

# **27. Spektrometertagung 2017**

Wednesday 27 September 2017 - Wednesday 27 September 2017

Schloss Schönbrunn (Apothekertrakt)

## **Book of Abstracts**



# Contents

C,S-Bestimmung in Roheisen - Methodenvergleich und deren Leistungsfähigkeit . . . . .	1
Design und Verwendung einer IRRAS Bewitterungszelle für atmosphärische Korrosionsstudien . . . . .	1
Bestimmung von Chrom im Alterungsprozess von LD-Schlacke mittels Synchrotron Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) . . . . .	1
Neueste Entwicklungen von Röntgenfluoreszenz Applikationen mit Schmelzaufschluss als Probenvorbereitung . . . . .	2
Defect Detection in High Quality Polymers used in the Semiconductor Industry . . . . .	2
Ortsaufgelöste Elementanalyse von metallischen und isolierenden Schichten durch Kombination von Laser-Ablation und elektrischer Funkenspektroskopie . . . . .	3
Analyse von Aluminium- und Magnesiumoxiden auf schmelztauchveredelten Stahlfeinblechen mittels RFA . . . . .	4
LIBS – Potential und Grenzen . . . . .	4
Elemental mapping of PM steels using LA-ICP-MS: laterally resolved analysis of metallic and non-metallic elements . . . . .	5
Möglichkeiten zur Bestimmung der Messunsicherheit in der Funkenspektrometrie nach DAKKS Vorgaben (GUM, EURACHEM) . . . . .	5
Radioaktivitätsmessung im Stahlwerkslabor . . . . .	5
Umsetzung der 2013/59/EURATOM: Modularer Labormessplatz zur Messungen der radioaktiven Kontamination chargenbezogener Metall-, Staub-, Schlacke- oder Zuschlagstoffproben . . . . .	6
LIBS in der industriellen Inline-Prozesskontrolle . . . . .	6
Automation der Röntgenfluoreszenzanalyse – vom Schmelzaufschluss bis zur Auswertung	6
Rückstandsfreier Säureaufschluss von Ferro-Legierungen . . . . .	7



Prozesskontrolle / 0

## C,S-Bestimmung in Roheisen - Methodenvergleich und deren Leistungsfähigkeit

Dr. KLEPPE, Frank<sup>1</sup> ; Dr. LINDNER, Dietmar<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Salzgitter Flachstahl GmbH*

**Corresponding Author(s):** lindner.d@salzgitter-ag.de

Für die Prozesssteuerung des Hochofens, der Roheisenentschwefelung und des Konverterprozesses im Stahlwerk ist eine präzise Bestimmung der Kohlenstoff- und Schwefelgehalte in Roheisen unabdingbar. In der Präsentation werden drei verschiedene Bestimmungsmethoden für die Analysen der Kohlenstoff- und Schwefelgehalte vorgestellt. Verglichen werden die Funkenspektrometrie, die Röntgenfluoreszenzspektrometrie und die Verbrennungsanalyse. Besonderen Fokus wird dabei auf die Tatsache gelegt, dass es abhängig von Kohlenstoffgehalt und Abkühlung bei der Probenahme zu unterschiedlichen Erstarrungsverhalten der Proben kommt, was die nachfolgende Analytik beeinflussen kann. Während es bei der Verbrennungsmethode durch die Nutzung von kleinen Angüssen an den Proben (Pins) zu keinen Problemen bei Kohlenstoffgehalten > 4,5 % kommt, zeigen Rundproben bei diesen Kohlenstoffgehalten abhängig vom Erstarrungsbild Seigerungen, welche zu Problemen bei der Kohlenstoffbestimmung mit spektrometrischen Methoden führen können. Dabei zeigen in massiven Kupferblöcken abgekühlte Proben eine bessere Weißerstarung als Proben aus Tauchkokillen.

