

Laborvergleich EDS 2025 (LV25)

Editor

Florian Fontein
(Applikationsspezialist)

nano*A*lytics

Heisenbergstraße 11
48149 Münster
HRB 6051,
Amtsgericht Münster

fon: 0251.394910.03
fax: 0251.394910.99
info@nanoanalytics.de
www.nanoanalytics.de

Geschäftsführung:
Dr. Boris Anczykowski
Dr. Andreas Schäfer

Zielsetzung

Dieser Laborvergleich soll den Teilnehmern ermöglichen, die Ergebnisse ihrer EDX-Systeme miteinander zu vergleichen. Dadurch wird hauptsächlich eine Selbsteinschätzung hinsichtlich des Geräts und/oder des Operators möglich. Zudem können die Teilnehmer gegenüber Dritten, z. B. im Rahmen einer Zertifizierung oder Akkreditierung nach ISO 9001 oder 17025 belegen, dass sie sich um die Validierung, Prüfmittelüberwachung usw. kümmern. Die Probe bleibt im Besitz des Teilnehmers, so dass er eine langlebige, sehr genau untersuchte Probe im Labor behält.

Zusammenfassung

Die Analyse der diesjährigen Probe hat wieder sehr gut funktioniert. Die diesjährigen Ergebnisse sind in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen, die im Laborvergleich 2013 erzielt wurden.

Probenmaterial und Präparation

Jedem Teilnehmer wurde ein kleines Stück eines Blechs zugeschickt, das aus einem einzigen größeren Blech geschnitten wurde. Eine Seite des Blechs wurde vor dem Zerteilen mit feinem Siliziumcarbid-Schleifpapier händisch poliert, während die andere Seite mit grobem Siliziumcarbid-Schleifpapier aufgeraut wurde. Die Teilnehmer konnten somit die zwei Seiten unterscheiden. Es handelte sich um das gleiche Ausgangsmaterial wie bei der Probe des Laborvergleichs 2013 und besteht aus dem Werkstoff 2.4819¹.

Aufgabe

Die Aufgabe für die Teilnehmer lautete, die unbekannte Zusammensetzung der glatteren Seite des Blechs zu bestimmen, also sowohl die darin enthaltenen Elemente anzugeben als auch deren Massegehalt. Die Wahl der Analyseparameter wie z. B. Beschleunigungsspannung und Messzeit wurde den Teilnehmern überlassen.

Neben den Elementen und deren Konzentration wurden noch bestimmte Angaben zum verwendeten EDX-System und den Messbedingungen erfragt. Jeder Teilnehmer sollte genau **ein** auf 100% normiertes Ergebnis über ein Formular auf unserer Website übermitteln, egal, ob es sich tatsächlich um eine einzige Messung handelte oder um einen Mittelwert aus mehreren Messungen. Allerdings konnten Teilnehmer mehrere Teilnehmernummern erhalten und dadurch Messdaten von verschiedenen Geräten oder Operateuren im selben Betrieb getrennt einreichen.

Darstellung der wichtigsten Ergebnisse

Es liegen insgesamt 85 Analyseergebnisse vor, davon 80 ‚klassische‘ EDX- und 5 (μ)RFA-Ergebnisse, die wegen der gleichen Detektortechnologie zusammengefasst werden.

¹ weitere Bezeichnungen: Alloy C276, NiMo16Cr15W, NiMo16Cr15Fe6W4, UNS N 10276 oder Nicrofer® 5716hMoW

Qualitative Elementidentifikation

Im Diagramm 1 sind die Häufigkeiten aller Elementnennungen dargestellt. Mit blauen Balken die der Gesamtheit aller Daten und mit roten die der ausreißerbereinigten² Daten.

