

RFA Kalibrierung von Fluor in Zement mittels Boratschmelzen

Einleitung

Die Analyse von Fluor mit der RFA ist eine stetige Herausforderung, da das Element nur eine schwache Fluoreszenzausbeute und damit eine geringe Empfindlichkeit aufweist [1]. Damit verbunden ist eine sehr geringe Austrittstiefe der Fluor K α Linie von wenigen Mikrometern in den zu analysierenden Proben. Das führt zu sehr großen Fehlern bei Presslingen auf Grund von Korngrößeneffekten. Die Analyse mittels Boratschmelzen war bisher schwierig bedingt durch die Flüchtigkeit von Fluor und die hohe Verdünnung.

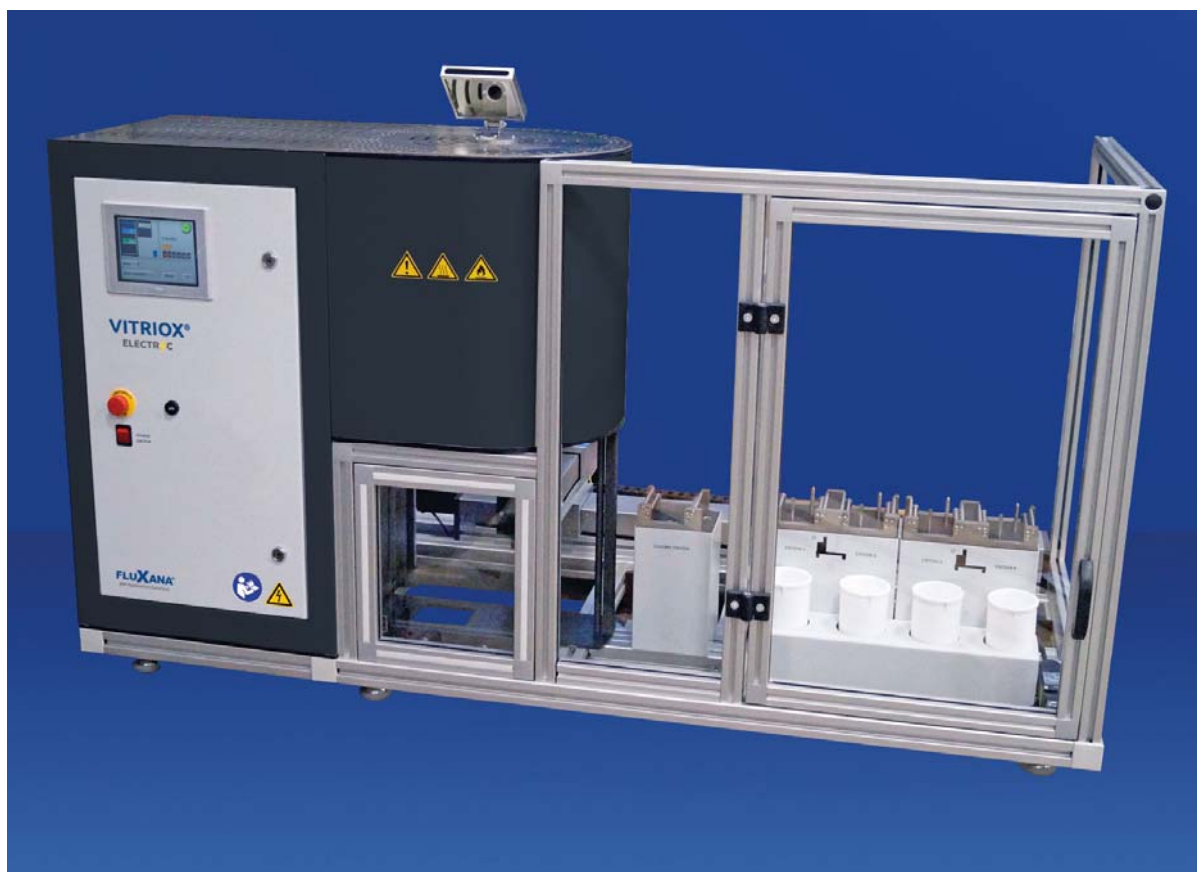


Abb. 1 Elektrisches Schmelzgerät mit 4 Stationen RFA und ICP.

RFA Kalibrierung von Fluor in Zement mittels Boratschmelzen

Die hier vorgestellte Methode nutzt die Möglichkeiten des neuen elektrischen Schmelzaufschlussgerätes (ESG) von FLUXANA:

- Präzise Temperatursteuerung
- Hohe Präzision
- Schmelzen mit Deckeln
- Low Dilution Methode



Abb.2 Tiegel für elektrisches Schmelzgerät mit abnehmbarem Deckel.

Durchführung

Die Probenpräparation der bei 105°C getrockneten Zementproben erfolgte mit Boratschmelzen nach der Low Dilution Methode [2]. D.h. das Verhältnis zwischen Probe und Schmelzmittel wird auf 1:2 reduziert. Damit wird eine deutlich höhere Empfindlichkeit für Fluor erreicht als bei der üblichen Verdünnung von z.B. 1:10.