Umwelt& Arbeitsplatzanalytik / 1

## Design und Verwendung einer IRRAS Bewitterungszelle für atmosphärische Korrosionsstudien

**Author(s):** Mr. HÖLZL, Georg<sup>1</sup>

**Co-author(s):** Dr. LUCKENEDER, Gerald<sup>2</sup> ; Prof. KLEBER, Christoph<sup>3</sup> ; Prof. HASSEL, Achim Walter<sup>4</sup> ; Dr. DUCHACZEK, Hubert<sup>2</sup>

<sup>1</sup> *voestalpine Linz Stahl GmbH; Kompetenzzentrum für elektrochemische Oberflächentechnologie (CEST); Institut für Chemische Technologie Anorganischer Stoffe (ICTAS), JKU Linz*

<sup>2</sup> *voestalpine Linz Stahl GmbH*

<sup>3</sup> *Kompetenzzentrum für elektrochemische Oberflächentechnologie (CEST)*

<sup>4</sup> *Institut für Chemische Technologie Anorganischer Stoffe (ICTAS), JKU Linz; Kompetenzzentrum für elektrochemische Oberflächentechnologie (CEST)*

**Corresponding Author(s):** georg.hoelzl@cest.at

Jahr für Jahr verursacht Korrosion enorme wirtschaftliche Schäden. Für Stahl- und Automobilindustrie ist es daher nötig zuverlässige Prüfverfahren für neue, sowie bestehende Beschichtungen zu entwickeln. Zur Beurteilung der Korrosionsstabilität werden üblicherweise Schnelltests wie Salzsprühtests oder elektrochemische Prüfverfahren bevorzugt und verwendet. Mit diesen Prüfverfahren ist es meist nicht möglich Informationen *in situ* über Korrosionsvorgänge zu sammeln. Für mechanistische Studien sind diese Verfahren daher nur bedingt geeignet.

Im Rahmen dieser Untersuchungen wurde eine InfraRotReflexionsAbsorptionsSpektroskopie (IRRAS) Messzelle mit integrierter Quarzkristallmikrowaage (QCM) entworfen und gefertigt. Spektroskopische Bewitterungszellen bieten die Möglichkeit, Korrosionsvorgänge unter sehr realistischen Bedingungen ablaufen zu lassen. IRRAS ist ein sehr sensitives und zugleich selektives Messverfahren. Es können bereits sub-Monolagen an Korrosionsprodukten auf Metallen untersucht werden. Aufgrund der sogenannten Oberflächenauswahlregel für Metalle werden bevorzugt Moleküle an der Metalloberfläche detektiert. Die Implementierung dieser Messmethode in eine Bewitterungszelle bietet die Möglichkeit den Beginn von Korrosionsprozessen *in situ* und bei niedrigen Schadstoffkonzentrationen zu untersuchen.

Ziel dieser Arbeit war es, den Einfluss von Luftfeuchtigkeit und verschiedenen Schadgasen, wie z.B. SO<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> und deren Wechselwirkungen mit Zinkbeschichtungen der voestalpine Linz zu untersuchen.

**Umwelt& Arbeitsplatzanalytik / 3****Bestimmung von Chrom im Alterungsprozess von LD-Schlacke mittels Synchrotron Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS)****Author(s):** Mr. WEISS, Fabian<sup>1</sup>**Co-author(s):** Mr. MAUHART, Mario <sup>2</sup> ; Dr. DUCHACZEK, Hubert <sup>2</sup> ; Prof. HOFKO, Bernhard <sup>3</sup> ; Dr. HUTHWELKER, Thomas <sup>4</sup> ; Prof. GROTHE, Hinrich <sup>1</sup><sup>1</sup> *TU Wien IMC*<sup>2</sup> *voestalpine Stahl GmbH*<sup>3</sup> *TU Wien ISTU*<sup>4</sup> *Paul-Scherrer Institut***Corresponding Author(s):** fabian.weiss@tuwien.ac.at

