

Fünf Gründe, um auf ein ED-RFA-Analysegerät der nächsten Generation umzusteigen

Einführung

Manchmal macht bereits eine kleine Veränderung einen großen Unterschied aus. Ein gutes Beispiel hierfür ist die Technologie der energiedispersiven Röntgenfluoreszenzanalyse (ED-RFA). Die führenden Modelle der neuesten ED-RFA-Spektrometer-Generation – zu denen auch das SPECTRO XEPOS zählt – wurden durch stetige Weiterentwicklung in vielerlei Hinsicht erheblich verbessert und setzen damit neue Maßstäbe in ihrer Klasse.

Diese neuen, optimierten Geräte bieten einen noch größeren Umfang an quantitativen Analysemöglichkeiten, einen größeren Analysebereich mit mehr erfassbaren Elementen und niedrigeren Konzentrationen, einen höheren Probendurchsatz, geringere Betriebskosten sowie einen verbesserten Bedienkomfort.

Dieser Quantensprung hat bei vielen Anwendern zu einem Umdenken bezüglich der Einsatzmöglichkeiten eines modernen ED-RFA-Gerätes geführt. In vielen Fällen liefern diese Geräte gleich gute oder sogar bessere Ergebnisse im Vergleich zu teureren wellenlängendispersiven Röntgenfluoreszenzspektrometern (WD-RFA).

Dieses White Paper richtet sich insbesondere an Laborleiter und Leiter der Qualitätskontrolle. Es beschreibt fünf wesentliche Gründe, weshalb ein Umstieg auf die neueste Generation von ED-RFA-Analysegeräten die richtige Wahl zur Optimierung von Leistung, Effizienz und Bezahlbarkeit sein kann.



1. Wegweisendes Verfahren in der quantitativen Analyse

Traditionsgemäß werden ED-RFA-Geräte als Werkzeuge für die *qualitative* Analyse eingesetzt. Typischerweise legt der Anwender die Proben zur Analyse ins Gerät, drückt anschließend die gemessenen Spektren aus und vergleicht diese dann mit Referenzspektren der interessierenden Elemente, um sicherzustellen, dass eine Übereinstimmung vorliegt. Diese Vorgehensweise wird oft als Methode zum schnellen *Screening* eingehender Proben genutzt, um mit geringem Zeitaufwand überprüfen zu können, ob die Materialien in der richtigen chemischen Zusammensetzung angeliefert wurden. Die meisten ED-RFA-Analysegeräte sind durchaus in der Lage, bei dieser Art der Anwendung effizient, zeitgerecht und vergleichsweise kostengünstig zu arbeiten. Auch kommen sie zum Einsatz, wenn nur wenige Elemente in einer bestimmten Probenmatrix analysiert werden müssen. Beispiele hierfür sind Anwendungen in der Prozessüberwachung.

Allerdings ist eine solche Vorgehensweise nicht unbedingt zu empfehlen, wenn für jede Probe eine große Anzahl von Elementen

betrachtet werden muss. Außerdem setzt diese Verwendung einen Bediener voraus, der es gewohnt ist, vergleichbare Spektren „mit bloßem Auge“ beurteilen zu können. Es bedarf einiger Erfahrung, um mittels visueller Anhaltspunkte geringfügigste Unterschiede wahrnehmen zu können, die aber tatsächlich auf das Vorhandensein eines ungewollten Elementes hinweisen und es deshalb erforderlich machen könnten, eine Lieferung vollständig zurückzuweisen.

Eine rein qualitative Analyse stößt auch dann an ihre Grenzen, wenn die erhaltenen Spektren Interferenzlinien aufweisen. In der Herstellung von Kosmetika z. B. erhält man die weiße Farbe eines Puders beispielsweise oft durch Zugabe von Titanoxid. Titanspektren können jedoch durch Signale hoher Anteile an Barium gestört werden, das ebenfalls eine weiße Farbe erzeugt, wenn es als Bariumsulfat vorliegt. Eine qualitative Analyse lässt keine Rückschlüsse auf die Konzentration eines bestimmten Elements in einer Probe zu. Je nach Probenmatrix und stofflicher Zusammensetzung können scheinbar vergleichbare Spektren aus Proben mit unterschiedlichen Konzentrationen aufgenommen worden sein.

