

Röntgenfluoreszenz vereinfacht die Badanalyse

Die Qualität metallischer Beschichtungen hängt signifikant von der Zusammensetzung des galvanischen Bads ab. Meist kommen zur Badüberwachung chemische Elektrolyt-Analyseverfahren zum Einsatz, die jedoch zeit- und kostenintensiv sind. Eine einfache Alternative stellt die Röntgenfluoreszenzanalyse dar.

Um galvanische Überzüge mit einer definierten Abscheidungsrate und homogener Beschaffenheit aufzubringen, müssen Galvanikbetriebe die Zusammensetzung ihrer Beschichtungsbäder sehr eng überwachen. Dies gilt nicht nur bei dekorativen metallischen Beschichtungen wie den in der Schmuckindustrie häufig verwendeten AuCuCd-, AuCuIn- oder RhRu-Schichten. Es ist jederzeit sicherzustellen, dass die Beschichtung gleichmäßig über die gesamte Oberfläche verteilt aufgetragen wird. Nur so lassen sich die erforderliche Funktionalität und eine einheitliche Farbgebung erreichen.

Für die Badanalyse stehen verschiedene chemische Verfahren zur Auswahl: beispielsweise ICP-OES, AAS oder Titration. Nachteil dieser Methoden ist jedoch, dass sie sowohl zeit- und kostenintensiv als auch komplex in der Durchführung sind. Eine einfache, schnelle und kostengünstige Alternative, die ebenso präzise Ergebnisse liefert, stellt die Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) dar. Mit nur wenigen Handgriffen ist die Messung vorbereitet und benötigt außer einer Kunststoffolie keine weiteren Verbrauchsmaterialien. Weder Analysegas wie Argon noch aufbereitetes, reines Wasser sind erforderlich.

Der Messtechnik-Spezialist Fischer bietet ein breites Spektrum verschiedener Messgeräte für die RFA an. Die hochpräzisen Röntgenfluoreszenz-Messsysteme sind prädestiniert für die Analyse des Metallgehalts von galvanischen Bädern und lassen sich zur Lösungsanalyse nahezu aller in der Industrie gängigen Elektrolyte einsetzen. Das hierfür notwendige Zubehör ist in

einem Lösungsanalyse-Kit enthalten, wodurch das entsprechende RFA-Messgerät nicht extra aufgerüstet werden muss. Die Vorbereitungen und Messungen sind ohne großes Vorwissen problemlos realisierbar.

Präzise Messergebnisse in kürzester Zeit

Im ersten Schritt wird eine Zelle mit der zu analysierenden Lösung befüllt. Danach wird diese mit einer dünnen, aber robusten Mylar-Folie bedeckt und mit einem schwarzen Kunststoffring dicht verschlos-

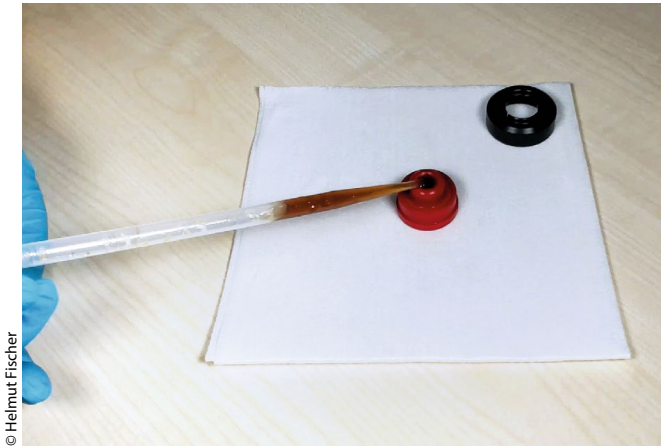
sen. Auf diese Weise präparierte Zellen können auch mit RFA-Geräten gemessen werden, deren Messrichtung von unten nach oben geht.

