

Probenpräparation: Herstellung von Presslingen



1.) Einleitung

Das Verpressen einer Probe führt zu einem Pressling mit definierter Dichte und garantiert damit eine reproduzierbare Probenpräparation.

Für die Röntgenfluoreszenzanalyse ist wichtig, dass der Pressling zudem mechanisch stabil ist. Denn beim Einschleusen in das Analysengerät wird die Probe evakuiert und nach der Vermessung wieder belüftet. Damit der Pressling bei diesen Vorgängen nicht zerbricht, ist eine hohe Stabilität erforderlich. Nur wenige Materialien zeigen diese Stabilität, die durch Verpressen in Aluminiumschalen oder Ringen noch erhöht werden kann. Für die meisten Materialien ist dagegen das Vermischen mit einem Bindemittel obligatorisch.

In diesem Whitepaper zeigen wir Ihnen anhand des Beispiels einer Zementprobe die Schritte zur Erstellung eines perfekten Presslings auf und geben wichtige Tipps für die Probenpräparation.

2.) Herstellung eines Presslings am Beispiel einer Zementprobe

Beispiel: Präparationsvorschrift für 32mm Pressling:

4,00 g Probe

1,00 g CEREOX®

In einen Mischbecher einwiegen, 1 Mischkugel zufügen und 2 Minuten im MUK Mischer mischen. Danach Pelletfilm auf die Pressplatten legen, Mischkugel entfernen und pressen.

Probenpräparation: Herstellung von Presslingen

2.1) Auswahl der Presse

Vergleich der Pressenmodelle:				
	PR-15	PR-25N	PR-25A	PR-40
max. Druck	15 t	25 t	25 t	40 t
Art	manuell	manuell	elektrisch	elektrisch
Presswerkzeug	Standard	Standard	Standard	Integriert + Wechselbar
Hub	16 mm	16 mm	30 mm	60 mm
Pressling 32mm	ja	ja	ja	ja
Pressling 40mm	ja	ja	ja	ja
Pressling in Ring	ja	ja	ja	ja
andere Durchmesser	ja	ja	ja	ja
verschiedene Durchmesser	ja	ja	ja	ja
programmierbar	-	-	-	ja
Programme	-	-	-	10

Abbildung 1 Vergleich der Pressenmodelle

Zur Herstellung eines Presslings mit 32mm Durchmesser reichen 15 Tonnen der PR-15 völlig aus. Wie oben beschrieben kommt es darauf an, dass die Herstellung von Presslingen reproduzierbar erfolgt. Die VANEON Pressen sorgen dafür, dass jedes Pulver mit exakt dem gleichen Druck verpresst wird. Damit erhält der Pressling eine definierte Probedichte.

Da Druck gleich Kraft (Tonnen) pro Fläche ist, sollten bei größeren Durchmessern, wie z.B. 40mm, wenigstens 20 Tonnen z.B. von der PR-25A, PR-25N oder PR-40 zum Einsatz kommen, um eine vergleichbare Dichte zu erreichen.

Die PR-25A unterscheidet sich von der PR-25N durch einen größeren Hub des Zylinders. Dieser wird benötigt, wenn Proben ein sehr großes Volumen und eine kleine Masse haben um das Verpressen in einem Schritt zu erledigen. Ansonsten werden mehrere Schritte benötigt.

Ein Problem tritt auf, wenn der Pressvorgang zu schnell erfolgt, denn dann sorgen Lufteinschlüsse dafür, dass Teile des Presslings später wieder abplatzen. Zu hohe Kraft kann auch dazu führen, dass der Pressling an der Pressplatte kleben bleibt, hier hilft nur eine Reduktion der Kraft oder die Verwendung von Pressfolien.

Probenpräparation: Herstellung von Presslingen

Die programmierbare 40 Tonnen Presse PR-40, umgeht diese Probleme, indem sie in bis zu 3 Schritten den Druck langsam aufbaut, wobei nach jedem Pressschritt auch noch eine Haltezeit vorgegeben werden kann.

Das integrierte Presswerkzeug bei der PR-40 erleichtert zudem erheblich den Reinigungsaufwand und führt deshalb zu einem höheren Durchsatz. Steigern lässt sich der Durchsatz dann noch durch Einsatz von Ringen, weil der letzte Schritt des Auspressens des Presslings wegfällt.