Durch die Entwicklung neuer Technologien wurden die Grenzen des Machbaren fundamental verschoben. Bedingt durch Verbesserungen in der Anregung, Detektion und den Berechnungsalgorithmen können mithilfe der neuen ED-RFA-Analysegeräte auch quantitative Untersuchungen durchgeführt werden, um nicht nur das Vorhandensein, sondern auch die Konzentration einer Vielzahl von Elementen auch in völlig unbekanntem Proben zu bestimmen. Das mit modernsten Software-Tools ausgestattete SPECTRO XEPOS ist beispielsweise in der

Lage, sämtliche relevanten Elemente im Elementbereich von Natrium bis Uran ohne aufwändiges Setup – auch in unbekanntem Proben – zu identifizieren und zu quantifizieren. Ist hohe Genauigkeit gefordert, kalibriert der Anwender das ED-RFA-Gerät einfach mittels matrixangepasster Proben und kann dann die Elementzusammensetzung genau bestimmen.

Im oben genannten Beispiel aus der Kosmetikverarbeitung würden die Anwender eine direkte quantitative Analyse der Titanoxidkonzentration erhalten. Somit

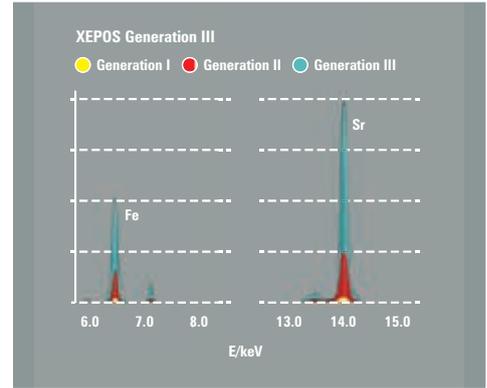
Element oder Oxid	Einheit	Analysierte Konz. ± Fehler	Zertifiziert/ empfohlen Konz. ± Fehler	Element oder Oxid	Einheit	Analysierte Konz. ± Fehler	Zertifiziert/ empfohlen Konz. ± Fehler
Na ₂ O	%	2,68 ± 0,04	2,58 ± 0,03	Zr	µg/g	232 ± 0,6	259 ± 7
MgO	%	0,752 ± 0,01	0,49 ± 0,02	Nb	µg/g	25 ± 0,4	26,2 ± 0,7
Al ₂ O ₃	%	13,56 ± 0,02	12,47 ± 0,06	Mo	µg/g	14,9 ± 0,6	13,3 ± 0,4
SiO ₂	%	74,30 ± 0,02	73,45 ± 0,17	Ag	µg/g	13,1 ± 0,2	15 ± 2
K ₂ O	%	5,31 ± 0,01	5,00 ± 0,03	Cd	µg/g	5 ± 0,2	5,1 ± 0,2
CaO	%	0,93 ± 0,002	0,84 ± 0,01	In	µg/g	2,4 ± 0,2	2,1 ± 0,2
Fe ₂ O ₃	%	2,65 ± 0,002	2,63 ± 0,02	Sn	µg/g	3,7 ± 0,4	2,4 ± 0,2
P ₂ O ₅	µg/g	897 ± 12	790 ± 20	Sb	µg/g	102 ± 0,8	107 ± 5
SO ₃	µg/g	2783 ± 12	2422 ± 202	Te	µg/g	2 ± 0,4	2,1 ± 0,4
Sc	µg/g	< 3	4,1 ± 0,02	Cs	µg/g	4,1 ± 0,6	1,82 ± 0,1
Ti	µg/g	1680 ± 4	1798 ± 18	Ba	µg/g	1012 ± 4	990 ± 12
V	µg/g	26 ± 1	25,2 ± 0,7	La	µg/g	46 ± 2	46,6 ± 1
Cr	µg/g	48,4 ± 0,6	49,6 ± 1,7	Ce	µg/g	95 ± 3	98,8 ± 1,7
Mn	µg/g	1211 ± 2	1038 ± 15	Pr	µg/g	6 ± 2	11 ± 0,2
Co	µg/g	10 ± 4	12,4 ± 0,4	Nd	µg/g	45 ± 2	39,4 ± 0,8
Ni	µg/g	50 ± 1	48,8 ± 1	Yb	µg/g	< 2	3,6 ± 0,1
Cu	µg/g	237 ± 2	236 ± 4	Hf	µg/g	6 ± 2	7,29 ± 0,23
Zn	µg/g	787 ± 2	760 ± 13	Ta	µg/g	< 5	1,8 ± 0,1
Ga	µg/g	18,5 ± 0,8	17,6 ± 0,4	W	µg/g	3 ± 1	3,5 ± 0,4
Ge	µg/g	0,7 ± 0,2	1,5 ± 0,2	Hg	µg/g	1,7 ± 0,4	1,44 ± 0,1
As	µg/g	89 ± 2	76 ± 5	Tl	µg/g	3,9 ± 0,6	2,8 ± 0,2
Se	µg/g	1,8 ± 0,2	2,7 ± 0,5	Pb	µg/g	807 ± 2	808 ± 14
Br	µg/g	1,2 ± 0,2		Bi	µg/g	1,6 ± 0,6	1,05 ± 0,1
Rb	µg/g	147 ± 0,6	149 ± 2	Th	µg/g	15,3 ± 0,6	14,2 ± 0,4
Sr	µg/g	142 ± 0,4	144 ± 3	U	µg/g	2,5 ± 0,4	2,53 ± 0,1
Y	µg/g	33,5 ± 0,4	32,7 ± 0,7				

