

Zur röntgenfluoreszenzanalytischen Untersuchung kleiner Probenmengen

Autor(en): **Stern, W.B.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Schweizerische mineralogische und petrographische Mitteilungen
= Bulletin suisse de minéralogie et pétrographie**

Band (Jahr): **51 (1971)**

Heft 2-3

PDF erstellt am: **24.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-39834>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Zur röntgenfluoreszenzanalytischen Untersuchung kleiner Probenmengen

Von *W. B. Stern* (Basel) *)

Mit 2 Textfiguren

Zusammenfassung. Eine präparative Anordnung, welche die qualitative Röntgenfluoreszenzanalyse kleiner Probenmengen (1 bis 2 mg) verschiedener Stoffklassen, wie Mineralien, Ton, Papier oder Textil ermöglicht, wird kurz diskutiert.

Abstract. A simple device for qualitative X-ray fluorescence analysis of minute mineral, clay, paper or textile samples is shortly described.

Nachdem die Präparationstechnik silikatischer Proben für die quantitative Röntgenfluoreszenzanalyse in den Laboratorien des Mineralogischen Institutes, Universität Basel, während längerer Zeit eingehend geprüft worden ist (vgl. SCHWANDER und STERN, 1969), ergab sich die Notwendigkeit, ein Präparationsverfahren für die qualitative RF-Übersichtsanalyse kleiner Probenmengen zu entwickeln. Folgenden Hauptforderungen musste ein solches Verfahren genügen:

- Schnelligkeit und Einfachheit in der Herstellung der Analysenpräparate
- Minimaler Probenverbrauch
- Anwendbarkeit auf verschiedene Stoffklassen
- Gewährleistung einer hinreichenden Analysenreproduzierbarkeit

Auf Grund dreier praktischer Probleme, die uns zur Bearbeitung vorgelegt wurden und die im folgenden kurz geschildert seien, ergab sich die unten beschriebene Anordnung.

Fall 1. Bei einer grösseren Anzahl bemalter antiker Tonscherben sollte abgeklärt werden, ob allenfalls anorganische Farbträger vorhanden seien und welcher Art ferner die chemische Variabilität des Tonrohmaterials – es lagen Scherben verschiedener Keramik, verschiedenen Alters und verschiedener Provenienz vor – wäre. Zur

*) Adresse: Dr. W. B. Stern, Mineralogisch-petrographisches Institut der Universität, Bernoullianum, CH-4056 Basel.

Verfügung standen jeweils maximal etwa 1 cm² bemalter Fläche bei einer Dicke der Farbschicht von ca. 0,1 mm.

- Fall 2. Von einigen frühen Drucken, Inkunabeln und Pergamenten sollte abgeklärt werden, ob die Farbe der Majuskeln mineralisch-anorganisch, oder vegetabil sei.
- Fall 3. Im Zusammenhang mit einem Kriminalfall sollte untersucht werden, ob Pulverdampfspuren auf einem Textilgewebe Rückschlüsse auf die Schussdistanz zuließen. Die Schmauchspuren waren infolge eingetrockneten Blutes, und wegen der dunklen Farbe des Gewebes makroskopisch nicht sichtbar. Das inkrimierte Material durfte durch das präparative und analytische Prozedere selbstverständlich nicht zerstört werden.

Da bei den genannten Proben das vorliegende Analysenmaterial auf 1 bis 2 mg beschränkt war, fiel eine konventionelle Probenvorbereitung mit Presslingen ausser Betracht. Ein direktes Einbringen der Probe in die Becher der RF-Apparatur empfahl sich zum mindesten im Falle der Tonscherben wegen der unterschiedlichen Probengeometrie ebensowenig. RF-Präparate müssen bekanntlich untereinander hinsichtlich Probendurchmesser, -dicke, -gewicht und -oberfläche möglichst ähnlich sein.

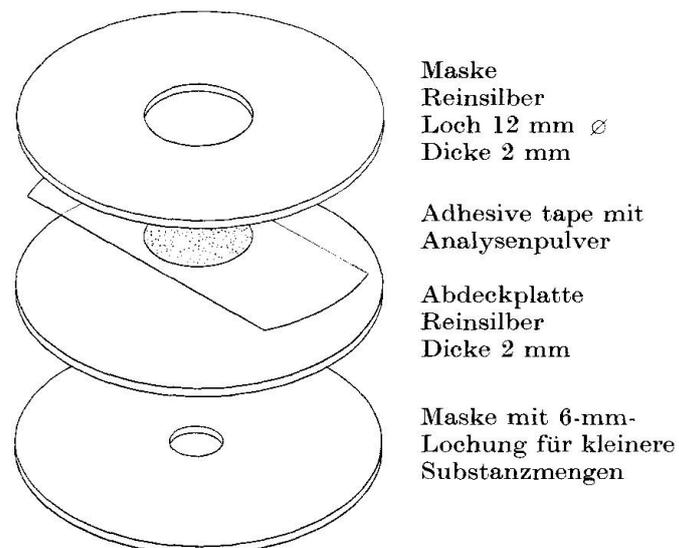


Fig. 1. Maskierung und Abdeckung von dünnen Analysenproben geringen Durchmessers (12 mm \varnothing , 6 mm \varnothing) mit 2 mm dicken Reinsilberplatten (Aussendurchmesser 32 mm).

