Analyse von Flüssigkeiten mit Hilfe von RFA Küvetten und Folien

Einführung

Die Probenvorbereitung von Flüssigkeiten für die Röntgenfluoreszenzanalyse erfolgt durch das Eingießen einer Probe in eine mit Folie präparierte Küvette.

Doch Messen von Proben in Küvetten stellt ein Risiko für das RFA-Gerät dar. Besonders Flüssigkeiten können durch undichte Folien, beschädigte oder falsch präparierte Küvetten auf die Röntgenröhre tropfen. Dies kann zur Zerstörung der Röhre führen. Deshalb sollte nur geschultes Personal diese Messungen ausführen. Küvetten dürfen nur nach einer bestimmten Wartezeit, die zur Überprüfung von Leckagen dient, gemessen werden. Die Folien dürfen nicht wiederverwendet werden.

Die Messung von Küvetten mit Flüssigkeiten oder Pulverschüttungen unter Vakuum ist nicht erlaubt, da eine Kontamination des Gerätes nicht auszuschließen ist. Zum Schutz der RFA werden solche Messungen in aller Regel in einer Heliumatmosphäre durchgeführt. Vor allem EDRFA Geräte erlauben auch die Messung in Luft oder Stickstoff.

Analyse von Flüssigkeiten mit Hilfe von RFA Küvetten und Folien

Verfügbare Küvetten und Folien

Es sind viele verschiedene Küvetten auf dem Markt erhältlich, die abhängig von der Halterung des RFA Instrument genutzt werden können. Eine Liste verfügbarer Küvetten finden Sie hier:

https://www.fluxana.de/de/produkte/fluessiganalyse/kuevetten

Der Boden der Küvette wird mit einer für Röntgenstrahlen durchlässigen Folie bespannt. Die chemische Beständigkeit ist abhängig vom Material und der Dicke der Folie:

Folie	Dicke / µm	Geeignet für	Ungeeignet für
Mylar	1,5 2,5 3,5 6	Benzin, Diesel, Lösungsmittel	Säuren, Basen
Polypropylen	4 6 12	Verdünnte Säuren	Benzin, Diesel
Polycarbonat	5	Benzin, Diesel	
Kapton	7,5	Aromaten	

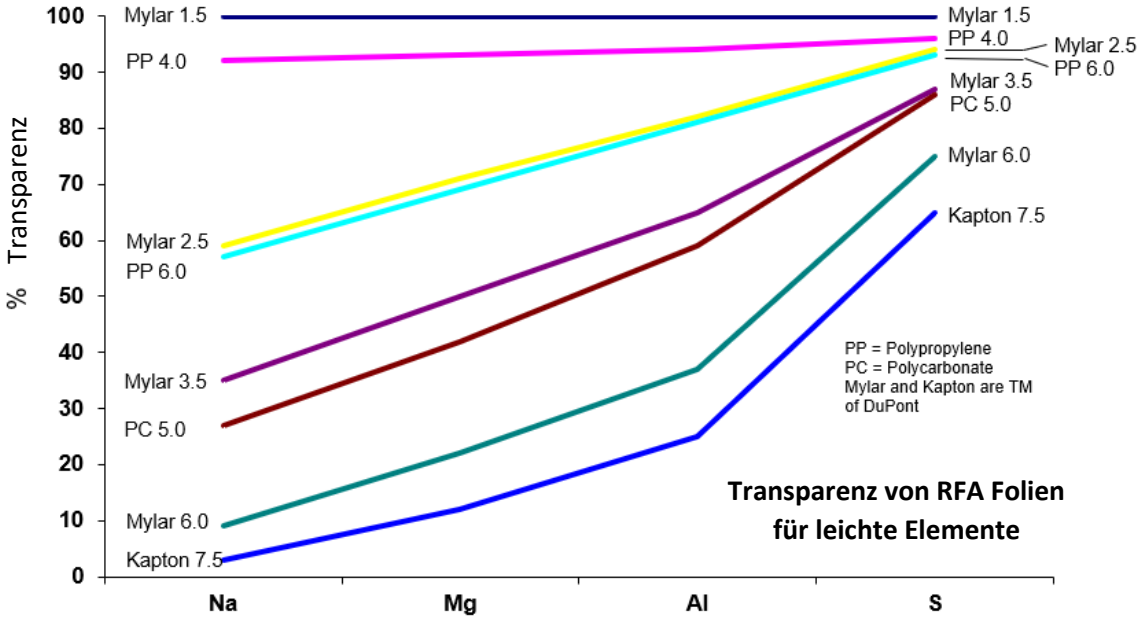
Diese Tabelle gibt eine Übersicht über die kommerziell erhältlichen Folien. Im Prinzip kommen zwei Materialien zum Einsatz: Polyester (Mylar) und Polypropylen (Bei Folien mit Handelsnamen, die Fragmente des Namens Propylen enthalten wie z.B. auf ‚len' enden, handelt es sich im Original meist um die deutlich preiswertere Polypropylenfolie). Die Folienmaterialien unterscheiden sich in der Beständigkeit gegenüber Chemikalien. Während Polyester gegenüber Lösungsmitteln, Aliphaten und Kraftstoffen stabil ist, zeigt Polypropylen mehr Stabilität gegenüber sauerstoffreichen Flüssigkeiten (z.B. Wasser, Polyglykole, hochsiedende Öle).

