



Optimierte Probenbehandlung für den Schmelzaufschluss von Proben mit komplizierter Matrix

Frau Dipl.-Chem. Helga Nürnberger, Fachgebietsleiterin Labor Seelingstädt, Wismut GmbH

Die Wismut GmbH ist ein Unternehmen des Bundes in Sachsen und in Thüringen. Ihre Hauptaufgabe besteht in der Stilllegung, Sanierung und Rekultivierung von Urangewinnungs- und Uranaufbereitungsbetrieben. Dabei wird durch das sanierungsbegleitende Monitoring die Durchführung von Sanierungsmaßnahmen messtechnisch überwacht. Hierbei sind wir bei der Herstellung von Lösungen für die ICP- OES und ICP-MS bzw. Schmelztabletten für die RFA-Analytik mittels elektrischem Schmelzaufschluss mit folgenden Problemen konfrontiert:

A - Die Probe ist nicht genügend oxidiert und greift dadurch das Tiegelmaterial (Platin) an.

B - Die Schmelze wird nicht vollständig aufgeschmolzen und/oder erstarrt nach dem Aufschmelzen während des Abkühlvorgangs im Platintiegel. Sie lässt sich dadurch nicht vollständig in den Teflonbecher abgießen.

Strategie zur Lösung von Problem A

Es ist oft nicht bekannt, ob die Probe vollständig oxidiert vorliegt. Eine vollständig oxidierte Probe wird jedoch angestrebt, um das Tiegelmaterial zu schonen. Im Zweifelsfall ist ein Oxidationsmittel einzusetzen (Alkalicarbonat oder Alkalinitrat). Die Probe (150 mg) wird im Vorfeld mit 150 mg LiNO_3 (Lithiumnitrat) vermischt und dann über der Schmelzmittelmischung platziert. Hierbei muss beachtet werden, dass die Mischung aus Probe und Oxidationsmittel keinen Kontakt zum Platintiegel hat. Im Schmelzprogramm ist im Zuge des Hochheizens bei 550 °C eine Haltezeit von 5 Minuten einzufügen.

Strategien zur Lösung von Problem B

1) Empfohlen wird die Erhöhung der Menge an Nichtbenetzungsmittel (Alkalihalogenid) auf 3 % bis 5 % der Schmelzmittelmenge, d.h. auf 75 mg bis 125 mg (maximal 150 mg). In unserem fertigen Schmelzmittel ist Lithiummetaborat (LiBO_2) zu 98,5 % und Lithiumbromid (LiBr) zu 1,5% enthalten. Dies entspricht bei einer Einwaage von 2500 mg Schmelzmittel 2462,5 mg LiBO_2 und nur 37,5 mg LiBr . Man kann also zur Verringerung der Viskosität der Schmelze und zum Verhindern des zu frühen Erstarrens noch mindestens 80 mg Alkalihalogenid zugeben. Außer Lithiumbromid (LiBr) sind noch Kaliumbromid (KBr), Kaliumiodid (KI), Natriumiodid (NaI) und Lithiumiodid (LiI) geeignet, die Wirksamkeit nimmt in genannter Reihenfolge ab. Wir setzen LiBr ein. 80 mg bis 100 mg LiBr werden mit 2500 mg Schmelzmittelmischung gut vermischt und in den Tiegel gegeben.

2) Eine Erhöhung der Aufschlusstemperatur sollte ein vollständiges Aufschmelzen der Probe begünstigen. Bei allen Schmelzvorgängen wird jedoch bis auf die gleiche Endtemperatur abgekühlt. Erstarrt die Schmelze im Platintiegel vor dem Abgießen in den Teflonbecher, kann auch die Schmelztemperaturerhöhung dies nicht verhindern. Bei der Verwendung von Lithiumboraten, wie in unseren Anwendungen, darf eine Aufschlusstemperatur von 1050 °C nicht überschritten werden. Eine Erhöhung der Schmelztemperatur auf 1020 °C (üblicherweise 1000°C) wurde erfolgreich ausprobiert.

3) Eine Verschiebung des Massen-Verhältnisses Schmelzmittel (inklusive Flussmittel) zu Probe zugunsten des Schmelzmittels kann ein vollständiges Aufschmelzen der Probe begünstigen, ebenso die Stabilität der Schmelze bis zur Temperatur am Ausgießpunkt. Das heißt, es wird weniger Probe eingewogen (150 mg anstatt 250 mg).



www.wismut.de



**C3 PROZESS- UND
ANALYSENTECHNIK**

www.c3-analysentechnik.de | info@c3-analysentechnik.de