Straßenbau ist ein Kernbestandteil jeder gut funktionierender Infrastruktur. Da in unserer modernen Welt ein immer größerer Fokus auf die nachhaltige Nutzung von Rohstoffen gelegt wird, muss auch die Straße immer umweltfreundlicher werden. LD-Schlacke ist ein vielversprechender Kandidat um natürliches Gestein im Straßenbau zu ersetzen. Durch die Verwendung eines bereits vorhandenen Nebenproduktes der Stahlerzeugung, kann der Druck den der Straßenbau auf unsere Umwelt ausübt, verringert werden. Damit dadurch keine Umweltprobleme entstehen, muss der Einfluss der Schlacke auf die Umwelt möglichst gering gehalten werden. Speziell Chrom, ist hierbei von großem Interesse (siehe Recycling Verordnung). Wir haben ein Schlackenalterungsexperiment (Feldalterung als auch Laboralterung von LD-Schlacke) durchgeführt und untersuchten die Proben mit verschiedensten analytischen Methoden, allen voran Synchrotron XPS, um festzustellen, wie und ob sich Chrom, von der Konzentration als auch vom Oxidationszustand, ändert.

**RFA / Radioaktivitätsmessung / 4****Neueste Entwicklungen von Röntgenfluoreszenz Applikationen mit Schmelzaufschluss als Probenvorbereitung****Dr. SCHRAMM, Rainer**<sup>1</sup><sup>1</sup> *FLUXANA GmbH & Co.KG***Corresponding Author(s):** rschramm@fluxana.de

Der routinemäßige Einsatz von Schmelzaufschlüssen in Verbindung mit der Röntgenfluoreszenzanalyse in modernen Laboratorien ist hinreichend bekannt.

Jüngste Weiterentwicklungen der Schmelzaufschlusstechnik haben dazu geführt, dass die traditionellen Anwendungen, um einige neue Applikationen erweitert werden konnten.

Der Vortrag beschreibt z.B. die Möglichkeiten, wie die Bestimmung von flüchtigen Elementen, wie beispielsweise die der Halogene oder die des Schwefels, durch neue Geräteentwicklungen mit hoher Präzision erzielt werden kann.

Außerdem wird beschrieben, wie durch eine Optimierung der oxidativen Schmelze der Aufschluss und damit auch die Präzision von Ferrolegierungen verbessert werden kann.

Die neueste Entwicklung ist der Einsatz von Quarztiegeln, anstelle von Platingoldtiegeln, im automatischen Schmelzaufschluss. Quarz bietet dabei den Vorteil, dass Proben die Platingifte (reduzierende Bestandteile wie Carbide, Nitride, Sulfide, Metalle dabei insbesondere Aluminium) enthalten, ohne die Gefahr den Tiegel zu zerstören, geschmolzen werden können.

Alle Weiterentwicklungen werden mit Hilfe von Applikationsbeispielen, die im nach ISO 17025 akkreditierten Analysenlabor von FLUXANA eingesetzt werden, vorgestellt.

**Umwelt& Arbeitsplatzanalytik / 5****Defect Detection in High Quality Polymers used in the Semiconductor Industry**

**Author(s):** Dr. MOLDASCHL, Thomas<sup>1</sup>

**Co-author(s):** Dr. LEITNER, Raimund<sup>1</sup> ; Dr. ARNOLD, Thomas<sup>1</sup> ; Mr. DE BIASIO, Martin<sup>1</sup> ; Mr. NEUMAIER, Lukas<sup>1</sup> ; Dr. KRAFT, Martin<sup>1</sup> ; Dr. HIRSCHL, Christina<sup>1</sup>

