



SCHOTT/Nicola O'Sullivan

Thomas Gottschau
Lebach

Fortschritt durch Analysen

Bei der **Qualitätssicherung** und der Entwicklung neuer Produkte setzt SCHOTT auf modernste Analysemethoden. Sie sind im AMS (Analytik Messtechnik Service) des Bereichs **Forschung & Technologieentwicklung** gebündelt.

► Klassische nasschemische Analyseverfahren ermöglichen die zuverlässige Bestimmung der Haupt-, Neben- und Spurenbestandteile in Gläsern, Glaskeramiken und Rohstoffen. Da die festen Prüfproben zunächst zerkleinert, dann gemahlen, gesiebt und schließlich mit Säuren oder alkalischen Schmelzen aufgeschlossen werden müssen, sind diese Prüfmethode aufwändig, zeit- und kostenintensiv. Treten Störungen durch weitere Matrixelemente bei der Bestimmung auf oder sind die Elementkonzentrationen für den Nachweis zu gering, sind zusätzliche Trennungs- und Anreicherungs-schritte nötig.

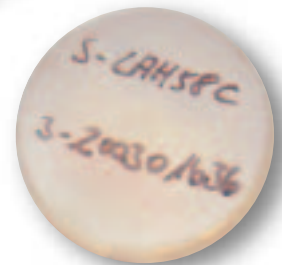
Eine Alternative zur klassischen Nasschemie bieten moderne, festkörperanalytische Verfahren. Sie ermöglichen die schnelle Bestimmung der Zusammensetzung von Gläsern.

Glas-Standards unverzichtbar

Vorreiter auf dem Gebiet der Festkörpermethoden ist die Röntgen-Fluoreszenz-Analytik (RFA, engl. XRF). Sie zählt bei SCHOTT seit über 30 Jahren zur Routineanalytik. Unverzichtbar für die quantitative Bestimmung der Elementkonzentrationen sind Standardmaterialien, in denen die Elementkonzentrationen exakt bestimmt sind. Da käufliche Zusammensetzungen nur selten

SCHOTT Spezialgläsern entsprechen, entwickelt das Unternehmen im eigenen Werk spezifische Glas-Standards, die in Mainz mittels der klassischen Nasschemie exakt analysiert werden. „Dank konsequenter Archivierung von Glasproben und deren Ergebnissen besitzen wir eine umfangreiche Datenbank, mit der wir selbst exotische Gläser bestimmen können“, erklärt Lothar Meckel, Leiter der Chemischen Analytik. Die Probenvorbereitung ist einfach: Aus den Proben werden Messkörper herausgebohrt und die Oberfläche geschliffen und poliert. Bereits kurze Zeit nach Probeneingang liegen dann die Ergebnisse vor. Die Richtigkeit und Genauigkeit der Messergebnisse sind

Nahezu 150 Glasproben fasst das Röntgenfluoreszenz-Spektrometer (XRF) zur Bestimmung ihrer Haupt-/Nebenbestandteile.



Röntgen-Fluoreszenz-Analytik

Die Funktionsweise der RFA bzw. XRF: Hochenergetische Röntgenstrahlen schlagen in den Glasproben Photoelektronen aus den inneren Schalen der Atome. Diese Elektronen hinterlassen dabei instabile Leerstellen. Elektronen aus den äußeren Schalen, die ein höheres Energieniveau haben, füllen diese Lücken wieder auf. Dabei wird die überschüssige Energie in Form von Sekundär-Röntgenphotonen freigesetzt. Die sekundäre Röntgenfluoreszenzstrahlung wird durch Beugung an Kristallen spektral zerlegt. Die Wellenlängen dieser Strahlung sind für die vorhandenen Elemente der Probe und deren Ordnungszahl charakteristisch. Die Intensität der Strahlung ist proportional der Elementkonzentration der Probe.

mit denen der Nasschemie vergleichbar. Der messbare Konzentrationsbereich der RFA bzw. XRF erstreckt sich bis in den Bereich von 50 mg/kg.