*Tabelle 1:
Analyseergebnisse einschließlich des statistischen Zählfehlers (CSE) (95 % Vertrauensgrenze) für das metallreiche Sediment SdAR-M2, präpariert als Pulverpressling unter Einsatz einer für die Analyse geologischer Proben kalibrierten Applikation; kursiv dargestellte Werte sind nicht zertifiziert*

wüssten sie, was in der Probe in welchem Verhältnis enthalten ist. Die Proben müssten dann nicht zur Analyse an ein externes Labor übersendet werden, und die damit verbundenen Zusatzkosten und Verzögerungen ließen sich vermeiden.

2. Zusätzliche Analysemöglichkeiten

Die neueste Generation der ED-RFA-Geräte wurde zugleich mit einer breiten Palette neuer, nützlicher Auswertungsfunktionen ausgestattet, zu denen u. a. die Möglichkeit der simultanen Analyse mehrerer Elemente sowie der Abdeckung eines größeren Konzentrationsbereichs der Proben zählt. Beispielsweise kommt beim neuen SPECTRO XEPOS eine Kombination aus innovativem Detektor, leistungsfähigem Auslesesystem und neuem Röhrendesign zum Einsatz. Es bietet eine neue, einzigartige adaptive Anregung sowie die optimierte Kombination aus einer Röntgenröhre mit einer „Thick Target“ Anodenkonstruktion aus einer binären Palladium-Kobalt-Legie-



Drei Generationen des SPECTRO XEPOS: Die Messempfindlichkeit nimmt immer weiter zu

rung mit den Möglichkeiten einer direkten Anregung, einer Anregung über einen Bandpassfilter sowie eine polarisierter Anregung. Das Ergebnis: Eine bis zu 10-fach höhere Empfindlichkeit sowie eine 3-fach höhere Präzision im Vergleich zu den Vorgängermodellen. Beide Qualitätseigenschaften sind für die Multielementanalyse von Haupt-, Neben- und Spurenbestandteilen unabdingbar. Auf diese Weise erhält der Anwender eine schnelle und genaue Auswertung aller relevanten Elemente im Bereich von Natrium bis Uran.