<sup>1</sup> CTR Carinthian Tech Research AG

**Corresponding Author(s):** thomas.moldaschl@ctr.at

Due to the high requirements regarding the purity of polymer parts used in the semiconductor industry, there has been a significant amount of effort dedicated to non-destructively detecting defects and thereby increasing the manufacturing yield rate [1,2]. Critical defects are air-filled cavities, burned parts of the polymer material, metallic enclosures, as well as other polymer materials. In a comprehensive study we investigated potential methods able to detect these kinds of defects: optical microscopy, mid infrared imaging spectroscopy (MIRS), Raman imaging spectroscopy (RS), optical coherence spectroscopy (OCT), THz imaging tomography, x-ray tomography as well as ultrasound imaging. We present the measurement results of each of the evaluated detection techniques and compare them mutually. As expected none of the investigated methods was able to solve the task completely as a stand-alone technique. Each procedure demonstrated different advantages and limitations. Both spectroscopic techniques, such as MIRS and RS are able to identify the material of the defect, if compared with a suitable database, but only close to the surface. X-ray transmission measurements allow the separation of metallic and non-metallic particles, but only expensive tomographic setups would be able to provide the defect position in depth. Optical microscopy is able to characterize size of surface defects excellently, but fails for deeper lying defects. OCT is able to detect all defects up to a depth of 2 mm, but is not able to identify the defect material. Thus a combined approach is required. We propose a prototype facilitating the combination of an optical microscope and an OCT probe that is capable of detecting the critical defects in a depth of up to 2 mm. The unique combination of optical microscopy with OCT provides the preferable detection capabilities at moderate system costs. The bright and dark field illumination of the microscopy enables the required surface scanning capability to identify near-surface defects rapidly. The OCT probe allows the detection and localization of deeper lying defects and thus complements the microscope forming a unique combination of two methods with complementary advantages. To the best of our knowledge, such a system has not been proposed so far elsewhere.

## Lasieranwendungen / 6

### Ortsaufgelöste Elementanalyse von metallischen und isolierenden Schichten durch Kombination von Laser-Ablation und elektrischer Funkenspektroskopie

**Author(s):** Dr. HUBER, Norbert<sup>1</sup>

**Co-author(s):** Dr. ESCHLBÖCK-FUCHS, Simon<sup>2</sup> ; Mr. HOFSTADLER, Josef<sup>2</sup> ; Dr. PISSENBERGER, Andreas<sup>2</sup> ; Dr. DUCHACZEK, Hubert<sup>2</sup> ; Prof. PEDARNIG, Johannes D.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Institut für Angewandte Physik, Johannes Kepler Universität, Altenberger Straße 69, 4040 Linz, Österreich

<sup>2</sup> voestalpine Stahl GmbH, A-4031 Linz, Österreich

**Corresponding Author(s):** norbert.huber@jku.at

Elementverteilungen in metallischen und isolierenden Schichten auf Metallsubstraten werden mit optischer Emissionsspektroskopie (OES) und hyperspektraler Bildgebung gemessen. Dabei wird mit einem Nd:YAG Laser-Puls ein Plasma gezündet und durch eine Funkenentladung verstärkt. Der elektrische Funke wird durch das laserinduzierte Plasma (LIP) an eine kontrollierte Stelle an der Probenoberfläche geführt. Ohne das LIP findet unter den gewählten Bedingungen keine Funkenentladung statt. Die erforderliche Pulsenergie des Lasers (E), um ein kombiniertes Plasma zu zünden, ist gering ( $E \leq 1$  mJ, Spotdurchmesser  $d \approx 100$   $\mu$ m). Die Emissionsspektren werden mit Hilfe eines kompakten Gitterspektrometers mit CCD Liniendetektor aufgenommen. Die Abhängigkeit der Intensität der Emissionslinien von den Parametern des Lasers und des elektrischen Entladungskreises werden untersucht. Die Emission des kombinierten Plasmas ist intensiv und dauert einige 10 Mikrosekunden, abhängig vom elektrischen Entladungskreis. Ohne die Anregung durch den Funken ist die Emission deutlich schwächer und verschwindet nach einigen Mikrosekunden. Für das kombinierte Plasma korreliert die Intensität der Linien mit der Dicke

der gemessenen Schichten. Die Intensitäten für Nebenelementen im Metallsubstrat korrelieren mit den Konzentrationen. Die räumliche Auflösung hängt von der Größe des Laserspots und der Funkenfläche ab und liegt bei den gewählten Parametern unter 100  $\mu\text{m}$ . Der chemische Kontrast ist mit dem kombinierten Plasma ( $E \approx 1 \text{ mJ}$ ) höher als mit einem Laserplasma ohne Verstärkung ( $E \approx 10 \text{ mJ}$ ). Wir verwenden diese neue OES Methode, um die Elementverteilungen in verschiedenen strukturierten Proben abzubilden.