Vorgehen: Für Fall 1 wurden mit einem Spätelchen jeweils kleinste Substanzmengen von der Unterlage entfernt und auf maskiertes Adhesive tape gebracht bis eine gleichmässige Beschichtung erreicht war, vgl. Fig. 1. Der Materialüberschuss lässt sich durch Abklopfen leicht von der Klebeschicht entfernen. Der Klebstreifen kann randlich beschriftet (derart, dass die Bezeichnung unter die Maske zu liegen kommt), und zur Archivierung auf Polyester-

folien geklebt werden. Auf diese Weise finden 100 Proben auf einer A 4 Seite bequem Platz.

Bei Fällen 2 und 3 empfahl sich direktes Ausstanzen von Papier/Pergament- bzw. Textilrondellen von 12 mm Durchmesser und Fixierung auf Klebstreifen.

Für die Maskierung können Blenden mit verschiedenem Lochdurchmesser, z. B. 6 und 12 mm verwendet werden. Besondere Beachtung verdient das Blendenmaterial: es soll eine hohe Reinheit aufweisen, leicht erhältlich und billig sein und ferner Röntgenstrahlung stark absorbieren. Schliesslich müssen die hier verwendeten, sehr dünnen Präparate auf der Rückseite abgedeckt werden, damit keine Streustrahlung aus dem Probenbecher mitregistriert wird.

Versuche mit Polyvinylchlorid, Aluminium und Nickel als Maskenmaterial verliefen unbefriedigend, während sich 2 mm dicke Platten aus Reinsilber (Usine Genevoise de dégrossissage d'or, Genf) bewährten. Die Reinheit des Silbers (Cu als Neben-/Spurenkomponente vorhanden), des Adhesive tape, sowie der Absorptionseffekt der verwendeten Silberplatten wurden getrennt geprüft, vgl. Fig. 2.

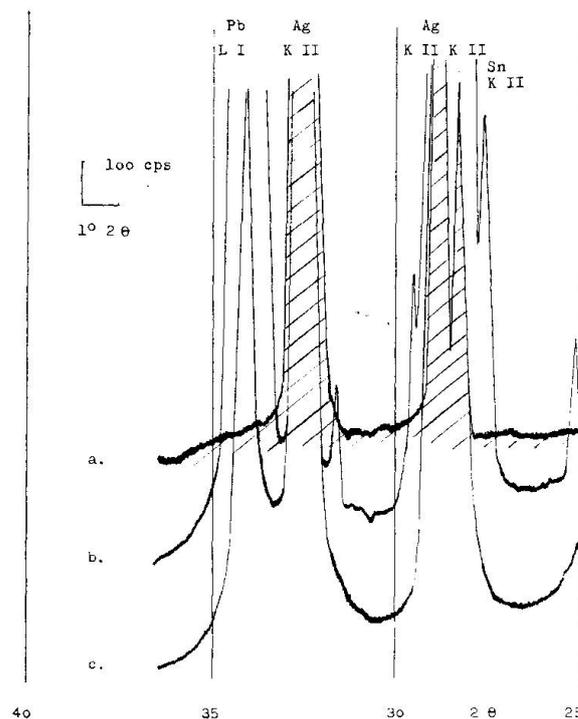


Fig. 2. Schematisches Spektrum (Alpha-Linien) einer Blei-Zinnlegierung; Maskierung mit Silberplatte. Ag-Anode, 40 kV, 20 mA, Kollimator 160 Mikron.

- a Pb-Sn völlig mit 2 mm dickem Ag-Blech abgedeckt: Pb- und Sn-Strahlung wird absorbiert.
- b Maskierung mit Silberblende, 2 mm dick, Öffnung 12 mm \varnothing .
- c Maskierung mit Silberblende, 2 mm dick, Öffnung 6 mm \varnothing .

Die analytischen Bedingungen sind auf folgender Übersicht zusammengefasst:

Apparatur	Philips Einkanal-Vakuumspektrometer.
Anregung	Ag-Anode, 40 kV 25 mA.
Kollimator	160 Mikron.
Kristalle	LiF, RbAP, PE (thermostabilisiert).
Zähler	DF, Sz.
Messzeit	100 sec.
Optimalisierung	mittels synthetischer Eichproben.
Präparat	gedreht (Spinner), ca. 1,5 mg auf Adhesive tape, 9 mm \varnothing mit 2 mm dickem Reinsilber maskiert und hinterlegt.

Literatur

SCHWANDER, H., und STERN, W. (1969): Zur Analyse von Cordierit. SMPM 49, S. 585.

Manuskript eingegangen am 15. September 1971.