Bei Erhöhung des Drucks ist jedoch die Belastbarkeit des Presswerkzeugs zu beachten:

2.2) Auswahl des Presswerkzeugs

Belastungsgrenze für Presswerkzeuge ohne Ring

<u>Durchmesser</u>	<u>Maximale Presskraft</u>
ab 40 mm	40 t
35 mm – 39 mm	30 t
32 mm – 34 mm	25 t
28 mm – 31 mm	18 t
15 mm – 27 mm	5,0 t
10 mm – 14 mm	2,5 t
8 mm	1,5 t

Belastungsgrenze für Presswerkzeuge mit Ring

<u>Mit Ring (Außen-/Innendurchmesser in mm)</u>	<u>Maximale Presskraft</u>
PR-CD-6032R (40/32)	15 t
PR-CD-6016R (20/16)	5,0 t
PR-40-CD35R_b (40/35)	15 t
PR-40-CD35R (51,5/35)	30 t
PR-40-CD32R (40/32)	15 t

Probenpräparation: Herstellung von Presslingen

2.3) Mahlen der Probe

Für die RFA Analyse von Presslingen wird eine Korngröße von kleiner 100µm empfohlen. Um diese Korngröße zu erreichen kann die Probe auf verschiedene Arten zerkleinert werden. Die folgenden Listen zeigen die verschiedenen Prinzipien:



Abbildung 2 Prinzip: Zerkleinern einer Probe

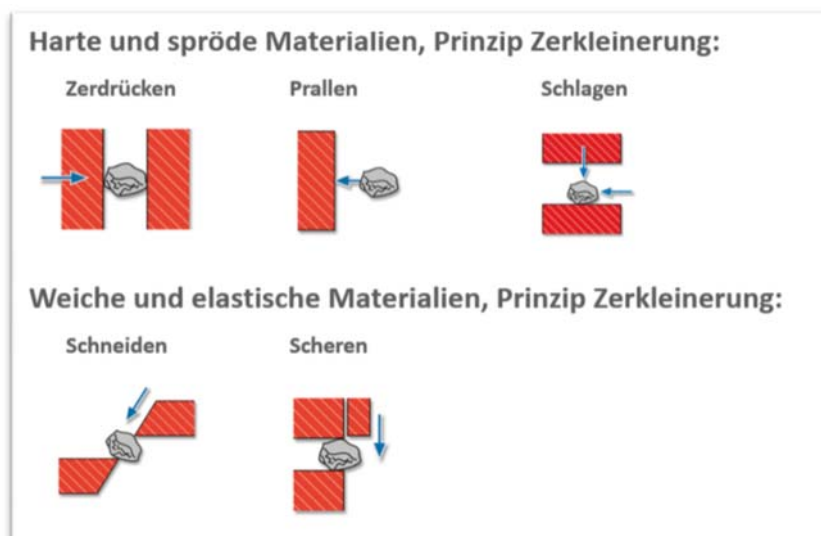


Abbildung 3 Prinzip: Zerkleinern einer Probe

Probenpräparation: Herstellung von Presslingen

2.4) Einwiegen der Probe

Nachdem die Probe zerkleinert ist, wird die entsprechende Menge abgewogen.



Abbildung 4 Einwiegen der Probe

2.5) Bindemittel: Materialübersicht von Bindemitteln zur Herstellung von Presslingen, deren Eignung als Mahlhilfe und deren Eigenschaften

Bindemittel	Mahlhilfe	Eigenschaften
Cereox (Wachs)	Nein	Hervorragendes Bindemittel ohne Verunreinigungen
Celleox (Zellulose)	Ja	Gutes Bindemittel , Absorptionsmittel für Flüssigabfälle
(Borsäure)	Ja	Kein Bindemittel, stabilisiert die Probe wenn als Rücken aufgespritzt (kleine Probenmengen), als toxisch eingestuft
Boreox	Ja	Hervorragendes Bindemittel , stabilisiert die Probe wenn als Rücken aufgespritzt , ungiftiger Ersatz für Borsäure.
Boreox Tabletten	Ja	Wie Boreox, besonders als Mahlhilfe geeignet, da Tabletten automatisch dosiert werden können

Abbildung 5 Bindemittel

Probenpräparation: Herstellung von Presslingen

2.6) Effektives Vermischen der Probe mit Bindemittel



Abbildung 6 MU-K-Mixer

Damit ein Pressling mechanisch stabil wird, muss das Bindemittel gleichmäßig mit der Probe vermischt werden. Manuell kann dies z.B. in einem Mörser erfolgen, indem man die Probe und das Bindemittel über einen längeren Zeitraum mit dem Pistill bearbeitet.