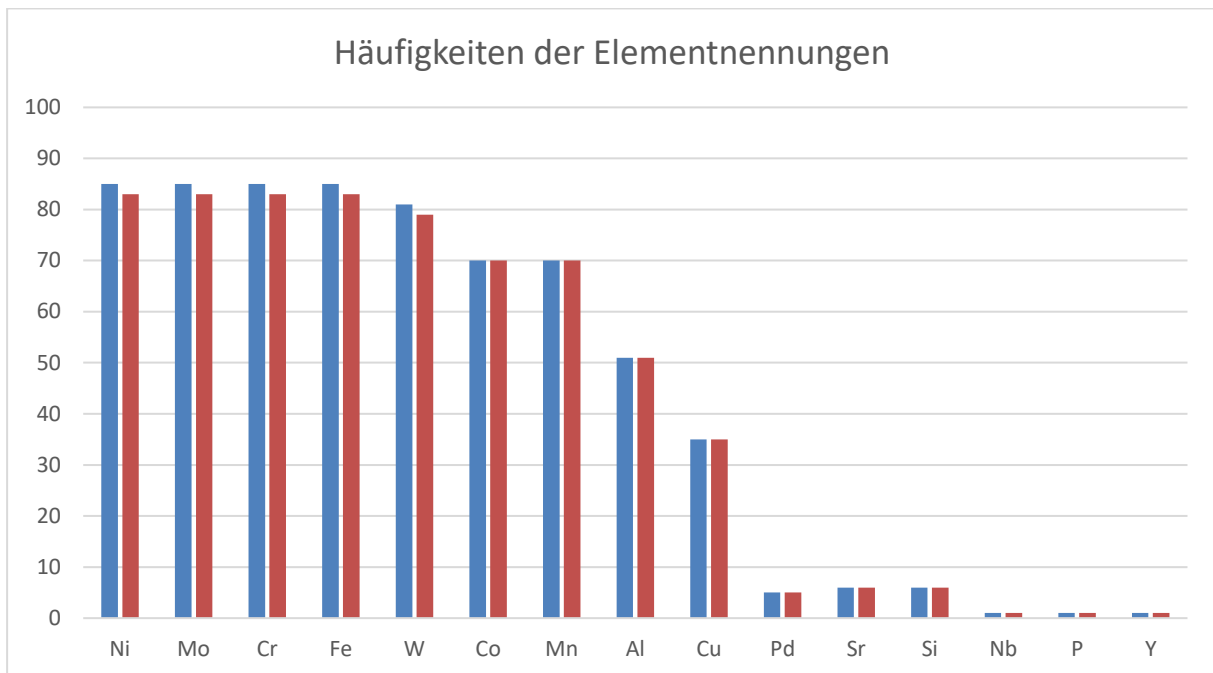


Diagramm 1 – Häufigkeiten der Elementnennungen

Die drei Hauptelemente sowie Eisen wurden von allen Teilnehmern gefunden. Bei vier Teilnehmern fehlen Angaben zu Wolfram. In drei Fällen wurde es fälschlicherweise als Strontium bzw. Silizium identifiziert, im vierten Fall merkt der Teilnehmer an, zwar Wolfram identifiziert zu haben, dieses aber nicht quantifizieren zu können.

² Die Durchführung des Ausreißertests nach GRUBBS wird auf Seite 8 näher beschrieben.

Quantitative Elementkonzentrationen³

Die quantitativen Angaben aller Teilnehmer wurden zunächst einem Ausreißertest nach GRUBBS unterzogen⁴.

Die Auswahl der Elemente für die weitere Betrachtung basiert auf der Elementauswahl aus dem Laborvergleich 2013. Für diese auf 100% normierten Elemente ergeben sich aus den ausreißerbereinigten Datensätzen die statistischen Daten⁵ der Tabelle 1 und Tabelle 3. Zum Vergleich sind identisch aufbereitete Daten aus dem Jahr 2013 (Tabelle 2 und Tabelle 4) sowie Angaben aus dem Datenblatt des Materials (Tabelle 5) angegeben.

Tabelle 1 – Mittelwerte der ausreißerbereinigten EDX-Datensätze 2025

	Ni	Mo	Cr	Fe	W	Co	Mn	Al	Cu
Ø	59,78	15,80	14,41	5,51	3,48	0,54	0,49	0,25	0,39
σ	1,42	1,61	0,53	0,20	0,78	0,06	0,10	0,22	0,15
n	78	78	78	78	74	65	66	50	34
σ _{rel}	2,4 %	10,2 %	3,7 %	3,7 %	22,3 %	11,5 %	19,3 %	90,3 %	39,3 %