Eine Liste verfügbarer Folien finden Sie hier:

https://www.fluxana.de/de/produkte/fluessiganalyse/folien

Analyse von Flüssigkeiten mit Hilfe von RFA Küvetten und Folien

Entscheidend für den Einsatz einer Folie ist deren Durchlässigkeit für die Fluoreszenzstrahlung der leichten Elemente Natrium bis Schwefel. Die dünnste Mylarfolie mit 1,5µm absorbiert bereits 50% der Natriumstrahlung, 6µm Mylar nahezu 100%. Eine Analyse des noch leichteren Elements Fluor in einer Probe, die mit Folie gemessen wird, ist daher unmöglich. Diese Abbildung gibt einen Überblick.



Polypropylen eignet sich besonders für die Spurenanalyse von Feststoffen, da keine wesentlichen Verunreinigungen enthalten sind. Dagegen enthält **Mylar** Phosphor und Calcium als Verunreinigung (3,5µm Mylar entspricht 50 ppm Ca und 250 ppm P in einem Blanköl, z.B. sauberes Weißöl).

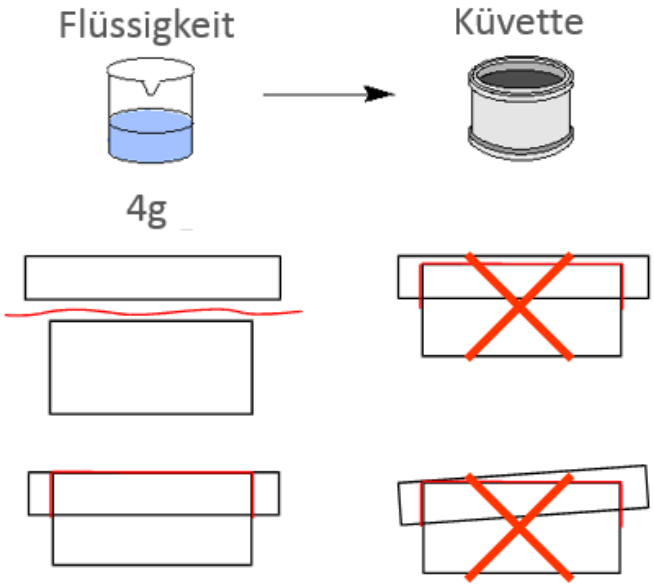
Folien wie **Hostaphan** (Polyester mit Siliziumverunreinigung) oder **Polycarbonat** (ohne Verunreinigungen bevorzugt für Kraftstoffanalyse) sind nur noch eingeschränkt oder gar nicht mehr verfügbar.

Kapton ist für die Fluoreszenzstrahlung leichter Elemente nur schwer durchlässig und kommt deshalb nur für die Analyse von Elementen größerer Ordnungszahl in Frage.

Analyse von Flüssigkeiten mit Hilfe von RFA Küvetten und Folien

Korrekte Vorbereitung der Küvette

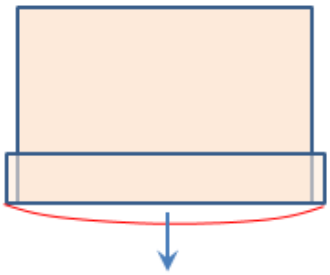
Bei Küvetten ist der Analysenfehler abhängig von der Präparation der Probenbecher. Exakter Sitz der Folie, des äußeren Rings und eine definierte Höhe ist entscheidend. Der Abstand der Röntgenröhre zur Folie der Küvette muss immer konstant sein. Deshalb ist darauf zu achten, dass der äußere Ring der Küvette, der die Folie hält, soweit aufgezogen wird, dass die Folie den Kassettenboden berührt oder auf gleicher Höhe ist.



WDRFA Röntgenstrahlen mit hoher Leistung zeigen eine Wechselwirkung mit der Folie:

- Polypropylen hängt leicht durch
- Polyester zeigt keine Veränderung

Die Strahlenbelastung der Folie und damit das Durchhängen kann durch Einsatz eines dünnen Primärfilters (z.B. Al) stark reduziert werden.



EDRFA- und WDRFA-Geräte mit kleiner Leistung (<50 Watt) zeigen diesen Effekt nicht.

Analyse von Flüssigkeiten mit Hilfe von RFA Küvetten und Folien

Literatur

[1] Rainer Schramm, Röntgenfluoreszenzanalyse in der Praxis II, 2. Edition, FLUXANA (2017).

[2] www.fluxana.de