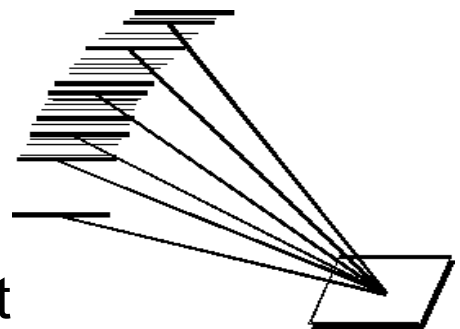


FH MÜNSTER
University of Applied Sciences



29. Anwendertreffen Röntgenfluoreszenz- und Funktenemissionsspektrometrie

27. – 28. Februar 2024
Technologie-Campus Steinfurt



Der Deutsche Arbeitskreis für Analytische Spektroskopie (DAAS) veranstaltet gemeinsam mit der FH Münster und dem Chemiker-Ausschuss des Stahlinstituts VDEh ein Treffen von Anwendern der Röntgenfluoreszenz - und Funkenemissionsspektrometrie sowie verwandter Methoden der Feststoffanalytik. Ziel des Anwendertreffens ist es, Forschung und Industrie zusammenzuführen, um den Informationsaustausch zu fördern und neue Entwicklungen anzuregen. In Kurzvorträgen wird über instrumentelle Neuentwicklungen, Lösungen aktueller Fragestellungen und insbesondere über den Einsatz dieser Methoden in Laboratorien verschiedenster Bereiche der Industrie berichtet.

Tagungsort:

**FH Münster
Technologiecampus Steinfurt
Gebäude S
Stegerwaldstraße 39
48565 Steinfurt**

Organisation

**Prof. Dr. M. Kreyenschmidt
M. Sc. S. Hanning**

**Dr. J. Flock
Dr. E. Pappert**

Informationen und Online-Anmeldung unter www.fh-muenster.de/ia

Kontakt:

**M. Sc. Stephanie Hanning
FH Münster
Fachbereich Chemieingenieurwesen
Instrumentelle Analytik
Stegerwaldstr. 39
48565 Steinfurt
Fax 02551 962 429
E-Mail awt@fh-muenster.de**

Die Veranstaltung beginnt an beiden Tagen um 9 Uhr.

Die Vorträge werden nach Abschluss der Veranstaltung für alle angemeldeten Teilnehmer zum Download bereitgestellt.

Programm 27. Februar 2024

9:00	Begrüßung: Prof. Dr. Martin Kreyenschmidt
9:15	<u>Alexander Schlemminger</u>, Bruno van Stuijvenberg, Mischa Ounanian, Andreas Kunz 60 Jahre Laser OES: Meilensteine von den Anfängen bis heute
9:40	Jean-Marc Böhlen, <u>Wilhelm Sanders</u> Anwendungen der Analyse von nichtmetallischen Mikro-Einschlüssen mittels Funken OES
10:05	<u>Andreas Kunz</u>, Bruno van Stuijvenberg, Alexander Schlemminger OES-basierte Schlackenanalytik: Kalibration, Anwendung und Erfahrungsbericht aus der Praxis
10:30	Kaffeepause
11:00	Michael Enders Vom Dragee zur Tablette: Anforderungen an eine neue Mahlhilfe für die Röntgenanalytik (XRF/XRD)
11:25	<u>Tobias Gantenberg</u>, Matthias Cerullo, Erik Hafner, Jürgen Schram Luftgetragene Schadstoffe mit TXRF und Raman-Spektroskopie
11:50	<u>Armin Gross</u>, Heiko S. Till, Ursula E. A. Fittschen Bitte zu Tisch! Schnelles Screening von µl-Proben, Nanopartikeln und Monoschichten mittels GIXRF
12:15	Markus Krämer An der Quelle sitzen? Kombination von Mikrofokusröntgenröhren und Multilayeroptiken
12:40	Mittagspause

29. Anwendertreffen – 2024

13:40	Sitzungsleitung: Dr. Jörg Flock <u>Hannes Lüers</u>, Adrian Fiege, Kai Behrens, Frank Portala RFA-Anwendungen in Clean Energy – Schritt halten beim Technologie-Wandel
14:05	Dirk Wissmann Analyse von Proben mit linienreichen Spektren – Beispiel: Erze der seltenen Erden
14:30	<u>Jürgen Schram</u>, Yasemin Oguz, Katharina Herold, Tobias Gantenberg Der Staub der Jahrhunderte – der Staub antiquarischer Bücher wird gelesen
14:55	Kaffeepause
15:25	Sebastian Praetz Can laboratory-based XAFS compete with XRD and Moessbauer spectroscopy as a tool for quantitative species analysis?
15:50	<u>Philipp Gründken</u>, Jochen Moers LIBS – Eine flexible Analysemethode – Stand der Anwendungen im Handheld-Bereich
16:15	<u>Pol De Pape</u>, Annette Sans, Carmen Kaiser-Bruegmann, Shohei Uemura Quantitative Analyse von Metallbeschichtungen mit wellenlängendispersiver RFA
ca. 16:50	Ende Tag 1

Programm 28. Februar 2024

9:00	Begrüßung Dr. Eckhard Pappert
9:05	<u>Daniel Sachtler</u>, Alexander Komelkov, Mehtap Eyrik Innovationen in der Schmelzaufschlussanalytik zur Verbesserung der Analysengenauigkeit bei gleichzeitiger Steigerung des Probendurchsatzes am Beispiel FeCr
9:30	Dirk Töwe Induktionsbeheizte Schmelzaufschlussanlagen: Die einfache Methode, Proben zu oxidieren
9:55	Maryam Beig Mohamadi The rise of 3D printing in metal manufacturing and the importance of quality control
10:20	Kaffeepause
10:50	Nele Kretzer Entwicklung eines RFA-Kalibrierprobensatzes für Metallpulver der additiven Fertigung: Herausforderungen bei der Fertigung
11:15	Rainer Schramm Entwicklung eines RFA-Kalibrierprobensatzes für Metallpulver der additiven Fertigung: Beschreibung der Analytik der Pulver und gedruckten Ronden
11:40	<u>Adrian Fiege</u>, Kai Behrens, Frank Portala Neue Anwendungen für die RFA mittels neuer Detektoren
12:05	Steffen Pahlke KETEK Silizium-Drift-Detektoren (SDD) – Aktuelle Entwicklungen in den Bereichen SDD und Elektronik
12:30	Mittagspause