Probenpräparation

Zementprobe getrocknet 3g

Schmelzmittel FX-X65* 6g

*66% Lithiumtetraborat + 34% Lithiummetaborat

RFA Kalibrierung von Fluor in Zement mittels Boratschmelzen

Kalibrierung

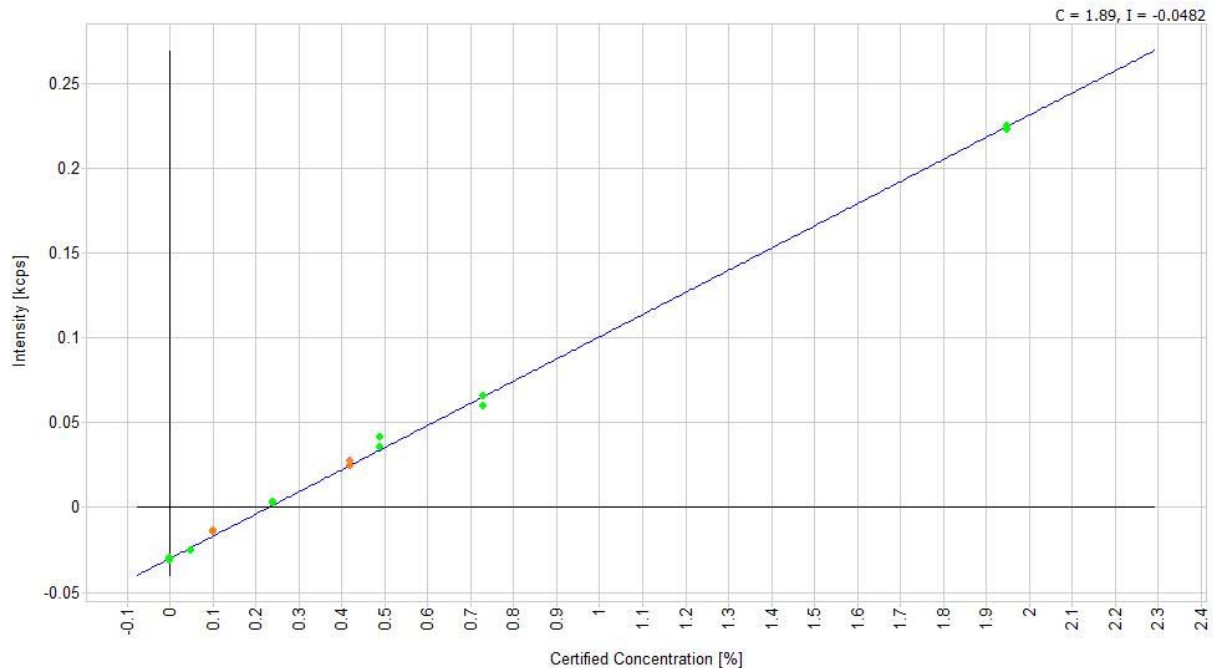


Abb. 3 Fluorkalibrierung in Zement, Kalibrierproben werden grün, Validierproben orange dargestellt, Kalibrierfehler RMS = 0.02%.

Die Kalibrierproben wurden synthetisch aus den Reinchemikalien Calciumcarbonat, Calciumfluorid und Siliziumdioxid mit Hilfe des elektrischen Schmelzgerätes von FLUXANA hergestellt. Alle Proben wurden als Duplikat geschmolzen. Der erzielte Kalibrierfehler für Fluor ist 0,02%.

Validierung

Zur Überprüfung der Fluor-Kalibrierung wurde der Zement NIST 1887b und der Granit NIM-G je 2x präpariert und mit der RFA gemessen. Tabelle 1 zeigt die Resultate.

RFA Kalibrierung von Fluor in Zement mittels Boratschmelzen

Fluor %	Zement	Gestein
	NIST 1887b	NIM-G
Zertifikat	0,101	0,42
Präp. 1	0,12	0,42
Präp. 2	0,12	0,44
Mittelwert	0,12	0,43

Tabelle 1 Fluormesswerte der Validierproben im Vergleich zu den zertifizierten Konzentrationswerten.

Zusammenfassung

Die hier vorgestellten Ergebnisse belegen klar, dass mit dem neuen elektrischen Schmelzgerät von FLUXANA Boratschmelzen mit höchster Präzision hergestellt werden können. Flüchtige Elemente wie z.B. Fluor, deren Präzision besonders von der Temperaturstabilität des Schmelzgerätes abhängt, können nun zufriedenstellend analysiert werden. Durch Einsatz der Low Dilution Technik kann die Empfindlichkeit und damit auch die Präzision zusätzlich gesteigert werden.

Literatur

- [1] Rainer Schramm, Röntgenfluoreszenzanalyse in der Praxis, korrigierte Auflage II, FLUXANA (2017).
- [2] Johnson, D.M., Hooper, P.R., Conrey, R.M., XRF Analysis of Rocks and Minerals for Major and Trace Elements on a Single low Dilution Li-tetraborate Fused Bead, Adv. X-ray, 843 (1999).