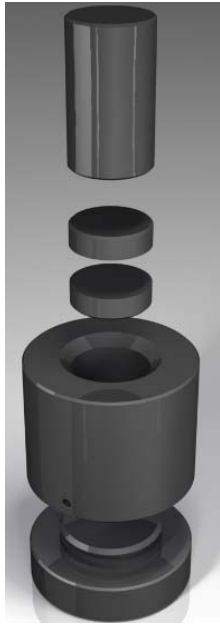
Effektiver und zeitsparender ist aber der Einsatz eines elektrischen Mixers, wie zum Beispiel der MU-K-Mixer. Dafür wird die Probe mit dem Bindemittel und einer Mischkugel in einem Einmalbecher innerhalb von 1-2 Minuten homogen vermischt. **Mischkugel vor dem Pressvorgang unbedingt entfernen!**

Damit wird garantiert, dass das Bindemittel in der ganzen Probe verteilt wird und damit beim Pressen der Pressling in allen Bereichen stabil wird.

Probenpräparation: Herstellung von Presslingen

2.7) Zusammensetzen des Presswerkzeugs

Das Presswerkzeug für die PR-15t, PR-25N und PR-25A Presse wird wie folgt zusammengesetzt:



Zuerst wird das Pressgehäuse auf die Bodenplatte gesetzt.

Danach wird die erste Pressplatte eingesetzt, nun das Probenmaterial eingefüllt und die zweite Pressplatte aufgelegt. Darauf achten, dass die polierten Seiten zur Probe zeigen. Zur Sicherheit werden die beiden Pressplatten vorher mit Pellet Film (TF-PF-32500 für 32 mm bzw. TF-PF-40500 für 40 mm) versehen, um Verunreinigungen zu vermeiden.

Als letztes wird der Stempel eingeführt und das ganze Presswerkzeug wird in die Presse überführt. Als nächstes wird die Spindel der Presse solange gedreht, bis sie auf dem Stempel aufsitzt und sich von Hand nicht mehr weiter drehen lässt. Der Pressvorgang kann nun gestartet

Abbildung 7 Presswerkzeug zusammensetzen

Nach dem Pressen wird das Werkzeug aus der Presse herausgenommen und auf den Kopf abgestellt. Der Boden wird abgenommen und man drückt das Pressgehäuse mit den Handballen **vorsichtig** nach unten. **Achtung Quetschgefahr!**

Eine weitere Methode wäre, das Presswerkzeug auf dem Kopf zurück in die Presse zu stellen, den Boden abzunehmen und durch das WZ-0024 zu ersetzen.



Abbildung 8 WZ-0001

Dann die Spindel von Hand vorsichtig nach unten drehen, bis der Pressling aus dem Werkzeug herausgedrückt wurde.

Probenpräparation: Herstellung von Presslingen

2.8) Verwendung von Hilfsmitteln: Pelletfilms, Alu-Cups und Pressringen

Unsere Pressfolien (Pelletfilms) verhindern die Kontaminierung und das Verkleben Ihrer Presslinge an dem Presswerkzeug.

Die Aluminiumbecher sind ideal für instabile Proben und zur Beschriftung von Proben.

Die Ringe für Presslinge stehen in unterschiedlichen Durchmessern und für verschiedene Pressen zur Verfügung. Sie eignen sich zum Stabilisieren der Probe und werden bei automatischer, aber auch manueller Probenverarbeitung eingesetzt.