	Sitzungsleitung: M. Sc. Stephanie Hanning
13:30	Sergio L. Trujillo Barea Automation for OES and XRF
13:55	<u>Lukas Ostendorf</u>, Michael Breuckmann Multivariate Auswertung von μ -RFA-Mappings
14:20	Frank Förste Neural Network for the quantification of laboratory confocal micro X-ray fluorescence measurements
14:45	<u>Martin Tilleman</u>, Thomas Asam Vom Lastenheft zum Pflichtenheft – Funkenspektrometer optimal beschreiben Ist weniger wirklich mehr?
ca. 15:30	Ende der Veranstaltung

Aktuelle Informationen finden Sie unter www.fh-muenster.de/ia, unter Fort- und Weiterbildung.

Abstracts

Alexander Schlemminger, Bruno van Stuijvenberg, Mischa Ounanian, Andreas Kunz

60 Jahre Laser OES: Meilensteine von den Anfängen bis heute

Die optische Emissionsspektrometrie in verschiedenen Ausprägungen hat sich gemeinsam mit der Röntgenfluoreszenz seit Jahrzehnten als grundlegende Methode zur Messung chemischer Zusammensetzungen etabliert. Während sich ICP- und Funken-OES-Technologien rasch in einer Vielzahl von Anwendungsgebieten verbreitet haben, fand die Laser-OES zunächst aufgrund spezifischer Leistungsparameter der Laser vornehmlich in wissenschaftlichen Projekten Anwendung. Der Durchbruch der Laser-OES in immer neue Anwendungsgebiete begann mit der Verfügbarkeit immer besserer und günstigerer Laser um die Jahrtausendwende. Dieser Vortrag zum 60. Jubiläum der Laser-OES beleuchtet bedeutsame Meilensteine in der Anwendungsgeschichte der Laser-OES und wirft einen Blick auf potenzielle, zukünftige Anwendungsfelder.

Jean-Marc Böhlen, Wilhelm Sanders

Anwendungen der Analyse von nichtmetallischen Mikro-Einschlüssen mittels Funken-OES

Thermo Fisher Scientific blickt mit der Marke ARL auf eine neunzigjährige Erfahrung in der Spektrometrie zurück: Das Unternehmen Applied Research Laboratories (ARL) wurde im Februar 1934 von Dr. Maurice F. Hasler gegründet. Bei der Bestimmung von nichtmetallischen Mikro-Einschlüssen mittels Funken-OES verfügt Thermo Fisher Scientific über eine 25-jährige Erfahrung. Moderne Funkenspektrometer sind der Standard für die Bestimmung von Elementkonzentrationen in Metallen. Sie werden in der gesamten Kreiswirtschaft von Metallen, von der Herstellung bis zum Recycling, eingesetzt. Dieser Vortrag beleuchtet eine weitere Anwendungsmöglichkeit von Photomultiplier-Detektor-basierten hochauflösenden Funkenspektrometern: Der Analyse von nichtmetallischen Mikro-Einschlüssen. Derartige Einschlüsse beeinträchtigen nicht nur die Qualität des erzeugten Produktes, sie können auch den Herstellungsprozess stark behindern und zu hohen Kosten führen. Der Vortrag beinhaltet eine Einführung über die Bedeutung dieser Funktion für potenzielle Anwender, erläutert das Prinzip dieser Methode und gibt einen Überblick über neue Anwendungsmöglichkeiten für verschiedene Metallgruppen mit einem Fokus auf Anwendungen in der Prozesskontrolle von Stählen.

Andreas Kunz, Bruno van Stuijvenberg, Alexander Schlemminger

OES-basierte Schlackenanalytik: Kalibration, Anwendung und Erfahrungsbericht aus der Praxis

Kurz nach der Erfindung des Lasers wurden dessen Fähigkeiten auch für die Elementanalytik erkannt. Das war bereits Anfang der 1960er Jahre. Trotzdem hat sich diese Technik bis heute nicht flächendeckend durchgesetzt! Der Vortrag geht auf Spurensuche nach den Ursachen. Er beleuchtet die Historie der Laser-OES – die meistens als LIBS bezeichnet wird –, erkundet die Problemfelder, schildert und bewertet die aktuelle Situation und wirft einen Blick auf potenzielle Chancen in der Zukunft.

In den Jahren von 1980 bis 2010 gab es mehr als 3200 Veröffentlichungen zum Thema LIBS. Kaum einer anderen Analysetechnik wurde über Jahrzehnte so viel Aufmerksamkeit zuteil. Forschung und Entwicklung sehen große Potenziale in LIBS. Worin genau liegen die Chancen der Technologie, wo sind die Applikationen angesiedelt zwischen traditionellen, etablierten Methoden wie der Röntgenfluoreszenz, der ICP oder der Funken-OES?

Der Vortrag liefert interessante Antworten und zeigt verschiedene Erfolgsgeschichten der Laser-OES auf, vom Mars Rover bis zu den zahlreichen Anwendungsfeldern in der Industrie. Die Technologie nimmt Fahrt auf! Wird sie „alte“ Methoden verdrängen oder einen neuen Platz im analytischen Werkzeugkasten einnehmen?

Aurelija Sugzdaite, Jasmin Holzer, Michael Enders

Vom Dragee zur Tablette: Anforderungen an eine neue Mahlhilfe für die Röntgenanalytik (XRF/XRD)

Die Aufbereitung und die Produktion von pulverigen oder granularen Schüttgütern (e.g. Steine, Erde, Keramik, Zement, Erz) werden mit Röntgenanalytik (RFA, RBA) häufig an Presstabletten mit einer hohen Probenfrequenz (30 min – zweistündlich) überwacht.