*Danksagung: Dieses Projekt wird durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft FFG („imPacts“ Projekt 843546) finanziell unterstützt.*

## Prozesskontrolle / 7

### Analyse von Aluminium- und Magnesiumoxiden auf schmelztauchveredelten Stahlfeinblechen mittels RFA

Dr. KOERNER, Kerstin<sup>1</sup>

<sup>1</sup> SZMF

**Corresponding Author(s):** k.koerner@sz.szmf.de

Die Oberflächen von verzinkten Stahlfeinblechen beeinflussen maßgeblich nachfolgende Bearbeitungsschritte wie Vorbehandeln, Phosphatieren oder Kleben. Zur Optimierung der Weiterverarbeitung ist die Charakterisierung der sich an der Oberfläche befindenden Elemente und deren chemischen Zustände unabdingbar. Das in feuerverzinkten und Zink-Magnesium enthaltene Aluminium bzw. Magnesium ist an den Oberflächen angereichert und neigt dort zur Ausbildung von Oxiden, welche die Oberflächeneigenschaften der veredelten Stahlfeinbleche verändern können. Mit der Röntgenfluoreszenzspektrometrie steht eine Methode zur Verfügung, bei der Informationen über die Bindungsformen bestimmter zu analysierender Elemente erhalten werden können. Im Fall schmelztauchveredelter Stahlfeinbleche kann sie zur Charakterisierung von Bindungszuständen des sich an der Oberfläche anreichernden Aluminiums bzw. Magnesiums genutzt werden, um so zwischen metallischen und oxydischen Zuständen zu differenzieren zu können.

Das Potential der RFA-Messmethode wird an Untersuchungen von Aluminium und Magnesium und deren Oxiden aufgezeigt. So lässt sich beispielsweise die Ausbildung von Aluminiumoxidschichten auf feuerverzinkten Stahlfeinblechen bestimmen. Weiterhin wird gezeigt, wie die Auswirkung einer chemischen Behandlung (sauer, alkalisch) auf die Modifikation von oberflächennahem Al und Mg in Zink-Magnesium Überzügen analysiert werden können.

## Lasieranwendungen / 8

### LIBS – Potential und Grenzen

**Author(s):** Mr. HOFSTADLER, Josef<sup>1</sup> ; Dr. ESCHLBÖCK-FUCHS, Simon<sup>1</sup>

**Co-author(s):** Mr. GADERBAUER, Wolfgang<sup>2</sup> ; Dr. HUBER, Norbert<sup>2</sup> ; Dr. PISSENBERGER, Andreas<sup>1</sup> ; Prof. PEDARNIG, Johannes David<sup>2</sup> ; Mr. BIRKLBAUER, Ludwig<sup>1</sup>

<sup>1</sup> voestalpine Stahl GmbH

<sup>2</sup> Institut für Angewandte Physik, Johannes Kepler Universität Linz

**Corresponding Author(s):** josef.hofstadler@voestalpine.com

In der Standardanalytik für Stahlproduzenten hat sich die Funkenspektrometrie, als auch die Röntgenfluoreszenzanalyse aufgrund der kurzen Analysezeiten und der entsprechenden analytischen Kenndaten eine starke Position erarbeitet. Diese größtenteils laborgebundenen Methoden zeichnen sich durch hohe Stabilität in den Analyseergebnissen aus. Vorausgesetzt, dass definierte Parameter der Probenvorbereitung und des Analysengerätes eingehalten werden. Außerhalb des Labors entsteht zunehmender Bedarf für direkte Analysen von Produkten oder Rohstoffen zur Prozesskontrolle und Überwachung im Betrieb. In diesem Umfeld bieten sich verschiedene alternative Analysemethoden an. Darunter die Laser-induzierte Durchbruchspektroskopie (LIBS), bei der ein gepulster Laser auf die zu analysierende Fläche fokussiert, Material ablatiert und ein Plasma gezündet wird. Durch Spektroskopie an dem vom Plasma emittierten Licht kann die Zusammensetzung der Probe bestimmt werden. Die Methode ist berührungslos und schnell