Tabelle 2 – Mittelwerte der ausreißerbereinigten EDX-Datensätze 2013

	Ni	Mo	Cr	Fe	W	Co	Mn	Al	Cu
Ø	59,98	15,73	14,14	5,46	3,50	0,55	0,50	0,36	0,39
σ	1,47	1,29	0,46	0,21	0,68	0,11	0,10	0,21	0,19
n	75	75	75	75	74	63	61	56	19
σ _{rel}	2,4 %	8,2 %	3,3 %	3,8 %	19,5 %	20,6 %	19,0 %	58,9 %	47,5 %

Tabelle 3 – Mittelwerte der ausreißerbereinigten sonstigen Datensätze 2025

	Ni	Mo	Cr	Fe	W	Co	Mn	Al	Cu
Ø	60,77	15,30	14,26	5,37	3,41	0,47	0,50	0,12	0,01
σ	1,29	0,79	0,44	0,08	0,17	0,05	0,02		
n	5	5	5	5	5	5	4	1	1
σ _{rel}	2,1 %	5,2 %	3,1 %	1,4 %	5,0 %	10,2 %	4,5 %		

Tabelle 4 – Mittelwerte der ausreißerbereinigten sonstigen Datensätze 2013

	Ni	Mo	Cr	Fe	W	Co	Mn	Al	Cu
Ø	60,05	15,49	14,57	5,39	3,27	0,46	0,47	0,19	0,12
σ	0,71	0,30	0,37	0,10	0,11	0,07	0,05	0,15	0,08
n	4	4	4	4	4	4	4	3	3
σ _{rel}	1,2 %	2,0 %	2,6 %	1,8 %	3,5 %	15,7 %	10,5 %	79,4 %	67,4 %

Tabelle 5 – Zusammensetzung laut Materialdatenblatt

	Ni	Mo	Cr	Fe	W	Co	Mn	Al	Cu
2.4819	Rest	15 - 17	14,5 - 16,5	4 - 7	3 - 4,5	max 2,5	max 1,0		max 0,5

³ Alle Elementkonzentrationen in diesem Bericht sind als Massenanteil in Prozent dargestellt.

⁴ Die Durchführung des Ausreißertests wird auf Seite 8 näher beschrieben.

⁵ Ungeachtet der Sinnhaftigkeit mit zwei Nachkommastellen angegeben.

Filterung der Daten nach bestimmten Kriterien

Werden die 85 Datensätze nach Herstellern gefiltert, ergeben sich die im Diagramm 2 gezeigten Häufigkeiten.