Der Vorteil der Presstabletten gegen Glasperlen liegt in der leicht automatisierbaren Probenherstellung in wiederverwendbaren 51-mm-Stahlringen, den günstigen spezifischen Kosten pro Analyse, dem überschaubaren Zeitaufwand für die Probenherstellung und der Möglichkeit, die Presstablette in der Röntgenspektroskopie und der Röntgenbeugung einzusetzen. Bevorzugt werden Mahlhilfen in Tablettenform, um durch das technisch leicht umsetzbare automatisierte Abzählen der Mahlhilfetabletten den Aufwand einer gravimetrischen Dosierung zu vermeiden.

Die Mahlhilfe soll bei der Vermahlung einen ausreichenden Probenaufschluss ermöglichen, um nach dem Mahlprozess mit dem Probengut zu einer festen Presstablette gepresst zu werden. Die

Presstabletten müssen vakuumstabil (RFA-Anwendungen) sein. Proben unterschiedlicher Mahlbarkeit sollen differenzierte Röntgenintensitäten für eine kalibrierte RFA-Analyse liefern, und die Bestandteile der Mahlhilfe sollen kein oder nur ein schwaches Röntgenbeugungssignal erzeugen, um quantitative diffraktometrische Untersuchungen des Mahlguts (RBA/XRD) nicht kritisch zu stören. Die Mahlhilfe darf nach der Probenherstellung nicht in dem Mahlaggregat haften, um eine vollständige Reinigung der meist automatisierten Feinmühle durch Druckluft und Absaugen zu gewährleisten. Eine weitere wichtige Eigenschaft zunächst bei der Herstellung der Mahlhilfetablette und dann in der Anwendung bei der Herstellung der Presstablette ist ein gutes Entlüftungsverhalten der Pulver, um ein Zerbrechen oder Abplatzungen an der Tablette zu vermeiden.

Der Entwicklung einer neuen Mahlhilfe benötigt die röntgenanalytische Prüfung der Ausgangsstoffe und Mischungen, eine Prozessentwicklung für die Mahlhilfeherstellung und zuletzt die Prüfung der gewünschten Produkteigenschaften an unterschiedlichen Mahlgütern sowie der Handlungseigenschaften in der Automation und den Analysatoren. Eine besondere Herausforderung entsteht aus dem Wunsch, die Mahlhilfe im Wesentlichen aus einem klebrigen Stoff herzustellen und der Schwierigkeit, aus demselben klebrigen Stoff als Granulat Mahlhilfetabletten herzustellen, ohne die Tablettenpresse zu verkleben.

Philipp Gründken, Jochen Moers

LIBS – Eine flexible Analysemethode

Stand der Anwendungen im Handheld-Bereich

LIBS, laser induced breakdown spectroscopy, ist eine OES-Methode, die einen Laser zur Anregung des Probenmaterials verwendet. Im Vortrag wird auf grundlegende Eigenschaften der Laseranregung und des erzeugten Spektrums eingegangen und die verschiedenen Anwendungen im Bereich Metalle, Geologie, Bergbau und Flüssigkeiten vorgestellt. Im Anschluss wird noch kurz auf die Besonderheiten der LIBS-Methode im Vergleich zur bekannten Handheld-RFA eingegangen.

Armin Gross, Heiko S. Till, Ursula E. A. Fittschen

Bitte zu Tisch! Schnelles Screening von μ -Proben, Nanopartikeln und Monoschichten mittels GIXRF

Die Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzspektroskopie (TXRF) ist eine etablierte Methode zur Quantifizierung von Ultrapurenelementen mit handelsüblichen Spektrometern. Typischerweise arbeiten diese Systeme in einer festen $0/90^\circ$ -Geometrie und die Röntgenfluoreszenzanalyse mit

streifendem Einfall (GIXRF) ist nicht vorgesehen. Während dieser Präsentation stellen wir GIXRF-Messungen mit einem Tischspektrometer vor, das mit einem Göbel-Spiegel ausgestattet ist, der einen parallelen Strahl erzeugt.

Die Charakterisierung von Schichten oder Nanopartikeln erfordert präzise Winkelscans. Wir konnten die Qualität des Spektrometers im Rahmen einer Winkelkalibrierung testen. Bei der Anwendung von GIXRF auf Gold-Nanopartikel mit einer Größe von 5 bis 100 nm waren die gemessenen Daten mit Modellrechnungen vergleichbar.

Die Gesamtmasse, die bei TXRF-Messungen verwendet wird, ist Gegenstand kontroverser Diskussionen in der Fachwelt. Mit einer Reihe von Experimenten mit Proben über einen großen Massenbereich lieferte die GIXRF qualitative Informationen, die für die Qualifizierung von Proben vor der TXRF-Analyse nützlich sein können.

Markus Krämer

An der Quelle sitzen? Kombination von Mikrofokusröntgenröhren und Multilayeroptiken

Mit über zwei Jahrzehnten Erfahrung in der Herstellung von Röntgenoptiken sitzt die AXO DRESDEN seit einigen Jahren auch sprichwörtlich an der (Röntgen-)Quelle, denn gemeinsam mit den Partnern der Anton Paar GmbH wurde eine auf die strahlformenden Multilayerspiegel der AXO abgestimmte Mikrofokusröntgenröhre entwickelt. Hiermit können nun zahlreiche optimierte, praktisch wartungsfreie Quelle-Optik-Systeme, aber insbesondere auch kundenspezifisch entworfene Sonderlösungen angeboten werden.

