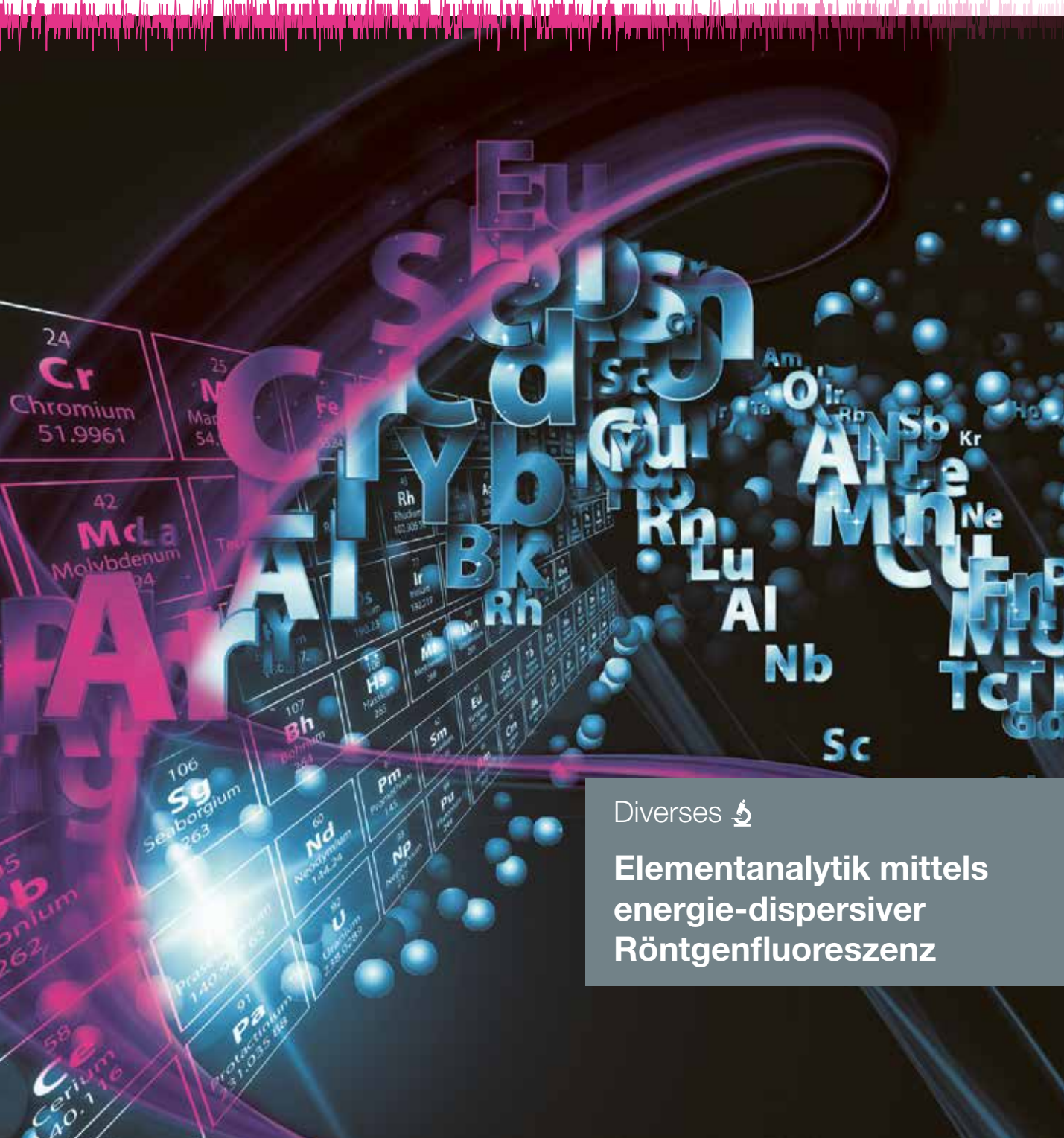


**INTERLABOR
BELP AG**

ANALYTICS

N° 1
Mai 2019



Diverses 

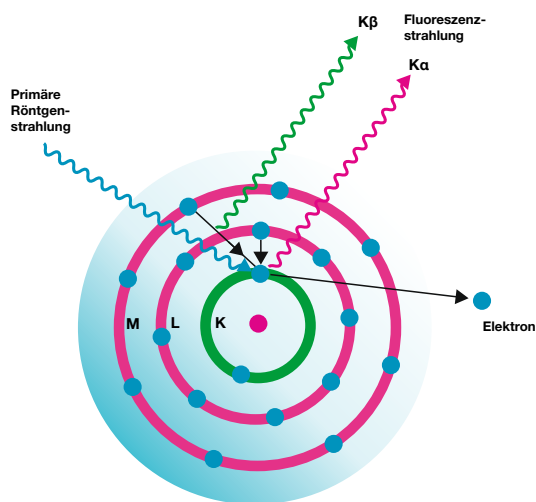
**Elementanalytik mittels
energie-dispersiver
Röntgenfluoreszenz**

Elementanalytik mittels energie-dispersiver Röntgenfluoreszenz

Autor: Andreas Fankhauser

Viele populäre Kriminalserien suggerieren dem Zuschauer, dass in einem analytischen Labor innerhalb von Sekunden sowohl genaue qualitative als auch quantitative Resultate generiert werden können, ohne dass die Probe respektive das Beweisstück in irgendeiner Weise Schaden nähme. In der Laborrealität sind hingegen oftmals zeitaufwendige, nichtzerstörungsfreie Probenaufbereitungsverfahren zur Lösung komplexer analytischer Probleme notwendig. Eine Ausnahme bildet die Elementanalytik mittels energie-dispersiver Röntgenfluoreszenz (ED-XRF). Wie in einem Fernsehkrimi ermöglicht das spektroskopische Verfahren innerhalb kürzester Zeit eine qualitative Aussage zur elementaren Zusammensetzung eines Materials.

1 Funktionsprinzip Photoelektrischer Effekt und ED-XRF