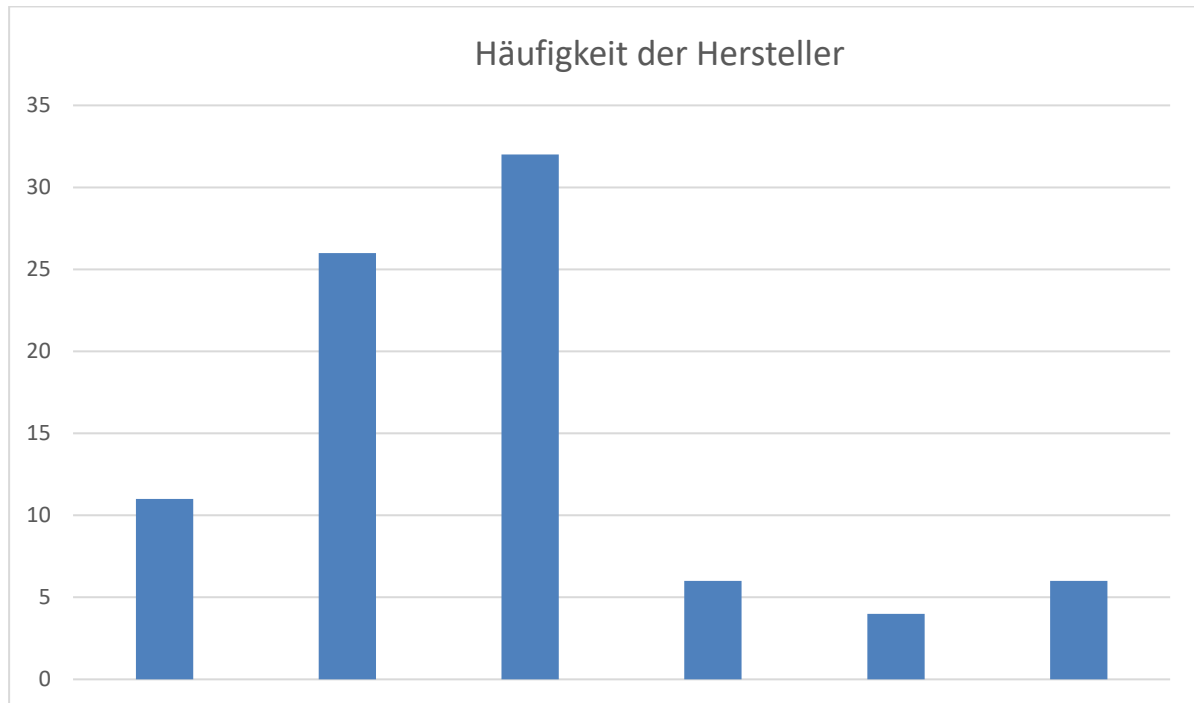


Diagramm 2 – Häufigkeiten verschiedener Hersteller

Die Filterung nach der verwendeten Beschleunigungsspannung ergibt das Diagramm 3.

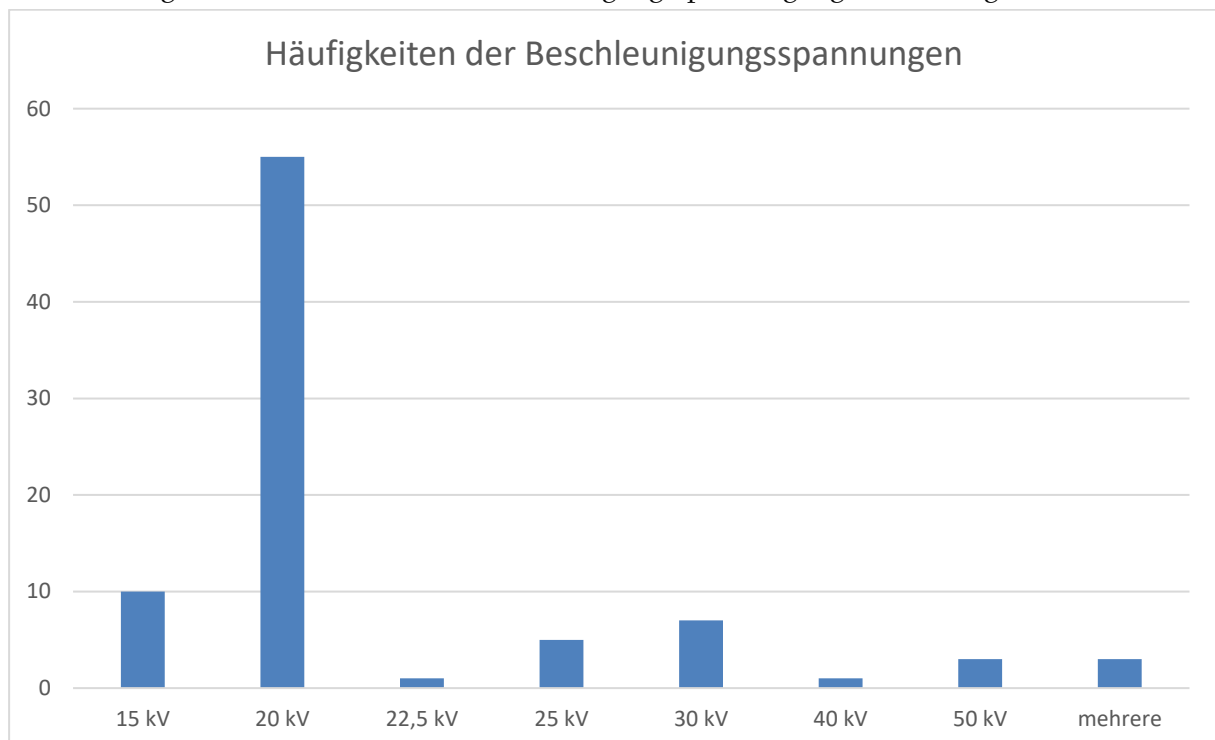


Diagramm 3 – Häufigkeiten der verwendeten Beschleunigungsspannungen (EDX und (μ)RFA)