In diesem Vortrag werden verschiedene Prinzipien der Kombination von Röntgenquelle und ein- bzw. zweidimensional strahlformender Röntgenoptiken diskutiert und typische Systeme ebenso wie einige „exotische“ kundenspezifische Lösungen vorgestellt. Die Möglichkeit der Anpassung von Röntgenoptiken über spezielle Multilayerbeschichtungen in Hinblick auf spektrale Auflösung (z. B. hochauflösend oder flussoptimiert) und geometrische Parameter (z. B. kurze und lange Brennweiten, Fokussierung im Mikrometerbereich oder kollimierte Strahlung mit sehr geringer Divergenz) werden dargestellt.

Hannes Lüers, Adrian Fiege, Kai Behrens, Frank Portala

RFA-Anwendungen in Clean Energy – Schritt halten beim Technologie-Wandel

Die Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) leistet einen wesentlichen Beitrag im Bereich der sauberen Energien und gewinnt insbesondere in der Batterie-Kreislaufwirtschaft an Bedeutung. Diese

zerstörungsfreie Analysetechnik ermöglicht eine präzise, schnelle und prozessnahe chemische Analyse, die speziell für die kosteneffiziente Produktion von qualitativ hochwertigen Batterien in der E-Mobilität entscheidend ist. Insbesondere bei der Überprüfung von Ausgangsstoffen wie Graphit oder Metall-Sulfaten sowie im Bereich der Qualitätskontrolle von aktivem Kathodenmaterial hat die RFA wesentliche Vorteile gegenüber anderen Technologien. Darüber hinaus wird die RFA im Batterie-Recycling eingesetzt, um die sog. Schwarzmasse vor der weiteren Aufbereitung zu charakterisieren. Im breiteren Kontext der sauberen Energie hilft die RFA bei der Prozess- und Qualitätskontrolle in der Halbleiterindustrie (z. B. Fotovoltaik) und bei der Herstellung von Biokraftstoffen und trägt so zur Förderung nachhaltiger Energielösungen bei. Die Vielseitigkeit und Präzision der RFA unterstreichen ihr bedeutendes Potenzial für die Förderung von Innovationen im Bereich der sauberen Energie.

Dirk Wissmann

Analyse von Proben mit linienreichen Spektren – Beispiel: Erze der seltenen Erden

In den letzten Jahren gab es im Bereich der energiedispersiven RFA signifikante Fortschritte im Bereich der Komponenten der Geräte. Diese führen aber nicht automatisch zu einer höheren Genauigkeit der Analyse. Insbesondere bei der Untersuchung von Proben mit linienreichen Spektren kann eine verbesserte Spektrenentfaltung eine höhere Genauigkeit ermöglichen. Eine dieser Anwendungen ist die Analyse von Erzen der seltenen Erden.

Yasemin Oguz, Katharina Herold, Tobias Gantenberg, Jürgen Schram

Der Staub der Jahrhunderte – der Staub antiquarischer Bücher wird gelesen

Die Kenntnis der Umweltgeschichte erst ermöglicht dem Naturwissenschaftler valide Aussagen über zukünftige Entwicklungen in den Umweltkompartimenten zu tätigen. Nur eine Extrapolation von der Vergangenheit in das Morgen mit möglichst kleinem Fehler bzw. hoher Wahrscheinlichkeit grenzt so Wissenschaft von Wahrsagerei oder Verschwörung ab. Daher ist es wichtig immer mehr Daten über historischen Umweltbedingungen zu erlangen. Der Weg dazu kann allerdings meist nur sehr indirekt erfolgen.

Staub ist ein konstanter Begleiter in unserer Umwelt. In Innenräumen wird er durch Möbel, Textilien, aber auch durch unsere diversen menschlichen Aktivitäten bedingt. Diese Tatsache gilt nicht nur heutzutage, sondern ist in allen Epochen unserer menschlichen Existenz gültig.

Staub sammelnde Objekte sammeln damit auch in dem Staub Informationen über Räume, in denen sie gelagert wurden und somit auch über die in ihnen stattfindenden Prozesse und die dort vollzogenen menschlichen Aktivitäten.

Im hier vorgestellten Projekt wurden Staubproben antiquarischer Bücher beprobt und mit der TXRF auf ihre Elementarzusammensetzung hin analysiert.

Dabei wurde zum Einen der Staub auf den jeweiligen Buchschnitten analysiert. Dieser liefert die obengenannten Informationen über die Bibliotheken und (langandauernden) Lagerorte der Bücher. Der Staub im Inneren der antiquarischen Bücher jedoch, gesammelt von der Oberfläche von Seiten, die als historisch häufig aufgeschlagen erkennbar sind, ist Informationsquelle für die Räume, in denen die Bücher historisch genutzt bzw. gelesen wurden. Beide weisen signifikante Unterschiede auf, deren Interpretation erst am Anfang steht.

Sebastian Praetz

Can laboratory-based XAFS compete with XRD and Moessbauer spectroscopy as a tool for quantitative species analysis?

Während die Röntgenbeugung (XRD) eine gängige Methode für die Quantifizierungsanalyse mittels Rietveld-Verfeinerung ist und die quantitative Mössbauer-Spektroskopie sporadisch vor allem für die Eisenspezifizierung eingesetzt wird, wird die Labor-Röntgenabsorptions-Feinstrukturspektroskopie (Labor-XAFS) nur selten für die quantitative Bestimmung von Probenzusammensetzungen verwendet. Mit den jüngsten Entwicklungen von laborgestützten XAFS-Spektrometern wird diese Methode für viele Anwendungen und auch für die Quantifizierung immer interessanter. In diesem Vortrag wollen wir die quantitative Labor-XAFS mittels Linear Combination Fitting (LCF) von Referenzspektren mit der quantitativen XRD- und Mössbauer-Spektroskopie zur Bestimmung der Eisenspezies in einem Eisenoxidmineral vergleichen. Für die Eisen-K-Kanten-Labor-XAFS-Messung wurde ein röntgenröhrenbasiertes Spektrometer mit der von Hamos-Geometrie und einer Mosaikkristall-Optik aus hoch erhitzten pyrolytischem Graphit (HAPG) verwendet. Die Möglichkeiten und Herausforderungen der einzelnen Methoden werden vorgestellt. Während die quantitativen Ergebnisse der Labor-XAFS gut mit den XRD-Ergebnissen übereinstimmen, weicht die mit der Mössbauer-Spektroskopie bestimmte Zusammensetzung deutlich von den Labor-XAFS- und XRD-Ergebnissen ab. Im vorliegenden Fall zeigen die Ergebnisse also, dass die quantitative Labor-XAFS mit der quantitativen XRD konkurrieren kann, wenn es um die Bestimmung der Spezieszusammensetzung eines Elements geht, und sich Labor-XAFS immer mehr für die Routineanalytik eignet.