An ihre Grenzen stößt diese Methode allerdings bei leichten Elementen. Diese lassen sich entweder gar nicht oder nicht mit der notwendigen Präzision bestimmen. Ebenfalls problematisch sind Glaspulver oder Materialien, aus denen sich nicht immer geeignete Prüfkörper erstellen lassen.

Nachweisstark und schnell

Ergänzend zur Bestimmung von Nebenbestandteilen, Spuren und Ultraspuren kann die Laser-Ablations-Induktiv-gekoppelte Plasma-Massenspektrometrie (LA-ICP-MS) eingesetzt werden.

Auch diese Methode benötigt gut analysierte Standardmaterialien, die zuvor mit der klassischen Nasschemie charakterisiert werden müssen. Die entscheidenden Vorteile der LA-ICP-MS: Sie ist nachweisstark (bis 50 µg/kg), schnell und selbst kleinste Glaspulver können ohne größere Vorbereitungen analysiert werden.

Mit der Kombination aus XRF und LA-ICP-MS bestimmt SCHOTT alle Elemente im relevanten Konzentrationsbereich in Gläsern, Glaskeramiken und anderen Materialien. „Bei der Qualitätssicherung und bei der Entwicklung neuer Produkte leisten diese Methoden einen wesentlichen Beitrag – zum Vorteil aller Kunden“, betont Lothar Meckel. ◀

SCHOTT/Nicola O'Sullivan

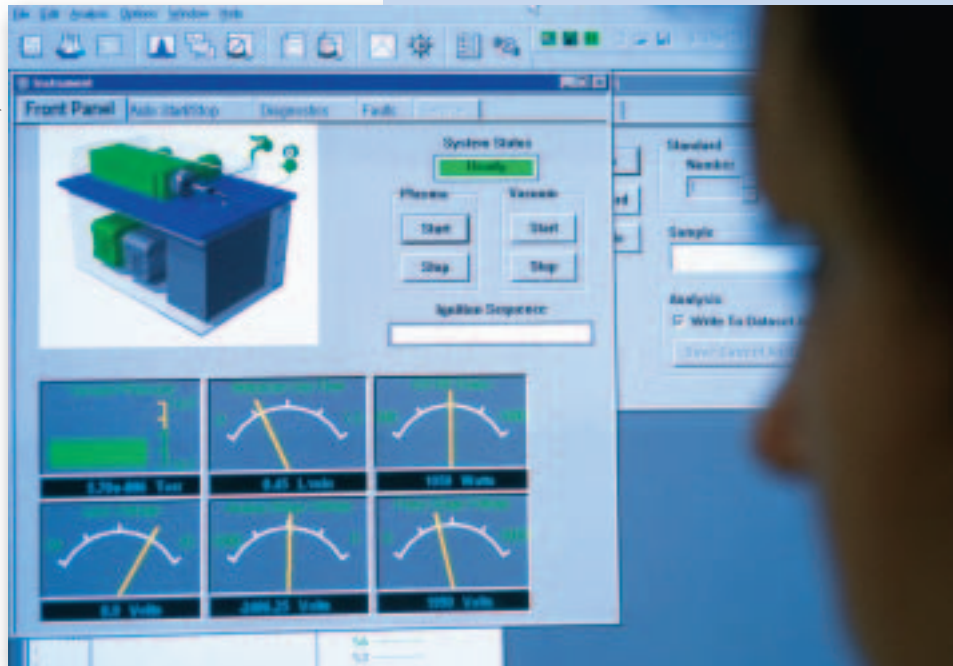


Unverzichtbar ist die klassische „Nasschemie“: Probenmessung mit der Optischen Emissions-Spektroskopie (ICP-OES).

Laser-Ablations-Induktiv-gekoppelte Plasma-Massenspektrometrie

Bei dieser Methode wird mittels eines Lasers Material aus einer Glasprobe abgetragen. Mit einem Inertgas wird das Probenmaterial in ein Argon-Plasma überführt. Bei Temperaturen von etwa 7.000 Grad Kelvin werden positiv geladene Ionen der Elemente erzeugt und massenspektrometrisch getrennt und detektiert.

SCHOTT/Nicola O'Sullivan



Schnelle Methode zur Analyse der Nebenbestandteile, Spuren und Ultraspuren mit der Laser-ICP/MS.