Die energie-dispersive Röntgenfluoreszenz basiert auf dem photoelektrischen Effekt. Die Anregung des Probenmaterials erfolgt mittels kurzwelliger, energiereicher Röntgenstrahlung. Durch die hohe Energie werden auch kernnahe Elektronen aus den Probeatomen herausgeschlagen. Die resultierenden Leerstellen werden unmittelbar durch kernfernere Elektronen belegt, während die bei diesem Stabilisierungsprozess freiwerdende Energie als Fluoreszenz-

strahlung abgegeben wird (siehe **1**). Die Energiedifferenz der Elektronen unterschiedlicher Kernschalen ist abhängig von der Kernladungszahl des Atoms. Folglich ist das detektierte Fluoreszenzsignal charakteristisch für das jeweilige Element¹.

Anwendung

Die Beschreibung des Anwendungsbereichs lässt Parallelen zur Rolle der Infrarot-Spektroskopie in der organischen Strukturanalytik ziehen. So ist ED-XRF ebenfalls ein schnelles und relativ kostengünstiges Analyseverfahren. Allerdings werden hierbei statt funktioneller organischer Gruppen die Hauptelemente einer Probe identifiziert und auf dieser Basis sind erste Rückschlüsse auf die Identität möglich. ED-XRF ist insofern auch eine wichtige Ergänzung zur ICP-MS-Technik, die aufgrund ihrer hohen Empfindlichkeit für die Spurenanalytik bis in den ppt-Bereich prädestiniert ist, indes jedoch nicht für zerstörungsfreie Analysen. Die Schlüsselmerkmale beider Verfahren sind in **Tabelle 1** gegenübergestellt.