Tobias Gantenberg, Matthias Cerullo, Erik Hafner, Jürgen Schram

Luftgetragene Schadstoffe mit TXRF und Raman-Spektroskopie

Die meisten konventionellen Methoden zur Feinstaub-Probenahme befassen sich primär mit den Mengen an Feinstaub bestimmter aerodynamischer Partikeldurchmesser in der Luft. Dabei wird meist von sogenannten PM10- und PM2.5-Werten ($< 10 \mu\text{m}$ und $< 2,5 \mu\text{m}$) gesprochen. Die potentielle Toxizität hängt jedoch nicht ausschließlich von der Partikelgröße ab, sondern auch von der chemischen Zusammensetzung der Feinstaubfraktionen.

Das Ziel dieses Projekts ist die Entwicklung einer Methode zur vollständigen quali- und quantitativen Analyse und Klassifizierung von Feinstaub und luftgetragenen Mikrofasern. Die Probenahme und anschließende Analytik sollen schnell und einfach durchführbar sein und dabei auf Aufschlüsse verzichten.

Für die Probenahme wurde ein vierstufiger Kaskadenimpaktor entworfen und anschließend mit einem Filament-3D-Drucker gefertigt. Dieser neu entwickelte, modulare Impaktoraufbau ermöglicht es, die Partikel direkt auf Quarz-Probenträgern für die TXRF (Totalreflexions-Röntgenfluoreszenzanalyse) zu sammeln. Ein vorgeschalteter Drahtgewebefilter sammelt gröbere Partikel und Fasern. Nach der Probenahme kann der Feinstaub ohne weitere Probenvorbereitung direkt mittels TXRF auf seine elementaren Bestandteile untersucht werden. Die Quantifizierung stellt dabei eine besondere Herausforderung dar.

Die Probenträger und Filter können zusätzlich mit einem Raman-Mikroskop auf anorganische Spezies, Kunststoffe oder andere organische Bestandteile untersucht werden.

Messungen haben gezeigt, dass sowohl die Größenseparation im Impaktor als auch die Messungen mittels TXRF und Raman-Spektroskopie gute Ergebnisse erzielen und mit öffentlichen Messstellen vergleichbar sind.

Pol De Pape, Annette Sans, Carmen Kaiser-Bruegmann, Shohei Uemura

Quantitative Analyse von Metallbeschichtungen mit wellenlängendispersiver RFA

Die wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz wurde ursprünglich zur Charakterisierung und Analyse von Materialien entwickelt. Dank der Entwicklung und Implementierung neuer Technologien haben wir heute eine neue Generation dieser Analysesysteme.

Heutzutage gibt es ein breites Spektrum von Anwendungen mit einer Vielzahl von Röntgenspektrometern, die Ergebnisse mithilfe hochentwickelter Software „kalkulieren“. Ein wichtiges Beispiel ist die Analyse dünner Filme oder Schichten auf unterschiedlichen von Substraten. Die Schichten können aus organischen oder anorganischen Materialien bestehen. Der Schwerpunkt dieser Präsentation liegt auf metallischen Schichten auf metallischen Substraten.

Metallbeschichtungen sind aus unserem Alltag nicht mehr wegzudenken, sei es in Haushaltsmaterialien, Schmuck, Fahrzeugen, Bau- oder Elektronikartikeln. Diese Beschichtungen müssen auf entsprechende Qualität geprüft werden. Röntgenspektroskopie ist aufgrund ihrer hochenergetischen Strahlung ein ideales Werkzeug zur Definition und Kontrolle der notwendigen Qualitätsparameter, zu denen auch die Filmdicke gehört. Anhand einiger Beispiele wird der Nutzen von WD-XRF für die Analyse von Metallbeschichtungen erläutert.

Daniel Sachtler, Alexander Komelkov, Mehtap Eyrik

Advanced sample preparation for ferrochrome analysis with innovative developments in fusion instrumentation.

As ferrochrome is subject to massive price fluctuations and trade volumes are rather large, an accurate determination of the Cr content is crucial. Due to particle size effects but especially mineralogical / metallurgical effects, sample preparation as loose powder or pressed pellet is not feasible with regards to achievable accuracy. For this reason, sample preparation as fused bead is the method of choice, but fusion of ferrochrome is challenging. Solvability is difficult and next to complex oxidization steps the material tends to attack Platinum ware. The new FORJ fusion instrument can help to improve both the analytical accuracy and sample throughput. Varying quality of raw materials can be handled with one fusion recipe only resulting in high sample throughput. Both the calibration error as well as the reproducibility of the beads are meeting the high demands of this challenging application.

Dirk Töwe

Induktionsbeheizte Schmelzaufschlussanlagen: Die einfache Methode, Proben zu oxidieren

Die Lösung von Feststoffen durch Aufschluss umfasst Reaktionen, die das ursprüngliche Material umwandeln und Lösungen oder Tabletten herstellen. Eine Probe (Zement, Gestein, Keramik...) wird mit einem Flussmittel gemischt und auf 800 °C bis 1100 °C erhitzt. Die Verarbeitung von Metallen, Legierungen etc., welche nicht ohne Oxidation verarbeitet werden können, stellt jedoch eine Herausforderung dar: Nicht oxidierte Partikel reagieren mit Platin und zersetzen die Tiegelstruktur. Die von uns vorgestellten Oxidationstechniken sind benutzerfreundlich, sicher und lassen sich einfach an das Schmelzverfahren anpassen.

