

Laborvergleich EDX 2011 (LV11)

Editor Martin Bühner (Laborleiter REM/EDX)	Geprüft/Freigegeben Dr. Andreas Schäfer (Geschäftsführer)
--	---

nanoAnalytics

Heisenbergstraße 11
48149 Münster

fon: 0251.53406.300
fax: 0251.53406.310

info@nanoanalytics.de
www.nanoanalytics.de



Wir sind ein nach DIN EN ISO/IEC 17025 für die in der Akkreditierungsurkunde benannten Verfahren akkreditiertes Prüflabor. Unser QM-System entspricht den Anforderungen der ISO 9001. Die Analysemethoden REM/EDX, XPS, Lichtmikroskopie, AFM und Profilometrie werden direkt in unseren Labors durchgeführt. Andere Verfahren vergeben wir im Unterauftrag an qualifizierte Unternehmen.

Zielsetzung

Dieser Laborvergleich soll den Teilnehmern ermöglichen, die Ergebnisse ihrer EDX-Systeme miteinander zu vergleichen. Dadurch wird hauptsächlich eine Selbsteinschätzung hinsichtlich Gerät und/oder Operateur 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 Hauptbestandteile des Glases wurden von allen Teilnehmern sicher identifiziert. Selbst der Nachweis von Spurenelementen klappt mit den EDX-Systemen recht gut. Allerdings schwächt die Quantifizierung vor allem beim Sauerstoff. Dies wirkt sich unmittelbar auf alle weiteren Elemente aus, da Sauerstoff mit knapp 50% Masseanteil das mit Abstand wichtigste Element im Glas ist. Hier erweist sich der Weg über die stöchiometrische Berechnung des Sauerstoffanteils als deutlich weniger störungsanfällig.

Probenmaterial und Präparation

Jedem Teilnehmer wurde ein knapp 1 cm² großes und rund 1,5 mm dickes Stück Glas zugeschickt. Alle Scherben wurden aus ein und demselben Glas eines Bilderrahmens gewonnen. Noch vor dem Versand wurden die Scherben sowohl in Propanol als auch Aceton im Ultraschallbad gereinigt. Dennoch wurde den Teilnehmern freigestellt, ihre Probe selbst noch einmal zu reinigen, wovon etliche Gebrauch gemacht haben.

Aufgabe

Die Aufgabe für die Teilnehmer lautete, die unbekannte Zusammensetzung des Glases zu bestimmen, also sowohl die darin enthaltenen Elemente anzugeben als auch deren Massegehalt. Die Wahl der Analyseparameter wie z. B. Beschleunigungsspannung, Messzeit und die Methode Aufladungen zu verhindern, wurde den Teilnehmern überlassen. Auch konnte die Berechnung der Sauerstoffkonzentration nach den eigenen Vorlieben der Teilnehmer erfolgen.

Neben den Elementen und deren Konzentration wurden noch bestimmte Angaben zum verwendeten EDX-System und den Messbedingungen erfragt.

Darstellung der wichtigsten Ergebnisse

Die Glasproben wurden insgesamt 59-mal untersucht. 53 dieser Ergebnisse wurden mit ‚klassischen‘ EDX-Systemen erlangt, zwei mit WDX-Mikrosonden, zwei durch eine Kombination aus EDX und μ RFA, eins mittels RFA und eins durch ICP-OES/MS.

Ausreißertest

Aufgrund der großen Streuweite der Quantifizierungsergebnisse liegt es nahe, zunächst nach Ausreißern in den EDX-Ergebnissen zu suchen und diese aus der weiteren statistischen Betrachtung auszuschließen. Dies ermöglicht eine präzisere Bestimmung der ‚wahren‘ Zusammensetzung des Glases und ‚schützt‘ damit die Ergebnisse derjenigen Teilnehmer, die realistische Ergebnisse erzielt haben, vor Verfälschung.

Der Ausreißertest wurde in Anlehnung an das Verfahren nach Grubbs durchgeführt. Dabei wurde iterativ ermittelt, ob ein Ergebnis um mehr als die dreifache Standardabweichung der Stichprobe (3σ) vom Mittelwert abweicht. Dieser Test führt zum gleichen Ergebnis, unabhängig davon, ob nur die vier Hauptelemente (O, Si, Na, Ca, für alle $c \geq 5\%$) betrachtet werden, oder ob der Test auf diejenigen sechs Elemente erweitert wird, die von allen Teilnehmern gefunden wurden (O, Si, Na, Ca, Mg, Al). Der Reihe nach müssen die folgenden Ergebnisse gestrichen werden.

- (1) #20 wegen Sauerstoff
- (2) #12 wegen Silizium
- (3) #27 wegen Sauerstoff
- (4) #37 wegen Calcium
- (5) #40 wegen Sauerstoff
- (6) #39 wegen Natrium¹

Im Weiteren unterscheidet sich die Reihenfolge bzw. die Begründung.

