

Probenvorbereitung für die Röntgenfluoreszenzanalytik

Das Hauptziel der Röntgenfluoreszenzanalytik ist eine quantitative Bestimmung der Elemente, was eine bestimmte Richtigkeit und Reproduzierbarkeit verlangt. Beide Parameter stehen in direktem Zusammenhang mit der Qualität der Probenvorbereitung.

RS 200



Konstante Partikelgrößen sichern gute Reproduzierbarkeit

Bei Feststoffproben hängt die Reproduzierbarkeit direkt von der Partikelgröße und der Dichte der präparierten Probe ab. Die Intensität des gestreuten Lichtes in der Röntgenfluoreszenz gibt Auskunft über die Menge eines Elementes. Ist die Probe nicht fein genug vermahlen, wird das Röntgenlicht an den Partikeln sehr stark gestreut und die Streuintensität nimmt – unabhängig von der tatsächlich Menge der Elemente – zu. Deshalb ist es für eine reproduzierbare quantitative Analyse wichtig, dass die Probe ausreichend homogenisiert und die Größenverteilung von Probe zu Probe konstant ist. Die Grafik „Mahldauer“ zeigt, dass bereits nach 2 Minuten Vermahlung in der RETSCH **Schwingmühle MM 400** die Intensität des Messsignals einen konstanten Wert erreicht, der sich durch weitere Vermahlung nicht ändert.

Neben der Partikelgröße ist auch die Dichte der Probe von entscheidender Bedeutung. Gerade beim Herstellen von Presslingen muss darauf geachtet werden, dass Luft vollständig entweichen kann. Die Grafik „Pressdruck“ zeigt, dass erst ab einem Druck von 20 Tonnen die Intensität in ein Plateau läuft, da dann die Probe eine maximale Dichte erreicht hat.

Eine gute Richtigkeit und Reproduzierbarkeit setzen also eine Probenvorbereitung voraus, welche eine konstante Partikelgrößenverteilung und Dichte der Probe garantiert.

Nach einer möglichen Vorzerkleinerung in einem Backenbrecher ist die am häufigsten eingesetzte Mühle zur Zerkleinerung von hartem und sprödem Probengut für

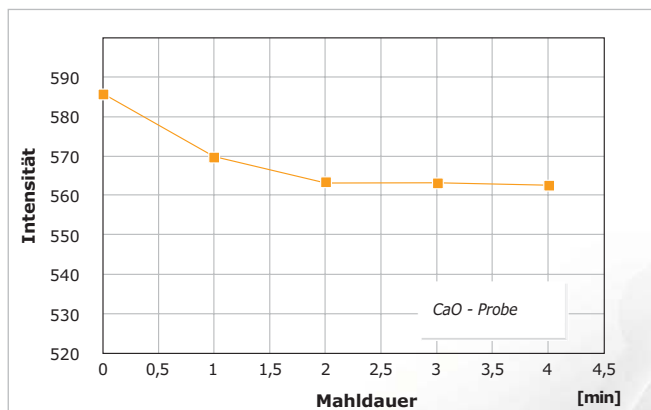
die RFA eine **Scheiben-Schwingmühle** wie die **RS 200** von RETSCH. In einem Mahlbecher werden die Mahlkörper, eine Mahlscheibe und ein Ring, durch eine Unwucht derart bewegt, dass das Probengut durch Druck, Stoß und Reibung zerkleinert wird. Das Zerkleinerungsprinzip garantiert die notwendige reproduzierbare Analysenfeinheit schon nach **sehr kurzer Mahldauer**. Dies ist ein wesentlicher Vorteil in der Qualitätskontrolle, da von den Analyseergebnissen unter Umständen eine Produktfreigabe abhängt und diese daher möglichst schnell vorliegen müssen. Kleinere Probenmengen können auch in einer **Schwingmühle** wie der **MM 400** von RETSCH zerkleinert werden. Hier führen die Mahlbecher in horizontaler Lage ra-

diale Schwingungen aus, das Probengut wird durch Prall und Reibung sehr effektiv homogenisiert. Sowohl die Scheiben-Schwingmühle RS 200 als auch die Schwingmühle MM 400 verfügen über Mahlwerkzeuge aus unterschiedlichen Werkstoffen, so dass eine kontaminationsneutrale Aufbereitung hinsichtlich der zu bestimmenden Elemente gewährleistet ist.

