

4. Berührungslose Konzentrationsmessung durch Flüssigszintillationsmesstechnik

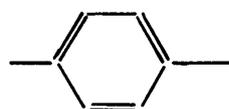
Dieser Abschnitt befaßt sich mit den Grundlagen der im experimentellen Teil dieser Arbeit verwendeten Analytik zur berührungslosen Konzentrationsmessung von Übergangskomponenten an freischwebenden Einzeltropfen. Verschiedene vorangegangene Arbeiten (1-4), die sich ebenfalls mit Stoff transportmessungen an freischwebenden Einzeltropfen befassten, demonstrieren, daß die Flüssigszintillationsmeßtechnik ein ausgezeichnetes Instrumentarium zur Messung instationärer Stoffübertragungsprozesse liefert. Die Verfolgung der Konzentration der Übergangskomponenten ist allerdings auf die organische Phase beschränkt. Flüssigszintillationsmeßtechnische Untersuchungen in überwiegend wässrigen Lösungen sind bislang nicht möglich. In Gelen bzw. Mikroemulsionen lassen sich jedoch Wassergehalte bis zu 10-20 % flüssigszintillationsmeßtechnisch beherrschen.

Die Flüssigszintillationsmeßtechnik ist eine spezielle radio-nuklidtechnische Meßmethode zum Nachweis niederenergetischer Strahlung. Ihr Hauptanwendungsgebiet erstreckt sich auf β -Strahlung sowie die in Sekundärprozessen erzeugten Compton-Elektronen. Diese Partikel besitzen im allgemeinen Reichweiten im μ -Bereich, so daß sie mit herkömmlichen Strahlungsmeßgeräten nicht erfaßt werden können, da die Partikel zu ihrer Erfassung in den Detektor gelangen müssen.

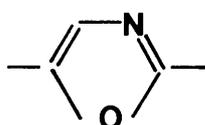
Die Flüssigszintillationstechnik nutzt jedoch die organische Lösung des Radiotracers selbst als Detektor. Die Zerfallsenergie typischer Tracer wie Tritium, Kohlenstoff-14, Phosphor-32 und Schwefel-35 wird von Lösungsmittelmolekülen aufgenommen und auf eine fluoreszenzfähige aromatische Verbindung, den sog. Scintillator, übertragen. Der Scintillator fällt dann mit Halbwertszeiten im Nanosekundenbereich aus seinem Anregungszustand in den Grundzustand zurück und emittiert die Anregungsenergie in Form von Lichtblitzen, die mittels geeigneter Fotomultiplier elektronisch erfaßt und verstärkt werden können.

4.1. Szintillatoren und Lösungsmittel

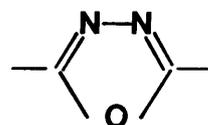
Eine große Zahl organischer Verbindungen wurde hinsichtlich ihrer Eignung als Flüssigszintillator untersucht (5). Bei den geeigneten Substanzen handelt es sich im allgemeinen um Aromaten, insbesondere um Heteroaromaten. Ferner erwies sich, daß linear angeordnete Strukturen, wie in p-Terphenyl vorhanden, bessere Szintillationsausbeuten liefern als kondensierte Aromaten wie Naphthalin oder Anthracen. Mit zunehmender Zahl linear angeordneter Phenylgruppen steigt die Fluoreszenzeffizienz stark an, jedoch geht die Löslichkeit in organischen Lösungsmitteln stark zurück, was die praktische Anwendbarkeit dieser Verbindungen stark einschränkt. Ein Ausweg wurde in der Verwendung von Oxazolen bzw. Oxadiazolen gefunden, die als Bindeglied zwischen die Phenylgruppen geschaltet, die Wasserlöslichkeit des linearen p-Terphenyl analogen Systems stark erhöhen. Die für Flüssigszintillationsmessungen erforderliche Löslichkeit liegt im Bereich von 1-5 g/l.



-phenyl



- oxazol



- 1,3,4 -oxadiazol

Auf dieser Basis wurde eine Unzahl prinzipiell für die Flüssigszintillationsmeßtechnik geeigneter organischer Verbindungen synthetisiert, von denen sich jedoch nur wenige in der Praxis durch-

setzen konnten (6):

Szintillator		Wellenlänge (nm)
p-Terphenyl	(TP)	360
2,5-Diphenyloxazol	(PPO)	394
2-Phenyl-5-(5-biphenylyl)-1,3,4-oxadiazol	(PBD)	388
2,2'-p-Bisphenyl-(5-phenyloxazol)	(POPOP)	444

Neben den Kurznamen der betreffenden Szintillatoren sind die Wellenlängen der Emissionsmaxima mit in der Übersicht aufgeführt. Diese sind im Hinblick auf die meßtechnische Erfassung der emittierten Photonen mit geeigneten Photomultiplerröhren von Bedeutung. Die Empfindlichkeitsmaxima marktüblicher Photomultiplier liegen im Bereich 400-450 nm. Zur Sicherstellung einer optimalen Zählausbeute sollten das Emissionsmaximum des Szintillators und das Absorptionsmaximum des Photomultipliers möglichst vollständig überlappen.

Aus diesem Grunde wird häufig ein sog. sekundärer Szintillator zugesetzt, der die kurzwelligen Photonen des primären Szintillators absorbiert und im langwelligeren Energiebereich wieder emittiert. Hierdurch wird das Emissionsmaximum des primären Szintillators aus dem langwelligen UV-Bereich in den sichtbaren Bereich verschoben und kann durch Auswahl des bestgeeigneten Szintillators optimal an die spektrale Empfindlichkeit der verwendeten Photokathode angeglichen werden.

Als Lösungsmittel für Szintillatoren kommen prinzipiell Aromaten in Frage. Am häufigsten werden Toluol und Xylol verwendet. Jedoch sind unter Verminderung der Fluoreszenzausbeute auch Anisol, Fluorbenzol, Dioxan, Benzin, Kerosin und Mineralöl zu verwenden.

Eine umfangreiche Übersicht, die sich mit der Theorie und Praxis der Flüssigszintillation auseinandersetzt, wird von Birks gegeben (7).