und kann dadurch für die Prozesskontrolle eingesetzt werden. Im Zuge der Zusammenarbeit mit dem Institut für Angewandte Physik an der Johannes Kepler Universität in Linz innerhalb eines Forschungsprojektes\*) sollen Möglichkeiten zur Verbesserung der Prozessanalytik untersucht werden. Als Teil der Arbeiten wurden Stahlproben mit variierenden Konzentrationen der Spurenelemente analysiert. Es zeigten sich Einflüsse der Probenzusammensetzung auf das Analysenergebnis. Für zahlreiche Elemente wurden Kalibrierkurven erstellt und zeitaufgelöste Spektroskopie des Laser-induzierten Plasmas durchgeführt um die Auswirkungen unterschiedlicher Elementkonzentrationen auf die Plasmaeigenschaften zu untersuchen.

\*) Finanziell unterstützt von der Austrian Research Promotion Agency FFG – impacts Projekt 843546

## Lasieranwendungen / 10

### Elemental mapping of PM steels using LA-ICP-MS: laterally resolved analysis of metallic and non-metallic elements

**Author(s):** Prof. LIMBECK, Andreas<sup>1</sup>

**Co-author(s):** Dr. BONTA, Maximilian<sup>1</sup>; Dr. DE ORO CALDERON, Raquel<sup>1</sup>; Dr. GIERL-MAYER, Christian<sup>1</sup>; Prof. DANNINGER, Herbert<sup>1</sup>

<sup>1</sup> TU Wien, Institute of Chemical Technologies and Analytics

**Corresponding Author(s):** a.limbeck@tuwien.ac.at

Metallic as well as non-metallic elements are commonly added in the production of powder metallurgy steels to improve mechanical properties of the material. For further improvement of material behavior (e.g. hardness or ductility) as well as the production process (e.g. working conditions) information about the materials composition is required. Besides knowledge of overall element contents also data about their distribution within the material is needed.

In this work, the possibilities for laterally resolved analysis of powder metallurgy steels using Laser Ablation-Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry (LA-ICP-MS) will be outlined. LA-ICP-MS offers extraordinary detection power for metallic and most non-metallic steel components, combined with the capability of elemental imaging with lateral resolutions in the  $\mu\text{m}$  range. This contribution presents a first approach to determine the distribution of Cr, Mn, Ni, Cu and the non-metals Si and C in PM-steels produced via liquid phase sintering. For signal quantification a multivariate regression model was developed, which allowed to overcome the matrix effects associated with local variations in sample composition.

## Prozesskontrolle / 11

### Möglichkeiten zur Bestimmung der Messunsicherheit in der Funkenspektrometrie nach DAKKS Vorgaben (GUM, EURACHEM)

ASAM, Thomas<sup>1</sup>

<sup>1</sup> TAZ GmbH

**Corresponding Author(s):** info@tazgmbh.de

Die Bestimmung von Messunsicherheiten in der Funkenspektrometrie nimmt eine immer höhere Bedeutung ein. Nach DIN EN ISO 17025 akkreditierte Laboratorien müssen für jedes Messergebnis eine dazugehörige Unsicherheit angeben können. Nachdem lange Jahre auch ein Abschätzen der Unsicherheit erlaubt war wird jetzt verstärkt auf eine Bestimmung nach aktuell gültigen Normen (Guide of uncertainty of measurement GUM, EURACHEM, ISO Guide 30 - 35) geachtet. Vorgestellt wird eine Möglichkeit einer automatisierten Bestimmung der Messunsicherheit nach aktuellen DAKKS Kriterien.