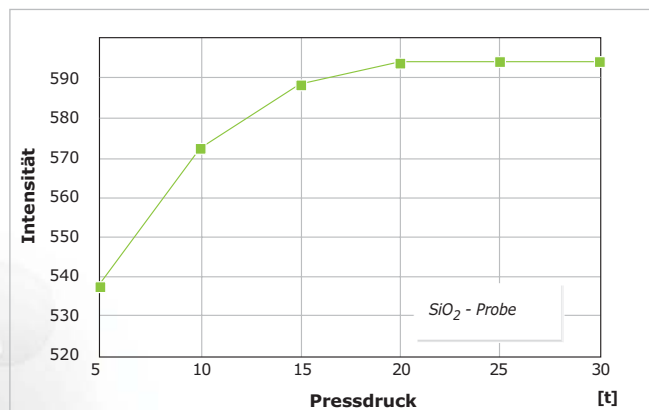
Elastische, weiche Materialien wie **Kunststoffe** zerkleinert man durch Scher- und Schneidwirkung. Zu diesem Zweck werden **Schneid- oder Rotormühlen** eingesetzt, bei denen der angestrebte Zerkleinerungsgrad über auswechselbare Bodensiebe mit definierten Lochweiten beeinflusst wird.

Von der Probe zum Pressling

Nach erfolgter Zerkleinerung kann die Probe zu einem Pressling verarbeitet werden. Für die mechanische Stabilität des Presslings ist häufig der Zusatz von Bindemitteln erforderlich. Dafür gibt es zwei Verfahren: Zugabe des Bindemittels als Mahlhilfe in Form von Pulver oder Tabletten oder ein getrenntes Vermischen nach der Vermahlung. **In der Schwingmühle MM 400 kann die Probe auch mit einem Bindemittel in speziellen Polystyrol-Bechern gemischt werden.** Beide Verfahren haben Vor- und Nachteile und müssen auf das Analysenziel abgestimmt werden.



Prinzip Abhängigkeit der RFA-Intensität von der Mahldauer. Die Probe wurde in der RETSCH Schwingmühle MM 400 homogenisiert.



Prinzip Abhängigkeit der RFA-Intensität von dem Pressdruck. Der Pressling wurde mit der RETSCH Tablettenpresse PP 40 hergestellt.

Schmelzaufschluss

Steht zu wenig Probe zur Verfügung kann auch das Aufpressen auf Borsäure eine Alternative sein. Partikelgrößeneffekte in den Presslingen limitieren aber die maximal zu erreichende Reproduzierbarkeit. Dieses Problem kann nur durch den Einsatz des Schmelzaufschlusses beseitigt werden. Hierbei wird die fein gemahlene Probe (< 60 - 100 µm) in einem Borataufschluss aufgelöst. Dadurch wird die Originalprobe zerstört und bindet sich homogen in eine Glasmatrix ein. Die bessere Reproduzierbarkeit wird durch fehlende Partikelgrößeneffekte, eine bessere Homogenität und eine definierte Dichte erzielt. Aufgrund der Verdünnung mit Borat wird der Schmelzaufschluss überwiegend zur präzisen Bestimmung von Hauptkomponenten eingesetzt, während Spurenelemente eher mit Hilfe eines Presslings detektiert werden. Wird für Routineproben keine hohe Präzision verlangt, kann auch da ein Pressling genügen.

Um allerdings eine stabile und reproduzierbare Messung in der RFA zu erhalten, müssen noch weit mehr Parameter kontrolliert werden. Deshalb ist es wichtig, die Probenvorbereitung an die jeweilige Aufgabenstellung anzupassen. Die eingesetzten Geräte (Mühle, Presse, Schmelzaufschlussgerät) müssen daher über eine flexible Parametereinstellung und der Anwender über entsprechendes Know-how verfügen.

MM 400



SCHEIBEN-SCHWINGMÜHLE RS 200

- Aufgabegut: mittelhart, hart, spröde, faserig
- Aufgabekorngröße: < 15 mm
- Endfeinheit: < 40 µm
- hervorragende Reproduzierbarkeit
- Analysenfeinheit in Sekunden

SCHWINGMÜHLE MM 400

- Aufgabegut: hart, mittelhart, weich, spröde, elastisch, faserig
- Aufgabekorngröße: ≤ 8 mm
- Endfeinheit: ~ 5 µm
- hoher Probendurchsatz dank kurzer Mahldauer und zwei Mahlstellen
- große Auswahl an Mahlbechergößen und -werkstoffen