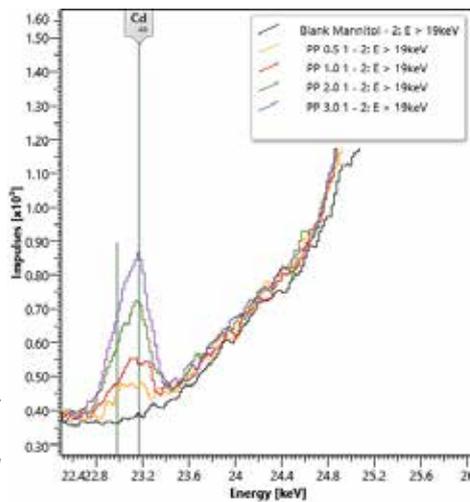
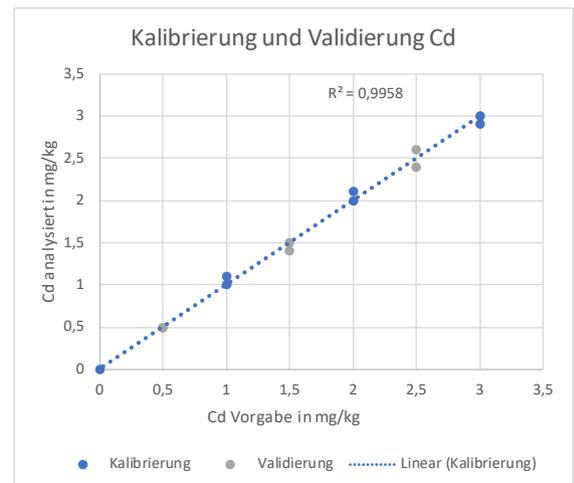


Abbildung: Analyse organischer Proben mit nominalen Konzentrationen von 0,5, 1,0, 2,0 und 3,0 mg/kg Cd ausgewerteten Spektren



Die Screening-Funktionen wurden deutlich verbessert. Mit der Erweiterung um das neueste, einzigartige TurboQuant-II-Analytikpaket können die Anwender auf Basis der ermittelten Screening-Ergebnisse mehr als 50 Elemente in einer Probe identifizieren. Durch diese Fähigkeit zur schnellen Analyse unbekannter Proben – ob Flüssigkeiten, Feststoffe oder Pulver – erhalten die Anwender zusätzlich zu den angestrebten Ergebnissen für die Elemente, die sie in der Probe ohnehin vermuten, auch Ergebnisse für Elemente, deren Vorhandensein sie nicht erwartet haben, oder für unerwünschte Elemente, die zusätzlich entdeckt werden können.

Ein weiterer entscheidender Erfolg ist das Erzielen einer höheren Empfindlichkeit. Mit jeder neuen Generation von ED-RFA-Analysegeräten versuchen die Hersteller deren

Empfindlichkeit zu verbessern. Hohe Empfindlichkeit führt in Verbindung mit hoher Instrumentenstabilität zu einer ebenso hohen Analysepräzision. Besonders wichtig ist dies bei der Analyse der Konzentration von Haupt- und Nebenelementen.

Die besten neuen Modelle bieten eine Kombination aus hoher Empfindlichkeit mit niedrigem spektralem Untergrund und erreichen dadurch außergewöhnlich niedrige Nachweisgrenzen (NWG) für diese Vielzahl von Elementen. Soll mehr als nur eine Übersichtsanalyse durchgeführt werden, können Anwender jetzt Elementzusammensetzungen aus Nebenbestandteilen und Spurenelementen in einer Konzentration quantifizieren, die in einem Bereich unterhalb weniger Teile pro Million (ppm) liegt. Das Gerät kann also für die Messung angestrebter Spurenelemente in vergleichbaren Proben kalibriert werden.

Um eine solche Präzision und derart niedrige Nachweisgrenzen mit einem RFA-Gerät erreichen zu können, wäre bislang der Einsatz eines WD-RFA-Analysegerätes erforderlich gewesen, dessen Anschaffungspreis den eines modernen ED-RFA-Modells oft um mehr als das Doppelte übersteigt.