## RFA / Radioaktivitätsmessung / 12

### Radioaktivitätsmessung im Stahlwerkslabor

Mr. ALT, Knut<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Cetto AG*

**Corresponding Author(s):** melanie.baumgartner@asmet.at

....

**RFA / Radioaktivitätsmessung / 13**

## **Umsetzung der 2013/59/EURATOM: Modularer Labormessplatz zur Messungen der radioaktiven Kontamination chargenbezogener Metall-, Staub-, Schlacke- oder Zuschlagstoffproben**

Mr. FRIEDRICH, Bernd<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Thermo Fisher Scientific*

**Corresponding Author(s):** melanie.baumgartner@asmet.at

Der neue, modulare Thermo Fisher Scientific Labormessplatz vermisst Schüttgutproben in einem speziellen Kunststoffbecher (Marinelli-Becher) oder massive Proben (z. Bsp. Stahlproben) in einer Schublade. Dabei werden die Proben auf die festgelegten Grenzwerte hin überwacht, das Ergebnis dokumentiert und bei Überschreitung alarmiert.

**Lasieranwendungen / 14**

## **LIBS in der industriellen Inline-Prozesskontrolle**

Dr. BOHLING, Christian<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *SECOPTA analytics GmbH*

**Corresponding Author(s):** melanie.baumgartner@asmet.at

Handgehaltene LIBS-Analysatoren ersetzen zunehmend die etablierten Elementaranalytikverfahren wie XRF oder Funkenspektrometrie in industriellen Anwendungen. Insbesondere leichte Elemente lassen sich mit LIBS in deutlich kürzerer Zeit als mit Röntgenverfahren analysieren. Die Laseranregung erlaubt langfristig konstante Plasmabedingungen und somit stabile, verlässliche Messergebnisse.

LIBS bietet über den mobilen Einsatz hinaus jedoch insbesondere Chancen in der vollautomatisierten Inline-Analytik. Die Verfügbarkeit von zu gleich kostengünstigen als auch hochleistungsfähigen Strahlquellen ermöglicht Systeme, die schnell, extrem wartungsarm und ohne vorherige Probenvorbereitung Elementaranalysen durchführen können. Da die Messung berührungslos erfolgt, können auch heiße, bewegte und schwer zugängliche Messpunkte untersucht werden. Bei der fortschreitenden Vollautomatisierung und gleichzeitiger Flexibilisierung von Fertigungsprozessen im Rahmen der Industrie 4.0 bietet LIBS völlig neuartige Möglichkeiten der Optimierung und Überwachung von Produktionsprozessen.

Ein Beispiel ist die vollautomatisierte Verwechslungskontrolle (PMI), die hohe Qualitätsstandards und 100%-Dokumentation auch bei häufig wechselnden Werkstoffen sicherstellt.

Eine konkrete Möglichkeit zur Prozessoptimierung (Zeit- und Energieaufwand) bei der Metallerzeugung oder in Gussvorgängen ist durch die Inline-Analytik direkt in der Schmelze gegeben. Im Rahmen des Vortrags wird auf die Gerätetechnik und -auswertung eingegangen. Schwerpunkt ist allerdings die praktische Inline-Anwendung in industriellen Prozessen.