Herkömmliche Aufschlussmethoden sind mühsam und zeitaufwendig. Außerdem erfordert der Säureaufschluss zahlreiche Handhabungen mit konzentrierten Säuren wie explosiver Perchlorsäure

(HClO₄) oder hochgefährlicher Flusssäure (HF). Eine Schmelzmethode mit Lithiumboraten (LiBO₂ bzw. Li₂B₄O₇) ermöglicht jedoch die Verwendung hocheffizienter fester Oxidationsmittel mit geringer Gefährdung und sehr kurzen Reaktionszeiten. Herkömmliche feste Oxidationsmittel (LiNO₃, NaNO₃, Sr(NO₃)₂, Li₂CO₃, Na₂CO₃, KIO₃, Li₂O₂, V₂O₅ usw.) können nicht nur für relativ leicht zu oxidierende Materialien, sondern auch für Metalle und Legierungen verwendet werden.

Die Verwendung fester Oxidationsmittel erfordert einen Zwischenschritt bei mittlerer oder auch hoher Temperatur. Jedes einzelne hat aktive oxidierende Eigenschaften in einem konkreten Temperaturbereich. Die Aktivierungstemperaturen hängen von Faktoren ab, wie z. B. der Art und Konzentration der Matrix des Oxidationsmittels, der Art der Probe und ihrer Partikelgröße etc.

Der Induktionsfluxer FX kann die Tiegeltemperatur mit hoher Präzision ($\pm 0,5$ °C) steuern und den Oxidationsprozess an jede Probe optimal anpassen. Es können Heizprozesse mit einer festgelegten Rampe durchgeführt werden, was eine kontrollierte Oxidation und effektive Auflösung der gebildeten Oxide sicherstellt. Die Energieeinsparung ist erheblich, da Tiegel ausschließlich während der Schmelzvorgänge erhitzt werden. Jedes Oxidationsmittel hat eine andere "Oxidationstemperatur". Der Induktionsfluxer FX kann die Temperatur prompt an jedes Verfahren anpassen. Der Erhitzungsprozess kann so schnell/langsam oder so niedrig/hoch wie nötig sein (z. B. 5-Minuten-Programm für Zement-Tabletten plus Kühlung; 8-Minuten-Programm für Ferrolegierungen plus Kühlung).

Die induktionsbeheizte Schmelzaufschlussanlage gewährleistet schnelle, präzise und reproduzierbare Ergebnisse. Sie vereinfacht erheblich den Schmelzprozess, erhöht deutlich die Produktivität und verringert die Unsicherheit der folgenden Analyseergebnisse, unabhängig ob sie durch ICP-OES oder RFA bestimmt werden.

Maryam Beig Mohamadi, Michael Molderings

The rise of 3D printing in metal manufacturing and the importance of quality control

Metal Additive Manufacturing, also known as Metal 3D Printing, has transformed the manufacturing industry by enabling the effortless creation of intricate shapes with precise tolerances. Methods such as Direct Metal Laser Sintering (DMLS) and Electron Beam Melting (EBM) have empowered product engineers to design complex components that were previously unfeasible or prohibitively expensive to produce using conventional subtractive techniques.

Nonetheless, the metal additive manufacturing sector faces several challenges. Quality Assurance (QA) is a vital but difficult step in 3D printing, particularly for metal 3D printing used in high-performance industrial applications. One of the main challenges is guaranteeing the quality of the

materials used, as material qualification is made complex by the need to preserve the purity of metal powders. Contamination can happen during the printing process, storage, transportation, and handling, and can modify the properties of the final part. Several solutions exist to detect contamination in metal powders, such as Optical Emission Spectroscopy and X-ray Computed Tomography (CT) scanning, which can provide engineers with detailed data on powder chemistry or microstructure to verify its suitability for production.

Optical Emission Spectroscopy (OES) is a solution for determining the chemical composition of 3D printed parts. This established technique for elemental analysis has been employed for many years in the metallurgical industry for continuous quality control in metal processing, including the analysis of scrap metals, incoming materials, melting process control, and outgoing goods. OES has now been adapted to enable the analysis of low carbon steels, monitor nitrogen content in steel and iron casting processes, and identify other trace elements in 3D-printed metal parts. It delivers reliable results for the most critical alloying elements.

Nele Kretzer, Tobias Grimm, Jan T. Sehr

Entwicklung eines RFA-Kalibrierprobensatzes für Metallpulver der additiven Fertigung: Herausforderungen bei der Fertigung

Zwei etablierte additive Fertigungsverfahren für die direkte Herstellung metallischer Bauteile sind das pulverbettbasierte Metallschmelzen mittels Laserstrahl (PowderBedFusion-LaserBeam/Metal (PBF-LB/M)) und das pulverbettbasierte Metallschmelzen mittels Elektronenstrahl (PowderBedFusion-ElectronBeam/Metal (PBF-EB/M)). Bei diesen Verfahren erfolgt das Aufschmelzen und die anschließende Verfestigung von metallischem Pulvermaterial selektiv und schichtweise mit Hilfe eines fokussierten Laser- bzw. Elektronenstrahls. Die Prozessführung beim PBF-LB/M ist maßgeblich beeinflusst durch Größen wie die Laserleistung, die Belichtungsgeschwindigkeit, den Spuraabstand sowie der Schichtdicke. Diese treffen weitestgehend ebenfalls auf das PBF-EB/M-Verfahren zu. Hierbei unterscheidet sich die Energiequelle und damit einhergehend vor allem die Strahl-Stoff-Interaktion, aber auch die hier zwingend notwendige Vorheizung zur Vermeidung des Pulververblasens sowie die Prozessatmosphäre. Durch die hohen Prozesstemperaturen und das Hochvakuum im PBF-EB/M sind parameterabhängige Schwankungen der chemischen Zusammensetzung im Vergleich von Ausgangsmaterial zu gefertigtem Bauteil feststellbar, verursacht durch verdampfungsaffine Legierungselemente. Dies macht die chemische Zusammensetzung zu einer wesentlichen Einflussgröße zur Feststellung der Qualität eines additiv gefertigten Bauteils. Weder in der Industrie noch im Bereich der Forschung

existiert derzeit ein standardisiertes Verfahren zur Bestimmung geeigneter Prozessparameter auf Grundlage der chemischen Zusammensetzung. Ziel des Projektes war daher die Quantifizierung der Kausalität zwischen der elementaren Zusammensetzung des Ausgangsmaterials und des gefertigten Bauteils sowie damit einhergehend die Herstellung von Referenzproben aus Metallpulvern. Exemplarisch kamen für die Versuchsreihen die Pulvermaterialien Edelstahl (1.4404), Werkzeugstahl (1.2709) und eine Aluminiumlegierung (3.2382) zum Einsatz.