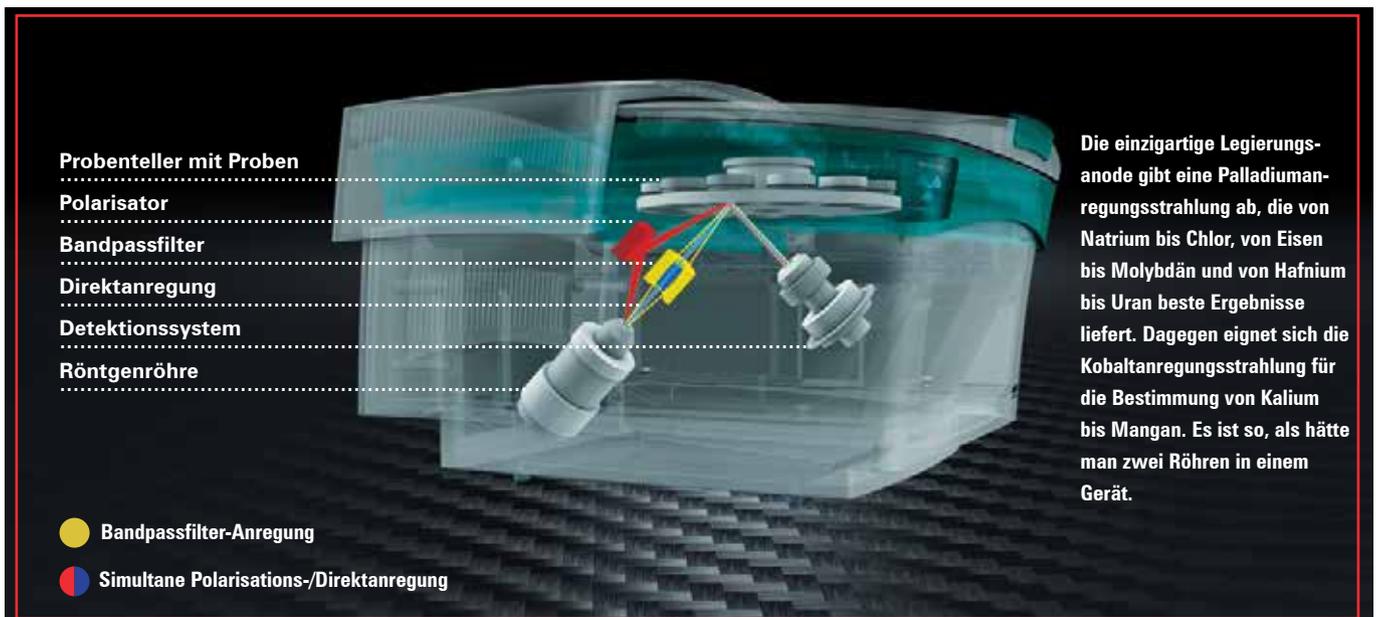
*Abbildung:
Bei vielen Aufgaben ist die Anzahl der Proben, die innerhalb der gleichen Messzeit analysiert werden können, im Vergleich zu ED-RFA-Vorgängermodellen deutlich höher.*

3. Größtmöglicher Probendurchsatz

Die Anwendungsfälle und Arbeitsabläufe zahlreicher Nutzer erfordern von einem Analysegerät, dass es sowohl auf einen hohen Probendurchsatz als auch auf kurze Messzeiten ausgelegt ist. Im Universum der RFA-Spektrometer war diese Kombination bis vor kurzem die ausschließliche Domäne der WD-RFA-Geräte. Weiterentwicklungen wie das neue hochempfindliche Detektionssystem des SPECTRO XEPOS mit seiner deutlich erhöhten Zählrate tragen dazu bei, dass dieses Leistungsniveau nun auch mit einem ED-RFA-Gerät möglich ist. Tatsächlich lassen sich die Analysezeiten durch den Einsatz dieser Technologien drastisch senken.

Bei vielen einfachen Aufgaben nimmt die Messung nur noch wenige Sekunden in Anspruch. Bezogen auf das bereits erwähnte Beispiel aus dem Kosmetikbereich wären für die Analyse einer Probe auf das

Vorhandensein verschiedener Elemente früher etwa drei Minuten benötigt worden. Die besten neuen Geräte erledigen die gleiche Analyse mittlerweile innerhalb von nur 30 Sekunden. Sogar ein umfassendes Screening, das mit ED-RFA-Vorgängermodellen etwa 20 Minuten dauerte, ist jetzt innerhalb von zwei Minuten möglich. Und wenn die Produktivität nicht die höchste Priorität hat, kann der Anwender die Messzeit erhöhen, um auf diese Weise die Präzision zu verbessern. Eine Verlängerung der Messzeit auf 10 Minuten würde beispielsweise in vielen Fällen eine echte quantitative Bestimmung von Spurenelementen bis hinab in den Sub-ppm-Bereich ermöglichen. Größere Unternehmen könnten sich diese Flexibilität zunutze machen, um mit einigen Messgeräten einen möglichst großen Probendurchsatz sicherzustellen, während andere Geräte ausschließlich zur Erzielung höchster Präzision oder niedrigster Nachweisgrenzen eingesetzt würden. Im Gegensatz dazu könnten sich kleinere Labore



dafür entscheiden, an Tagen mit besonders hohem Arbeitsaufwand vor allem Übersichtsanalysen durchzuführen und dieselben Proben dann erneut zu messen, um in Pausenzeiten oder nachts eine Spurenelement-Analyse zu starten.