Als schnelles und zerstörungsfreies Testverfahren wird ED-XRF bereits in unterschiedlichsten Industrien routinemässig eingesetzt. Interlabor Belp AG fokussiert sich diesbezüglich auf Troubleshooting und Spezialprojekte aus der Pharmabranche.

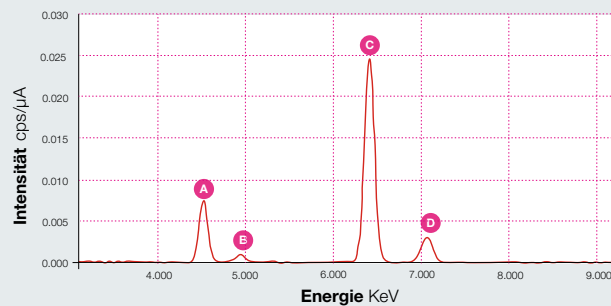
Eine interessante Anwendung von ED-XRF gilt der Bestimmung der qualitativen Zusammensetzung von Tabletten. Besonders die bei der Tablettierung häufig eingesetzten anorganischen Hilfsstoffe Titandioxid, Zinkoxid oder Magnesium in Magnesiumstearat können problemlos nachgewiesen werden. Folglich kann mittels ED-XRF als Teil von Bioäquivalenzstudien gezeigt werden, dass Generika gleich zusammengesetzt sind wie die Originalpräparate (siehe **2**). Die entsprechenden Messdaten können zur Unterstützung der Zulassung oder etwaiger Bioverfügbarkeitsstudien genutzt werden. Die schon angesprochenen anorganischen Mineralien Titandioxid und Zinkoxid sind aufgrund ihrer Wirkung als UV-Filter gleichermaßen beliebte Inhaltsstoffe in Haut- und Sonnencremes. Klassische Verfahren zur Bestimmung des Zinkoxidgehalts im Endprodukt basieren meist auf komplexometrischer Titration. ED-XRF stellt sich in diesem Kontext als zeit- und kostengünstige analytische Alternative heraus.

Tabelle 1

Schlüsselmerkmale	ED-XRF	ICP-MS
Messbare Probentypen	<ul style="list-style-type: none"> • Pulver • Metalle • Wässrige Lösungen • Organische Lösungen • Ganze Objekte 	<p>Nur wässrige Lösungen ohne organische Matrix</p> <p>Alle anderen Proben werden beispielsweise mittels Säureaufschluss mineralisiert</p>
Messbereich	<p>Obergrenze: 100 %</p> <p>Untergrenze: ca. 10 ppm</p>	<p>Obergrenze: ca. 10 ppm (nach Verdünnung der Proben bis 100 %)</p> <p>Untergrenze: ca. 10 ppt</p>
Qualitative Analytik	möglich	möglich
Quantitative Analytik	Möglich, wenn matrix-identische Standards vorhanden sind	möglich
Limitierungen	Leichte Elemente nicht bestimmbar (Wasserstoff bis Neon)	Erhöhte Interferenzen bei einigen Elementen (Schwefel, Silizium, Calcium, Kalium, Eisen, Vanadium)

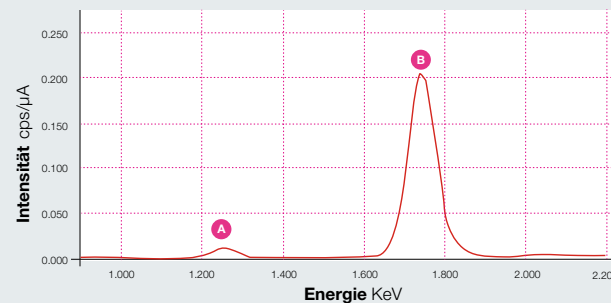
2 ED-XRF Analyse von Tablettenhülle

- A** Titan K- α Linie
- B** Titan K- β 1 Linie
- C** Eisen K- α Linie
- D** Eisen K- β 1 Linie