Tabelle 6 – Vergleich der drei Hauptelemente nach Hersteller und Beschleunigungsspannung

	Ni			Mo			Cr			n
	$\bar{x}$	σ	σ_{rel}	$\bar{x}$	σ	σ_{rel}	$\bar{x}$	σ	σ_{rel}	
Hersteller A	66,99	1,06	1,6%	17,01	1,09	6,4%	16,01	0,53	3,3%	26
Hersteller B	67,47	1,99	2,9%	16,48	2,19	13,3%	16,04	0,87	5,4%	11
Hersteller C	66,06	1,38	2,1%	17,94	1,30	7,3%	16,00	0,46	2,9%	31
Hersteller D	65,85	1,64	2,5%	18,06	2,14	11,8%	16,09	0,88	5,5%	6
Hersteller E	66,09	0,92	1,4%	17,74	0,52	2,9%	16,17	0,43	2,7%	4
15 keV	66,74	1,79	2,7%	17,41	2,18	12,5%	15,85	0,79	5,0%	9
20 keV	66,38	1,49	2,2%	17,66	1,43	8,1%	15,96	0,46	2,9%	55
25 keV	66,37	2,81	4,2%	17,21	3,33	19,3%	16,42	0,77	4,7%	5
30 keV	67,07	1,44	2,2%	16,71	1,10	6,6%	16,21	0,78	4,8%	6

Kommentare / Diskussion

- Aluminium wird nur von 51 Teilnehmern identifiziert und hat eine relativ hohe Standardabweichung. Dies dürfte auf die Verwendung von Aluminium-Probentellern zurückzuführen sein, die vermutlich die meisten Teilnehmer verwendet haben und daher das Aluminium-Signal entweder bewusst ignoriert haben oder einen zu hohen Wert erhalten haben.
- Für die weiteren selten genannten Elementen gibt es möglicherweise folgende Erklärungen:
 - Palladium: Überlappung mit Molybdän LG2
 - Strontium: Überlappung mit Wolfram
 - Silizium: Überlappung mit Wolfram, Detektormaterial und Stützgitter des Strahleneintrittsfensters bei Moxtek-Fenstern
 - Niob: möglicherweise Escape-Linie von Molybdän
 - Phosphor: Überlappung mit Molybdän LL und Wolfram MG
 - Yttrium: Fehlinterpretation des Summenpeaks von Nickel $K\alpha_1$

Durchführung des Ausreißertests

Zunächst wurden die Konzentrationen der drei Hauptelemente ($>10\%$ [Ni, Cr, Mo]) für jeden Teilnehmer auf 100% normiert. Fehlte die Angabe eines dieser Elemente, wurde sie mit 0% ergänzt. Derjenige Teilnehmer, der den höchsten Betrag eines beliebigen einzelnen Z-Scores hatte, wurde einem Ausreißertest nach GRUBBS unterzogen und sein Datensatz ggf. entfernt. Dieses Verfahren wurde iterativ wiederholt, wobei lediglich ein Datensatz aus der statistischen Betrachtung ausgeschlossen wurde:

- LV25-52 wegen eines zu hohen Werts für Cr.

Der Datensatz LV25-79 übersteht nach diesem Verfahren den Ausreißertest, fällt jedoch durch einen deutlich zu hohen Wolfram-Wert (26,74 %) auf. Daher wurde auch dieser Datensatz für die weiteren Analysen ebenfalls entfernt.

Teilnehmerliste (in alphabetischer Reihenfolge)

- fehlt in dieser Web-Version, genauso wie die Hersteller-Namen in der Detailsauswertung.

Schlussbemerkung – Ende der Ergebnisdarstellung

Die in diesem Bericht zusammengefassten Analyseergebnisse beruhen ausschließlich auf den durch die Teilnehmer zur Verfügung gestellten Daten. Diese wurden wahrscheinlich aus dem durch uns versendeten Probenmaterial gewonnen und spiegeln den jeweils untersuchten Probenbereich zum Zeitpunkt der Analyse wider. Weitergehende Schlussfolgerungen auf Basis dieser Befunde liegen im alleinigen Verantwortungsbereich der Teilnehmer bzw. desjenigen, dem dieser Ergebnisbericht vorliegt.