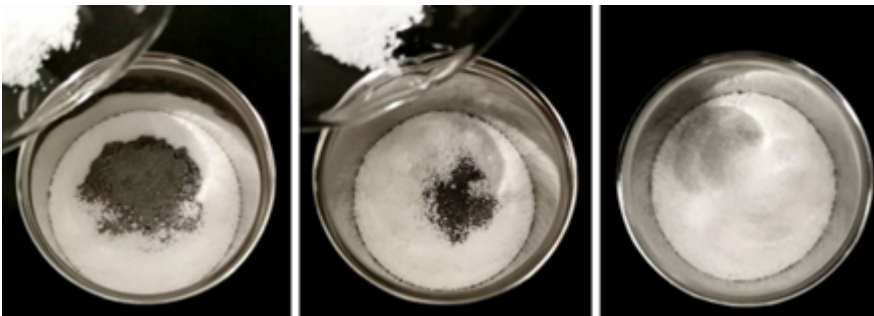


Abbildung 3: Überschichten der Probe mit Schmelzmittel

Abhängig vom verwendeten Oxidationsmittel bzw. der Mischung aus mehreren Oxidationsmitteln (z.B. B_2O_3 , $LiOH$, $LiNO_3$) sind vor dem eigentlichen Aufschluss eine oder mehrere Temperaturstufen für den Oxidationsvorgang einzuhalten. Diese liegen in der Regel im Bereich zwischen $600^\circ C$ und $900^\circ C$ mit einer Dauer von 10-15 Minuten, anschließend erfolgt der eigentliche Aufschlusschritt.

Fazit: Die Durchführung einer Probenoxidation mit anschließendem Aufschluss ist durch die Verwendung von elektrischen Schmelzaufschlussgeräten heutzutage auch im Routinebetrieb möglich, erfordert jedoch größte Sorgfalt im Umgang mit Probe und Oxidationsmittel um Schäden am Platineschirr zu vermeiden. Dem gegenüber steht jedoch eine deutlich höhere Reproduzierbarkeit der Ergebnisse bei gleichzeitiger Reduzierung der Aufschlussdauer und der Arbeitsschritte für den Anwender.



**C3 PROZESS- UND
ANALYSENTECHNIK**