2 ED-XRF Analyse von Tablettenkern

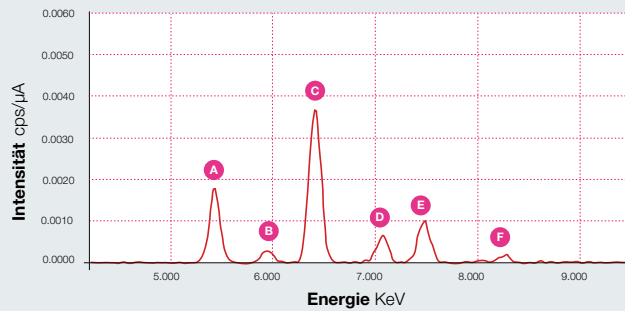
- A** Magnesium K- α Linie
- B** Silizium K- α Linie



In der Baustoffindustrie repräsentiert die exakte Bestimmung der Zusammensetzung der eingesetzten Werkstoffe sowie die Identifizierung von etwaigen Verunreinigungen einen essentiellen Bestandteil der Prozess- und Qualitätskontrolle². Da die Materialien fast immer als anorganische Feststoffe vorliegen, sind sie für die zerstörungsfreie Analytik mittels ED-XRF prädestiniert. Auf diese Weise konnte im Rahmen eines Troubleshootings eindeutig Natriumsulfat als Ursache einer Betonausbühlung spezifiziert werden. Die alternative Analysestrategie, die Identifizierung mittels nass-chemischer Fällungsreaktionen, ist deutlich arbeitsintensiver; zudem erlaubt sie keinerlei quantitative Aussagen. Darüber hinaus ist bei Fällungsreaktionen aufgrund der Matrixeffekte nicht für jede Probe eine eindeutige Interpretation der Ergebnisse möglich.

3 ED-XRF Analyse von Bohrprobe aus Ofeninnenraum.

- A Chrom K- α Linie
- B Chrom K- β 1 Linie
- C Eisen K- α Linie
- D Eisen K- β 1 Linie
- E Nickel K- α Linie
- F Nickel K- β 1 Linie



Ein weiteres Spezialprojekt betraf die Analyse eines Metall-ofens aus der Hightech-Bauteilindustrie. Da mittels ED-XRF ohne jegliche Probenaufarbeitung die Zusammensetzung von Stahl und anderen Eisenlegierungen zu bestimmen ist, wurde direkt eine Bohrprobe aus dem Ofeninnenraum analysiert und die Hauptelemente identifiziert (siehe 3).

Literatur

1. Shackley, M. Steven. „X Ray Fluorescence Spectrometry (XRF).“ *The Encyclopedia of Archaeological Sciences* (2011): 1-5.
2. Giurlani, Walter, Massimo Innocenti, and Alessandro Lavacchi. „X-ray microanalysis of precious metal thin films: Thickness and composition determination.“ *Coatings* 8.2 (2018): 84.

Fazit

Als schnelles und zerstörungsfreies Analyseverfahren, das die qualitative und quantitative Bestimmung fast aller in der Industrie relevanter Elemente ermöglicht, ist die energie-dispersive Röntgenfluoreszenz universell einsetzbar: von der Bestimmung von UV-Filtern und Tablettenzusammensetzungen bis hin zu Materialprüfungen und Troubleshooting in der Metall- und Baustoffindustrie. □

Autor



Andreas Fankhauser
Bereichsleiter
Elementanalytik

INTERLABOR BELP AG



Interlabor Belp AG

Aemmenmattstrasse 16
3123 Belp, Schweiz
Tel. +41 (0)31 818 77 77
Fax +41 (0)31 818 77 78
www.interlabor.ch
info@interlabor.ch

Öffnungszeiten

Montag bis Freitag
07.30 – 12.00 Uhr
13.30 – 17.00 Uhr