Rainer Schramm

Entwicklung eines RFA-Kalibrierprobensatzes für Metallpulver der additiven Fertigung: Beschreibung der Analytik der Pulver und gedruckten Ronden

Ein Ziel des ZIM-geförderten Projekts ist die Herstellung eines Kalibriersatzes für die Röntgenfluoreszenz, speziell für tragbare Röntgenfluoreszenzgeräte. Dafür war es wichtig zu untersuchen, welche Art der Probenvorbereitung für den Einsatz in der Routine geeignet erscheint.

Zur Herstellung von Standardproben spielt die Homogenität des Pulvers eine entscheidende Rolle. Auch der Einfluss der Partikelgröße, die sich bei den Pulvern je nach Einsatz des Druckverfahrens unterscheidet, wird in dieser Studie untersucht.

Bei den gedruckten Ronden wird untersucht, welchen Einfluss die Druckrichtung auf die Homogenität hat und wie sich die Homogenität insgesamt bei den gedruckten Werkstücken darstellt.

Um eine rückführbare Analytik gewährleisten zu können, wurde ein Schmelzverfahren entwickelt, welches die Analyse der Metallpulver auf Basis von Schmelzaufschluss ermöglicht.

Letztendlich spielt es auch eine Rolle, inwieweit die Materialien innerhalb ihrer Materialspezifikationen variieren und sich damit für die Erstellung einer Kalibrierung eignen.

Adrian Fiege, Kai Behrens, Frank Portala

Neue Anwendungen für die RFA mittels neuer Detektoren

Siliziumdriftdetektoren (SDDs) haben die Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) revolutioniert und ihre Möglichkeiten erheblich verbessert. SDDs bieten im Vergleich zu herkömmlichen Detektoren eine bessere Auflösung, schnellere Reaktionszeiten und einen größeren Dynamikbereich. Das fortschrittliche Design der SDDs ermöglicht eine präzisere Identifizierung und Quantifizierung von Elementen in der RFA-Analyse. Darüber hinaus ermöglichen die hohen Zählraten der SDDs eine schnelle Datenerfassung ohne Beeinträchtigung der spektralen Qualität, wodurch präzisere at-line-Prozesskontrollen ermöglicht werden.

Von diesen Errungenschaften profitieren nicht nur Energie-Dispersive Spektrometer (ED-RFA), die insbesondere auf die stark verbesserte spektrale Auflösung angewiesen sind, sondern mittlerweile auch Wellenlängen-Dispersive (WD-RFA) Geräte. Letztere erzielen mittels SDDs bisher unerreichte lineare Zählraten. Diese Fortschritte in der SDD-Technologie ebnen den Weg für neue Anwendungen und Möglichkeiten in der RFA.

Steffen Pahlke

KETEK Silizium-Drift-Detektoren (SDD) – Aktuelle Entwicklungen in den Bereichen SDD und Elektronik

KETEK aus München ist langjähriger Marktführer für Silizium-Drift-Detektoren (SDDs) und bietet neben den SDD-Modulen auch ein komplettes Elektronik-Portfolio für den Betrieb der Detektoren in unzähligen Anwendungsbereichen der Röntgenfluoreszenzspektroskopie an. Wir stellen aktuelle Entwicklungen in den Bereichen SDDs und der Signalverarbeitung vor. Dazu gehören die mittlerweile 3. Generation unserer sehr erfolgreichen OEM-Modulserie VIAMP, ein neues Vierkanal-Modul, das großflächige VIAMP-CPC als Proportionalrohrersatz, das brandneue Komplettsystem AXAS 3.0 sowie die neueste Generation von KETEKs Digitalem Puls Prozessor DPP 3.0, der mit einer drastisch reduzierten Peakingzeit deutlich höhere Zählraten ermöglicht.

Lukas Ostendorf

Multivariate Auswertung von μ -RFA-Mappings

Die Euro-6-Norm, die am 01.09.2024 für Neufahrzeuge in Kraft tritt, fordert insbesondere in Bezug auf Feinstaub reduzierte PKW-Emissionen. Ein besonders relevanter Anteil der Feinstaubemissionen geht auf die verschleißenden Bauteile der Autobremsten zurück.

An der Reibfläche von Bremsscheibe und Bremsbelag bildet sich unter Verschleiß ein Tribofilm, der die Wirkung der Bremse bestimmt. Die systematische Analyse von Prozessen in Tribofilmen ist aufgrund der Fülle an Stellschrauben (Rohstoffe, Reibpartner, Reibungsparameter) eine Herausforderung, so dass die aktuelle Bremsbelagsentwicklung von Trial & Error dominiert wird. Für die zielgerichtete Entwicklung verschleißärmerer Bremsbeläge ist das Wissen um die Prozesse im Tribofilm notwendig. Eine mögliche Analyseverfahren ist die orts aufgelöste RFA (μ -RFA), die nicht nur bunte Verteilungsbilder, sondern vor allem Spektren eines jeden einzelnen Messpunktes liefert. In diesem Vortrag wird eine Methode zur multivariaten Analyse von μ -RFA-Mappings am Beispiel eines Tribofilms vorgestellt. Die erarbeiteten Elementverteilungen und deren Korrelation sollen zukünftig eine zielgerichtete Bremsbelagsentwicklung unterstützen.

