

Messverfahren zur Bestimmung von Metallen bzw. Metallionen in Kühlschmierstoffen

Belastungen durch Metalle in der Luft am Arbeitsplatz können u. a. durch Anreicherung der entsprechenden Metalle im Kühlschmierstoff (KSS) hervorgerufen werden. Diese Anreicherung kann durch Kontakt mit allergisierenden Metallionen im KSS zu Hauterkrankungen führen. Die Praxis hat gezeigt, dass große Anteile an Metallen in elementarer Form vorliegen können (z. B. Blei aus Legierungen).

1 Messprinzip

Mit der Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA) [1 bis 3] steht eine Methode zur Verfügung, die bei kurzen Probenvorbereitungszeiten umfassende Informationen über die Schwermetallkontaminierung des KSS erlaubt. Die Nachweisempfindlichkeit der TRFA ist gegenüber der konventionellen Röntgenfluoreszenzanalyse um Größenordnungen besser. Es ist ferner möglich, bei der TRFA interne Standards einzusetzen. Gegenüber der Atomabsorptionsspektrometrie bietet die TRFA den Vorteil der simultanen (qualitativen und quantitativen) Bestimmung der Metalle oberhalb Ordnungszahl 19.

2 Geräte

- Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzspektrometer mit zwei Strahlgeometrien
- Röntgenröhre mit Mo-Anregung
- Röntgenröhre mit W-Anregung
- Quarzglasprobenträger
- Reagenzgläser
- Reagenzglasschüttler
- Petrischalen
- Präzisions-Mikroliterpipetten
- Trocknungsapparatur

3 Chemikalien

- Standardlösungen zur Herstellung der internen Standards von Scandium, Gallium und Rubidium auf organischer und anorganischer (Säure) Basis
- Silikon-Lösung zur Silikonisierung der gereinigten Quarzplatten
- Polyvinylalkohol und Polymerlösung

4 Probenvorbereitung und Messung

Der Kühlschmierstoff wird in einem Reagenzglas mit den Standardlösungen versetzt und homogenisiert. Definierte Volumina dieser Mischung werden auf silikonisierte Quarzglasprobenträger pipettiert und getrocknet. Danach kann die Messung im Spektrometer sofort durchgeführt werden. Grundsätzlich muss die Probenvorbereitung den unterschiedlichen KSS (klare Lösungen, Emulsionen, Suspensionen) angepasst werden.

Probenvorbereitungen für die verschiedenen Ausgangsmaterialien sind in [1] ausführlich beschrieben. Dort werden auch Hinweise zur Auswertung der Spektren gegeben.

Eine Bestimmung der Metallgehalte ist daneben mit atomabsorptionsspektrometrischen Methoden [3] möglich, diese erfordert jedoch einen erheblich größeren Zeitaufwand.

5 Bestimmungsgrenzen

Tabelle 1: Bestimmungsgrenzen für Metalle

Kalium	Calcium	Eisen	Chrom	Zink	Kupfer	Nickel	Cobalt	Wolfram
30 mg/kg	30 mg/kg	4 mg/kg	4 mg/kg	7 mg/kg	4 mg/kg	3 mg/kg	3 mg/kg	4 mg/kg

6 Literatur

- [1] Hahn, J. U.; Jaschke, M.: Bestimmung von Metallen in Kühlschmierstoffen mittels Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse (TRFA). Staub – Reinhalt. Luft 53 (1993) Nr. 3, S. 109-113
- [2] Klockenkämper, R.: Totalreflexions-Röntgenfluoreszenz-Prinzip und Anwendungen. GIT Fachz. Lab. (1989) S. 441-447
- [3] Lehmann, E.; Fröhlich, N.: Kühlschmierstoffe – Zusätzliche Belastungen durch Metallionen? Amtl. Mitteil. Bundesanst. Arbeitsschutz (1993) Nr. 1, S. 5-7