**RFA / Radioaktivitätsmessung / 16**

## **Automation der Röntgenfluoreszenzanalyse – vom Schmelzaufschluss bis zur Auswertung**

**Author(s):** Dr. FLOCK, Jörg<sup>1</sup>

**Co-author(s):** LANGBEIN, Danny <sup>1</sup> ; PAPPERT, Eckhard <sup>1</sup>

<sup>1</sup> *thyssenkrupp Steel Europe AG, Duisburg*

**Corresponding Author(s):** alfred.nitsch@voestalpine.com

In den Laboratorien der Eisen- und Stahlindustrie ist die Röntgenfluoreszenzanalyse in Verbindung mit der Präparation von Schmelztabletten seit Jahrzehnten fest etabliert. Sowohl bei der zeitgerechten Prozesskontrolle als auch bei der Eingangskontrolle von Roh- und Einsatzstoffen ist dieses hochpräzise Bestimmungsverfahren unersetzlich. Eisenerze, Sinter, Feuerfestmaterialien, Schlacken, Kalke sowie sämtliche für die Sekundärmetallurgie benötigten Ferrolegierungen können auf diese Weise auf ihre Haupt- und Nebenbestandteile untersucht werden. Aufgrund des hohen manuellen Aufwandes und der geforderter Präzision der Schmelztablettenherstellung wurden bereits in den siebziger Jahren des vergangenen Jahrhunderts kleine Aufschlussautomaten mit Gasbrennern auf den Markt gebracht, die den Schmelzprozess unter exakt definierten Schwenk- und Drehbewegungen sowie Temperaturen ermöglichten. Später kamen induktiv heizende Systeme auf den Markt, die sich in Kombination mit einem Roboter zu einem Automationssystem erweitern ließen. Optimale Aufschlussresultate lassen sich mit neuen, automatisierten Aufschlussystemen auf Basis von Widerstandsöfen erzielen, die durch die besonders exakte Temperatursteuerung bei komplexen Applikationen von großem Vorteil sind. Vor dem Hintergrund steigender Probenzahlen bei begrenzten personellen Ressourcen wurde im Labor von thyssenkrupp Steel Europe mit Hilfe ofenbasierter Aufschlussysteme eine vollständige Automation von der Probeneinwaage bis zur fertigen Röntgenfluoreszenzanalyse realisiert. Der Beitrag behandelt die Entwicklung der Aufschluss-technik sowie Möglichkeiten und Grenzen der Automatisierung derartiger Prozesse. Dabei werden die technischen Herausforderungen und das Potenzial derartiger Automationssysteme diskutiert.

**Prozesskontrolle / 19**

## Rückstandsfreier Säureaufschluss von Ferro-Legierungen

**Author(s):** Dr. FLOCK, Jörg<sup>1</sup>

**Co-author(s):** PAPPERT, Eckhard <sup>1</sup> ; TEBECK, Andreas <sup>1</sup>

<sup>1</sup> *thyssenkrupp Steel Europe, Duisburg*

**Corresponding Author(s):** melanie.baumgartner@asmet.at

Die Lagerhaltung von den zum Teil extrem hochpreisigen Ferrolegierungen wird in Stahlwerken aus wirtschaftlichen Gründen immer weiter minimiert. Damit wächst allerdings auch die Nachfrage nach möglichst schnellen Eingangskontrollen. Für das analytische Labor müssen somit insbesondere die bestehenden komplexen Aufschlussmethoden zeitlich verkürzt werden, was eine immer größere Herausforderung darstellt. Durch jüngste Geräteentwicklungen, speziell auf dem Gebiet der Hochdruckaufschlussysteme, konnten aber bereits gute Fortschritte erzielt werden.

Die in diesem Beitrag vorgestellten Aufschlussmethoden mittels eines mikrowellenbeheizten Autoklaven erlauben den rückstands- und verlustfreien Säureaufschluss diverser Ferro-Legierungen. Bedingt durch die Probenvorbereitung ohne Filtration und den Verzicht auf borathaltige Aufschlussmittel für die Rückstandsanalytik können nun niedrigste Blindwerte und damit deutlich bessere Nachweisgrenzen erreicht werden. Weiterhin können durch den Einsatz von Einwegmessgefäßen und der gravimetrischen Volumenbestimmung weitere Möglichkeiten zur Kontamination ausgeschlossen und die Präzision gegenüber herkömmlichen Messkolben verbessert werden.

Kombiniert man diese Art der Probenvorbereitung mit der anschließenden Messung durch eine moderne ICP-OES, ist man in der Lage, sowohl das abrechnungsrelevante Hauptelement sowie auch die Neben- und Spurenelemente der gängigen Ferro-Legierungen innerhalb eines Tages mit einer einzigen Methode zu bestimmen, ohne die Belastung der Laborressourcen maßgeblich zu erhöhen.