Frank Förste, Felix Möller, Ionna Mantouvalou

Neural Network for the quantification of laboratory confocal micro X-ray fluorescence measurements

Die konfokale Mikro-Röntgenfluoreszenzanalyse (CMXRF) bietet die zerstörungsfreie qualitative und quantitative Analyse dreidimensionaler Elementverteilungen mit Mikrometerauflösung. Diese ist sowohl für homogene als auch heterogene Proben in vielen Forschungs- und Industriebereichen von hohem Interesse. Die etablierte quantitative Analyse beruht auf fundamentalparameterbasierten Algorithmen. Diese sind komplex, erfordern eine aufwendige Charakterisierung des verwendeten Spektrometers, ein tiefes fundamentales Verständnis der Methode und sind umfassend zeitintensiv.

In diesem Vortrag stellen wir die Entwicklung einer quantitativen Methode für homogene Probensysteme basierend auf Modellen des maschinellen Lernens vor, welche die Herausforderungen der etablierten Analysemethoden überwinden soll. Sie soll also unkompliziert, einfach anwendbar, robust, zuverlässig und schnell sein. Eine ausreichende Datenaufnahme, welche wesentlich für das Training eines neuronalen Netzwerkes ist, ist aufgrund der limitierten Anzahl an Probensystemen und dem enormen zeitlichen Aufwand experimentell nicht möglich. Simulationen sind daher unabdingbar. Folglich wird die Generierung synthetischer Probensysteme eingeführt und diskutiert. Zudem wird die erstmalige Entwicklung einer Methode zur Simulation von spektralen CMXRF Datensätzen eingeführt und erste Ergebnisse der Quantifizierungsmethode an homogenen Referenzmaterialien diskutiert. Die vorgestellte Arbeit leistet einen wichtigen Beitrag für die breitere Etablierung der CMXRF für die routinemäßige Anwendung zur Elementanalyse. Die Integration von maschinellem Lernen, Probengenerierung und Datensimulation bietet einen umfassenden Ansatz zur Verbesserung der Robustheit, Genauigkeit, Zuverlässigkeit und Geschwindigkeit der CMXRF Quantifizierung.

Martin Tilleman, Thomas Asam

Vom Lastenheft zum Pflichtenheft – Funkenspektrometer optimal beschreiben

Ist weniger wirklich mehr?

Ob mobiles Spektrometer, stationäres „high-end“ Laborspektrometer oder Tischgerät, wenn es um die Anschaffung oder Ersatzbeschaffung geht, stellt sich häufig die Frage, wie das neue System beschrieben werden muss.

Die Anwendung des Spektrometers ist schnell skizziert. Wenn es dann aber um die konkreten Leistungsspezifikationen geht, treten nicht selten Fragezeichen auf.

Der Ansatz „so wenig wie möglich, so viel wie nötig“ ist zwar pragmatisch, jedoch wird er in der

Praxis oftmals nicht umgesetzt. Welche Eckpunkte sind wichtig?

Welcher Anwender kann die Anforderungen korrekt beschreiben?

Der Vortrag soll die wichtigen Kriterien beleuchten und anhand von Praxisbeispielen die unterschiedlichen Perspektiven von Anwender und Hersteller deutlich machen.

Sergio L. Trujillo Barea

Automation for OES and XRF

An increasing number of labs are integrating automated systems in their control processes. This ensures the repeatability and accuracy of the process and optimized speed. Even considering the changes required in the lab and a big investment, an automated lab brings an extremely fast Return on Investment. Thermo Fisher has been pioneer in automated OE and XRF instruments by using cutting edge technology and a list of accessories and options that suit most customer demands. The presentation will focus on presenting the latest improvements as well as some success cases.

Get-Together 29. Anwendertreffen

Traditionell treffen wir uns in lockerer Runde „zum Klönen“ in einer Steinfurter Lokalität. Sie möchten auch kommen? Dann melden Sie sich bitte an der Anmeldung, damit wir dem Restaurant die Teilnehmerzahl mitteilen können.

Save the Date

Das **30. (!)** Anwendertreffen planen wir für den **25. und 26. Februar 2025** wieder auf dem Technologie-Campus Steinfurt.

Das Anwendertreffen lebt von Ihren Beiträgen, die Sie bitte bis Anfang Dezember 2024 unter awt@fh-muenster.de oder online unter www.fh-muenster.de/ia anmelden.

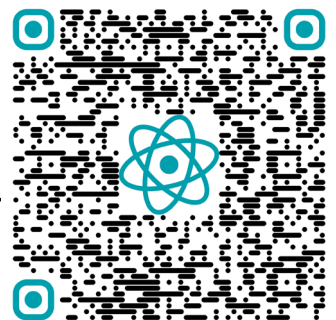
Röntgenfluoreszenzspektroskopie – das Seminar

In Zusammenarbeit mit Kollegen von der TU Berlin, AK Prof. Dr. B. Kanngiesser, führen wir seit 2013 eine Weiterbildungsveranstaltung zur Röntgenspektroskopie durch. Die Veranstaltung lehnt sich an die von Prof. Dr. A. Janßen ins Leben gerufene RFA-Fortbildung an der Technischen Akademie an.

In Vorträgen, Übungen und Diskussionen werden die physikalischen Grundlagen der RFA, die Gerätetechnik sowie die Probenpräparation und die Durchführung von Messungen auf Basis von empirischen und FP-Modellen vorgestellt und erläutert.

Jeder Teilnehmer erhält die ausführlichen Unterlagen sowie ein Teilnahmezertifikat.

Das nächste Seminar findet am 24. -26. September 2024 statt – der dritte Tag ist optional buchbar.



Anfahrt Technologie-Campus Steinfurt – Hörsaalgebäude S

Campus Steinfurt (CST)
Stegerwaldstraße 39, 48565 Steinfurt
Ausweichparkplatz ab Oktober 2023