4. Niedrigere Betriebskosten

Die Kosten für Anschaffung und Langzeitbetrieb/Instandhaltung eines modernen ED-RFA-Analysegerätes, wie beispielsweise eines neuen SPECTRO XEPOS Modells, liegen immer noch deutlich unter dem finanziellen Aufwand für ein WD-RFA-Spektrometer. Doch mit der Zunahme an analytischem Leistungsvermögen in dieser Geräteklasse in den vergangenen Jahren sind damit in vielen Anwendungsbereichen vergleichbare Leistungen erzielbar. Ebenso ist der Energiebedarf (nur 200 W) geringer als bei den meisten WD-RFA-Analysegeräten. Die Bauteile sind extrem langlebig. Bei einem späteren Ersatz der

Komponenten fallen dann auch meist deutlich geringere Kosten an: Eine neue Röhre für das SPECTRO XEPOS ist beispielsweise zu einem Drittel des Preises einer WD-RFA-Hochleistungsröhre erhältlich. Zusätzliches Einsparpotenzial ergibt sich schließlich auch durch die Flexibilität im Einsatz von Verbrauchsmaterial. Anstelle einer konstanten Spülung mit Litern teuren Gases, ist eine (sparsame) Heliumspülung nur für die Analyse von leichten Elementen in Flüssigkeiten und Pulvern erforderlich, während zur Untersuchung von Feststoffproben ein Vakuumssystem verwendet wird.

Um möglichst hohe Einsparungen zu erzielen, sollten Anwender ihren Bedarf genau auf ihre jeweiligen Anforderungen anpassen. Jeder Kauf eines neuen Gerätes sollte sorgfältig am tatsächlichen Leistungsbedarf ausgerichtet werden.

Anspruchsvolle Anwendungen oder hochkomplexe Spezifikationen können den ge-



samten Leistungsumfang des Spitzenmodells SPECTRO XEPOS erfordern. Labore mit leichter zu erfüllenden Anforderungen könnten jedoch von einer Lösung wie dem tragbaren und zugleich leistungsstarken SPECTROSCOUT Analysegerät oder auch dem verbesserten SPECTRO xSORT Handspektrometer profitieren. Aufgrund der technologischen Verbesserungen der bereits erwähnten Geräte der ED-RFA-Klasse kann ein erschwingliches, modernes Handspektrometer wie das zuletzt genannte durchaus die Leistung vieler älterer RFA-Tischmodelle erreichen oder diese sogar noch übertreffen.

5. Garantiert einfache Handhabung

Laborleiter aus aller Welt berichten darüber, dass ihre Techniker routinemäßig mit bis zu fünf verschiedenen Geräten arbeiten müssen. Mit jedem Gerät ist ein eigener Lernprozess verbunden. Um die Bedienung der einzelnen Geräte sicher zu beherrschen, müssen sich die Techniker mit vielfachen Aspekten der Aufstellung, des Betriebs und der Wartung vertraut machen.

Die führenden Hersteller unternehmen ständig neue Anstrengungen, um die Eingriffe durch den Bediener in den jeweils nachfolgenden ED-RFA-Modellen immer weiter zu vereinfachen. Die neue Genera-

tion bietet somit den bislang höchsten Bedienkomfort.