Abbildung 9 Pelletfilm



Abbildung 10 Alu-Cups

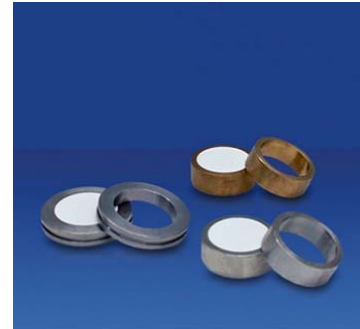


Abbildung 11 Pressringe

2.9) Pressvorgang

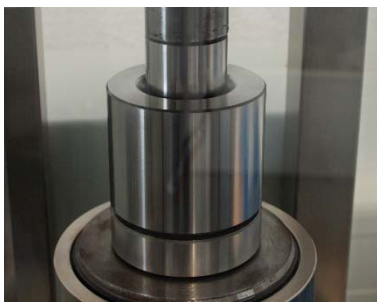


Abbildung 12 Pressvorgang

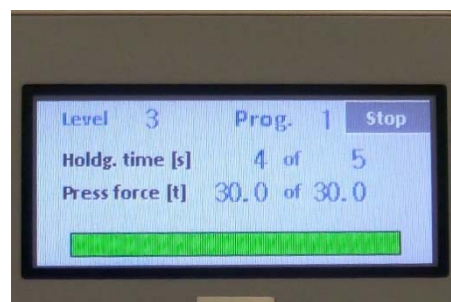


Abbildung 13 Software dokumentiert Pressvorgang

Beim Pressen wird Druck aufgebaut, entweder manuell mit Hilfe eines Hebels oder automatisch, bis der notwendige Druck erreicht ist.

Probenpräparation: Herstellung von Presslingen

2.10) Probe entfernen

Um die Probe sauber aus dem Presswerkzeug zu entfernen, empfehlen wir den Sauger WZ-0004a.



Abbildung 14 Sauger WZ-0004a

2.11) Analytische Ergebnisse

Die nachfolgende Tabelle zeigt als Beispiel die Ergebnisse einer Mehrfachpräparation einer Zementprobe mit Bindemittel.

Tabelle: Präparation der Zementprobe CEM V02 als Pressling mit CEREOX® im Verhältnis 4:1.

Masse%	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	K	Ca
Präp. #1	0,206	2,60	3,70	12,38	0,040	1,35	0,045	0,79	39,24
Präp. #2	0,212	2,63	3,74	12,44	0,041	1,35	0,044	0,76	39,09
Präp. #3	0,221	2,66	3,78	12,47	0,042	1,36	0,044	0,75	38,92
Präp. #4	0,206	2,61	3,71	12,39	0,042	1,34	0,047	0,76	39,22
Mittelwert	0,211	2,63	3,73	12,42	0,041	1,35	0,045	0,76	39,12
Stabw.	0,007	0,03	0,04	0,04	0,001	0,01	0,001	0,01	0,15

Masse%	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Zn	Sr	Ba
Präp. #1	0,23	0,0091	0,0039	0,139	1,26	0,0123	0,069	0,040
Präp. #2	0,23	0,0093	0,0038	0,139	1,25	0,0128	0,067	0,045
Präp. #3	0,24	0,0098	0,0031	0,137	1,27	0,0133	0,067	0,045
Präp. #4	0,24	0,0099	0,0038	0,138	1,28	0,0132	0,069	0,045
Mittelwert	0,23	0,0095	0,0037	0,138	1,27	0,0129	0,068	0,044
Stdabw.	0,01	0,0004	0,0004	0,001	0,01	0,0005	0,001	0,002

Probenpräparation: Herstellung von Presslingen

3.) Spezielle Applikation:

3.1) Pressling für Mindermengen (BOREOX-Backing)

Eignet sich bei kleinen Mengen (ca. 0,5g Probe oder verfügbare Mindermenge), wenn ein normaler Pressling nicht möglich ist.

Das Presswerkzeug wird montiert und die untere Presseplatte mit dem Pelletfilm eingelegt. Die Einfüllhilfe (PR-CD-BA32/ PR-CD-BA40) einsetzen und Probe einfüllen. Die Probe vorsichtig mit dem dazugehörigen Stempel mit einer Drehbewegung verteilen. Ziel ist eine ebene und gleichmäßige Schicht des Materials. Dann 5 bis 7g BOREOX einfüllen, die Einfüllhilfe herausziehen, obere Pressplatte einsetzen und verpressen.

Es entsteht ein stabiler Pressling mit einer dünnen, aber unverdünnten Probenschicht, der wie ein normaler Pressling für die RFA eingesetzt werden kann.