Anschließend wird die Lösungsanalyse-Zelle auf dem Tisch des RFA-Geräts positioniert und anhand der ebenfalls von Fischer entwickelten Software fokussiert. Das passende Lösungsanalyse-Messprogramm ist in der Software hinterlegt und lässt sich über die entsprechende Schaltfläche oder durch eine vorher eingerichtete Kurzwahltaste auswählen. Die Messbedingungen wie Messzeit und Anzahl der Mes-



© Helmut Fischer

Ein kontinuierlich homogener Beschichtungsprozess lässt sich nur durch die regelmäßige Analyse der galvanischen Bäder sicherstellen.



© Helmut Fischer



Mit wenigen Handgriffen ist die Lösungsanalyse-Zelle für die Messung vorbereitet.



© Helmut Fischer

Die präparierten Lösungsanalyse-Zellen werden auf dem RFA-Gerät platziert und in Sekundenschnelle gemessen.

sungen sind flexibel einstellbar und direkt im Messprogramm gespeichert.

Mit nur einem Tastendruck wird die Messung gestartet und liefert innerhalb weniger Augenblicke präzise Ergebnisse. Dadurch lassen sich eventuelle Änderungen in der Badzusammensetzung schneller realisieren. Neben der SPC-Darstellung stehen viele weitere Möglichkeiten zur Visualisierung der Messresultate zur Verfügung. Die Lösungsanalyse-Zellen sind gegenüber Chemikalien resistent und lassen sich somit mehrmals wiederverwenden, was die laufenden Kosten zusätzlich minimiert.

Metallgehalt ab 0,1 g/l bestimmen

Die Präzision, mit der ein RFA-Gerät messen kann, hängt unter anderem vom Detektor ab. Aufgabe des Detektors ist es, die Fluoreszenzstrahlung aufzufangen und in

ein Spektrum umzuwandeln. Es stehen drei Detektor-Typen zur Auswahl: das Proportionalzählrohr, die Silizium-PIN-Diode und der Silizium-Drift-Detektor (SDD). Messgeräte, die mit einem Proportionalzählrohr ausgestattet sind, können für Lösungen mit Metallgehalten ab 1 g/l eingesetzt werden. Geräte mit einem Silizium-PIN- oder Silizium-Drift-Detektor sind deutlich empfindlicher und kommen aufgrund der besseren Energie-Auflösung schon bei Konzentrationen ab 0,1 g/l zum Einsatz.

Eine initiale Kalibrierung des Röntgenfluoreszenz-Messgeräts ist nicht zwingend erforderlich. Für eine Anlagenkontrolle reicht oftmals eine standardfreie Messung aus. Bei Bedarf kann jederzeit mit einer bekannten Lösung kalibriert werden. Wichtig für die Praxis ist, dass die Kalibrierung immer mit dem zu messenden Galvanikbad erfolgt.

Drei verschiedene Messzellen

Die Matrix eines Galvanikbades wird jedoch nicht nur über die Metallionen definiert. Oft sind auch organische Bestandteile oder andere leichte Elemente wie Chlor, Sulfate oder Copernicium enthalten. Diese liefern kein sichtbares Fluoreszenzsignal, haben aber eine absorbierende Wirkung auf die zu analysierenden Elemente. Aus diesem Grund umfasst das Lösungsanalyse-Kit drei verschiedene Messzellen, die im Material des Zellbodens variieren: Molybdän, Nickel oder Zirkonium. Der Zellenboden erzeugt ein Fluoreszenzsignal, über das auf solche Matrixeffekte entsprechend reagiert wird. Die Nutzung der richtigen Messzelle stellt sicher, dass das Fluoreszenzsignal des Zellenbodens die Fluoreszenzlinien der zu analysierenden Elemente nicht überlagert und stört.

Ausgerüstet mit der entsprechenden Lösungsanalyse-Zelle führen die hochpräzisen Röntgenfluoreszenz-Messsysteme so zu einer erheblichen Zeitersparnis im Vergleich zu anderen Analysemethoden und lassen sich direkt im Produktionsprozess anwenden, ohne dass speziell qualifiziertes Personal benötigt wird. //

Kontakt

Helmut Fischer GmbH
Institut für Elektronik und Messtechnik
 Sindelfingen
 mail@helmut-fischer.com
 www.helmut-fischer.com