Beim SPECTRO XEPOS sind beispielsweise individuelle, anwendungsspezifische Konfigurationen möglich, und es kann aus einer Vielzahl optionaler, vorkalibrierter Pakete, die bereits für die gängigsten Anwendungsszenarien vorkalibriert sind, ausgewählt werden. Arbeitsabläufe und Probenhandling gestalten sich damit äußerst flexibel und bequem. Zu den Weiterentwicklungen zählt beispielsweise eine neu gestaltete, vielseitige Probenkammer, in der auch größere oder unregelmäßig geformte Proben sowie ein optionaler Probenteller mit 25 Positionen zur Automatisierung des Messablaufs Platz finden. Darüber hinaus wurde die Schnittstelle der Betriebssoftware vollständig neu gestaltet und optimiert, um mit einem erweiterten Funktionsumfang, der nun auch Eingaben und Prüfmöglichkeiten durch externe Anwender vorsieht, ein leistungsstarkes, intuitiv bedienbares und besonders einfach zu erlernendes Werkzeug bereitzustellen.

Fazit

Auf dem Gebiet der ED-RFA-Technologie wurden in den letzten Jahren enorme Fortschritte erzielt. Analysegeräte unterscheiden sich heute mehr denn je durch ihre spezifischen Eigenschaften und Merkmale.

Laborleiter sollten beim Vergleich ihrer bereits vorhandenen Messgeräte vor allem auf die erweiterte Funktionsvielfalt achten, denn die Topmodelle der neuen ED-RFA-Analysegeräte bieten können, wie zum Beispiel die Möglichkeit zur Durchführung quantitativer Untersuchungen, zusätzliche Analysefunktionen, erhöhter Probendurchsatz, niedrigere Betriebskosten und verbesserter Bedienkomfort.

Für Unternehmen, die vor dem Kauf eines Analysegerätes stehen, könnten diese Vorteile dazu führen, dass ein „Upgrade“ auf ein modernes ED-RFA-Gerät geradezu unvermeidlich wird.



KONTAKT AUFNEHMEN



ANGEBOT ANFORDERN



DEMO ANFORDERN



RESSOURCEN

www.spectro.com

DEUTSCHLAND

SPECTRO Analytical Instruments GmbH
Boschstrasse 10
D-47533 Kleve
Tel: +49.2821.892.0
Fax: +49.2821.892.2202
spectro.sales@ametek.com

U.S.A.

SPECTRO Analytical Instruments Inc.
91 McKee Drive
Mahwah, NJ 07430
Tel: +1.800.548.5809
+1.201.642.3000
Fax: +1.201.642.3091
spectro-usa.sales@ametek.com

CHINA

AMETEK Commercial
Enterprise (Shanghai) CO., LTD.
Part A1, A4 2nd Floor Building No.1,
No.526 Fute 3rd Road East, Pilot Free Trade Zone
200131 Shanghai
Tel.: +86.400.100.3885, +86.400.189.7733
Fax: +86.21.586.609.69
spectro-china.sales@ametek.com

Niederlassungen: ► **FRANKREICH:** Tel +33.1.3068.8970, Fax +33.1.3068.8999, spectro-france.sales@ametek.com, ► **GROSSBRITANNIEN** Tel +44.1162.462.950, Fax +44.1162.740.160, spectro-uk.sales@ametek.com, ► **INDIEN:** Tel +91.22.6196 8200, Fax +91.22.2836 3613, sales.spectroindia@ametek.com, ► **ITALIEN:** Tel +39.02.94693.1, Fax +39.02.94693.650, spectro-italy.sales@ametek.com, ► **JAPAN:** Tel +81.3.6809.2405, Fax +81.3.6809.2410, spectro-japan.info@ametek.co.jp, ► **SÜDAFRIKA:** Tel +27.11.979.4241, Fax +27.11.979.3564, spectro-za.sales@ametek.com,

► SPECTRO ist in mehr als 50 Ländern aktiv. Für Ihren lokalen SPECTRO Ansprechpartner besuchen Sie bitte www.spectro.de/weltweit

© 2019 AMETEK Inc., Technische Änderungen vorbehalten • J-17, Rev. 0 • Photos: SPECTRO, Adobe Stock, Getty Images, iStockphoto • Registered trademarks of SPECTRO Analytical Instruments GmbH • **SPECTRO**: USA (3,645,267); EU (005673694); „SPECTRO“: EU (009693763); „SPECTRO XEPOS“: Deutschland (39851192), USA (2,415,185); xSORT: EU (7058456), USA (3,767,555); „SPECTROSCOUT“: EU (10705424);