Abbildung 15 Einfüllhilfe PR-CD
BA32/40



Abbildung 16 Pressling mit
Probenschicht



Abbildung 17 Aufbrechen zeigt die
dünne Schicht

3.2) Einsatz von WC-Pressplatten

Beim Einsatz sehr harter Proben wie z.B. Quarz kann beim Verpressen eine Kontamination der Probe durch die Elemente Fe und Cr erfolgen. Dies kann wie neben dem Einsatz von Pelletfilm auch durch Verwendung von Pressplatten aus Wolframcarbid (WC) vermieden werden. Die Tabelle unten zeigt Ergebnisse von Cr und Fe in Presslingen von Sand, die einmal mit Pressplatten aus gehärtetem Stahl und einmal mit Pressplatten aus WC präpariert wurden. Beim Vergleich wird deutlich, wie stark die Presslinge mit Fe und Cr kontaminiert werden.

Probenpräparation: Herstellung von Presslingen

µg/g	PP aus Stahl		PP aus WC	
	Cr ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃
1	33	505	0	251
2	152	1090	0	271
3	5	333	5	250
4	25	403	5	251
5	0	280	0	273
MW	43	522	2	259
STABW	62	328	3	12

Tabelle: Vergleich der Kontaminierung von Cr und Fe beim Verpressen von Sand für Pressplatten aus Stahl und Wolframcarbid.

4.) Weitere Hinweise:

4.1) Lagerung und Benutzung des Presswerkzeugs

Das Presswerkzeugset besteht aus gehärtetem Edelstahl, um seine Robustheit zu garantieren. Um die Oberfläche korrosionsfrei zu halten, ist es wichtig, jegliche Fingerabdrücke, Probenmaterial oder Ähnliches zu entfernen.

Das Presswerkzeug muss in einer trockenen Umgebung gelagert werden. Jegliche entstehende Korrosion befindet sich nur an der Oberfläche und kann leicht durch polieren entfernt werden. Es stellt keinen Qualitätsmangel dar.

Die Oberflächenqualität der Pressplatten hat nur bedingt Einfluss auf die RFA Ergebnisse. In aller Regel ist die Korngröße von Pulvern größer als die Oberflächengüte, d.h. solange Riefen und Vertiefungen auf der Oberfläche kleiner als die Korngröße des Pulvers sind, hat es keinen Einfluss auf die RFA Messung. Auch in Fällen, in denen Presslinge Muster oder Farbverläufe zeigten, konnten wir bisher keinen analytischen Einfluss feststellen.

Probenpräparation: Herstellung von Presslingen

4.2) Wiederverwendbarkeit der Ringe zur Kostenoptimierung

Zur Kostenoptimierung und zur Verbesserung der Nachhaltigkeit lassen sich die Ringe wiederverwenden. Dazu den Ring in das mitgelieferte Werkzeug einsetzen, den Stempel auf die Probe setzen und anschließend vorsichtig mit einem Hammer heraus schlagen.



Abbildung 18 Ring in das Werkzeug einsetzen



Abbildung 19 Stempel auflegen



Abbildung 20 Probe mit Hammer heraus schlagen

5.) Zusammenfassung

Bei der Herstellung von Presslingen ist die Auswahl der Werkzeuge entscheidend für die erzielte Qualität. Mechanische Stabilität wird er durch den Einsatz eines geeigneten Bindemittels erreicht. Dabei ist effizientes Durchmischen von Probe und Bindemittel mit Hilfe eines Mixers entscheidend. Für den Pressvorgang stehen eine ganze Reihe von manuellen und automatischen Pressen mit Presswerkzeugen unterschiedlicher Durchmesser zur Verfügung.

Letztendlich belegt die gute Reproduzierbarkeit im gezeigten Beispiel, was moderne Presstechnik heute leisten kann.

Probenpräparation: Herstellung von Presslingen



Mahlen der Gesamtprobe



davon 4g Probe einwiegen



1g Bindemittel hinzufügen



2 Minuten durchmischen



Pelletfilm auflegen oder



Aluminiumbecher einsetzen



Mischung einfüllen



und verpressen:



Perfekter Pressling

Abbildung 21 Zusammenfassung eines Pressvorgangs

Literatur

- [1] Rainer Schramm, Röntgenfluoreszenzanalyse in der Praxis, korrigierte Auflage II, FLUXANA (2017).
- [2] www.fluxana.com