

Kurzer Leitfaden zur Optimierung von Schmelzaufschlüssen

Der Schmelzaufschluss in der Probenvorbereitung

In den meisten Industrielaboren ist es notwendig, einen Schmelzaufschluss in kürzester Zeit durchzuführen. Die bloße Reduzierung der Heizdauer kann jedoch das Risiko von Analysefehlern erhöhen. Selbst der Aufschluss mit den fortschrittlichsten Geräten unterliegt physikalischen und chemischen Beschränkungen die verstanden werden müssen, um die Reaktion kurz zu halten und dennoch eine vollständige Auflösung zu gewährleisten. Bitte beachten Sie, dass die folgenden Empfehlungen für „einfache“ Aufschlüsse gelten, bei denen die Probe bereits vollständig oxidiert ist. (Einzelheiten zu Proben, die Metalle und anderen nicht oxidierte Verbindungen enthalten, stellen wir Ihnen gerne zur Verfügung – kontaktieren Sie uns!)

Die Temperatur erhöhen: Wirklich eine gute Idee?

Das Erhöhen der Aufschlusstemperatur erhöht die Reaktionsdynamik und führt zu einer kürzeren Methode. Es gibt jedoch einige bekannte Faktoren, die den Bediener dazu veranlassen sollten, dieses Vorgehen zu überdenken. Im Allgemeinen sind Übertemperaturprobleme auf die Verdampfungsraten der verschiedenen Verbindungen zurückzuführen. Beispielsweise wurde gezeigt, dass das Durchführen eines Aufschlusses bei Temperaturen über 1100°C messbare Auswirkungen auf die Verdampfung von Lithiumborat-Flussmitteln hat. Höhere Temperaturen konzentrieren letztendlich die Proben auf, mitunter mit gravierenden Auswirkung auf die Genauigkeit und Präzision der Analyseergebnisse. Dies bedeutet, dass bei einer Erhöhung der Schmelztemperatur auch eine Kalibrierung des Analyseninstruments durchgeführt werden müsste.

Flussmittelzusammensetzung

Ohne Änderung der Maximaltemperatur Ihres Protokolls ist es jedoch möglich, die Auflösungseffizienz durch Auswahl eines reaktiveren Schmelzmittels zu verbessern. Es wurde gezeigt, dass die Verwendung eines Schmelzmittels, das mehr Lithiummetaborat enthält, bei jedem Probentyp die Auflösungsreaktion verstärkt. Es gilt jedoch zu bedenken, dass auch eine Änderung des Schmelzmittels immer noch Verdunstungsprobleme verursachen kann, wenn die Temperatur für das verwendete Schmelzmittel zu hoch ist. Auch die Gefahr von z. B. Kristallisation beim Abkühlen besteht.

Feines Pulver: ein großer Vorteil

Auch die tatsächliche Form und Größe der Pulverkörner beeinflusst die Reaktionsgeschwindigkeit. Bei einer gegebenen Zusammensetzung löst sich ein zu einem feinen Pulver vermahlene Flussmittel aufgrund der freiliegenden Oberfläche schneller auf als eine gröbere Körnung. Dies kann die Dauer des Schmelzaufschlusses enorm beeinflussen.

Mischen und Schütteln

Da eine Auflösungsreaktion der Probe im Flussmittel durch Mischen verstärkt wird, ist es ratsam, die beiden Hauptbestandteile der Schmelzmischung nach dem Wiegen manuell zu mischen. Achten Sie darauf, dass Sie Ihre Platinware während dieses Schritts nicht zerkratzen oder Kreuzkontaminationen verursachen. Beachten Sie auch, dass eine fein vermahlene Probe durch den Mischvorgang durch die Zwischenräume von grobkörnigeren bzw. sphärischen Flussmittelperlen nach unten auf den Boden des Tiegels sickern kann. Ein kristallines Flussmittel oder eines mit einer feineren Körnung kann helfen, dies zu vermeiden. Wenn das Flussmittel geschmolzen ist empfiehlt es sich, die Schmelzmischung kontinuierlich und kräftig durch Schwenken zu mischen um die vollständige Auflösung der Probe im Flussmittel zu beschleunigen. Im Allgemeinen ist es jedoch ratsam, diese Bewegung nicht zu starten, bevor das gesamte Flussmittel geschmolzen ist. Andernfalls könnte sich die Probe erneut ansammeln und sich als großes (d. h. nicht gemahlenes) Partikel verhalten.

Weitere Informationen und Testaufschluss ...

Sie benötigen nähere Informationen zum Thema Schmelzaufschluss oder sind an einem kostenlosen Testaufschluss Ihrer Proben interessiert?

Rufen Sie unsere Produktspezialisten an oder senden Sie uns eine E-Mail und vereinbaren Sie noch heute einen Termin!

Ihr Ansprechpartner für Katanax Schmelzaufschlussgeräte von **SPEX Sample Prep**
Region Deutschland – Österreich - Schweiz

C3 Prozess- und Analysetechnik GmbH

Tel.: +49(0)89-456006-70

E-Mail: info@c3-analysetechnik.de