(mit Mg und Al)	(nur Hauptelemente)
#50 wegen Magnesium	#15 wegen Calcium
#31 wegen Magnesium	#29 wegen Calcium
#15 wegen Calcium	#31 wegen Natrium
#29 wegen Calcium	#50 wegen Natrium

Das hier gewählte 3σ -Kriterium ist gnädiger als es ein ‚echter‘ Grubbs-Test. Bei einer annähernd normalverteilten Ergebnismenge sollten schließlich 99,73% aller Ergebnisse innerhalb des 3σ -Bereichs liegen.

¹ Teilnehmer #39 arbeitete mit einem EDX-Detektor mit Berylliumfenster, so dass Sauerstoff nicht direkt nachgewiesen sondern nur über Stöchiometrie berechnet werden konnte. Offensichtlich absorbiert aber das Berylliumfenster noch signifikante Mengen des Natriumsignals, so dass dieses Element deutlich zu niedrig quantifiziert wurde. Siehe aber auch Fußnote 7 auf Seite 8.

Qualitative und quantitative Werte

Neben den sechs Elementen, die alle EDX-Teilnehmer identifiziert haben, fanden einige Teilnehmer weitere Elemente. Die Häufigkeit der Nennung ist im Diagramm 1 dargestellt.

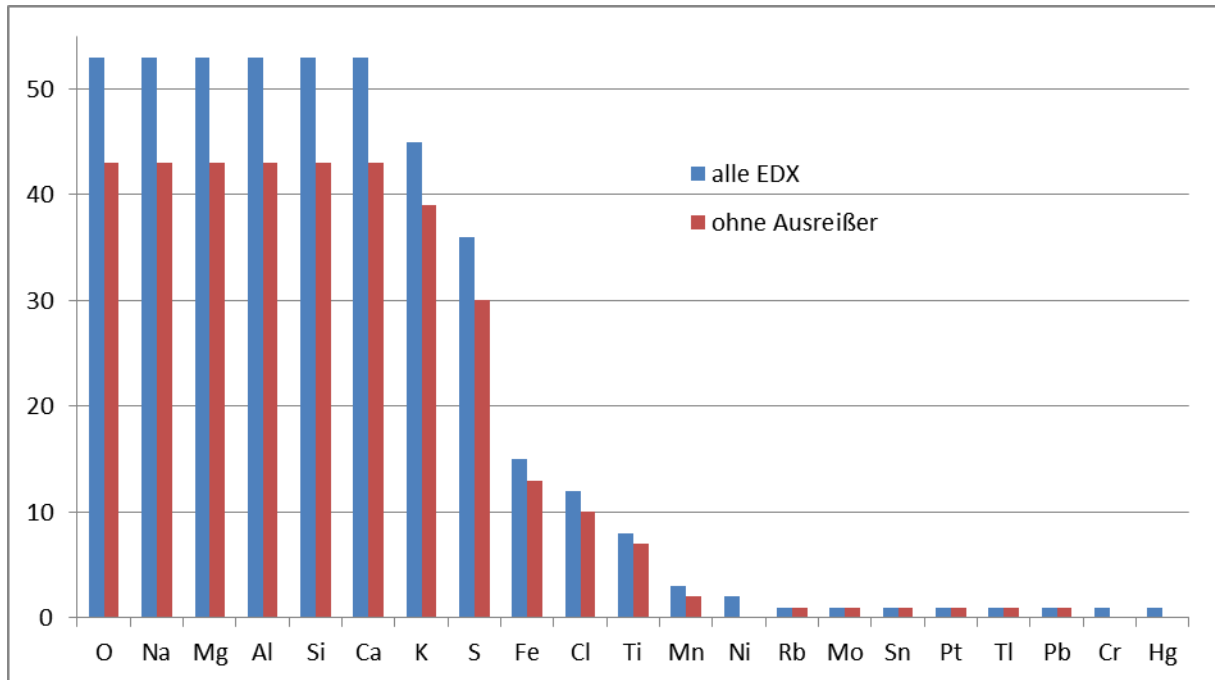


Diagramm 1 – Häufigkeiten der Nennung einzelner Elemente

In der folgenden Tabelle 1 (s. S. 5) sind alle Ergebnisse dargestellt, die von den EDX-Teilnehmern übermittelt wurden². Dabei wurden alle Ergebnisse in Masse-% umgerechnet, ungeachtet, ob sie als Komponente-% oder Atom-% genannt worden waren. Zudem wurde die Summe aller genannten Elemente fall nötig auf 100% normiert³. Hatte ein Teilnehmer mehrere Ergebnisse, z. B. wegen Auswertung mit stöchiometrischer und direkter Auswertung von Sauerstoff, genannt, ohne erkennbar eine davon zu favorisieren, wurde der Mittelwert aller Ergebnisse gebildet.

Tabelle 2 (s. S. 6) zeigt alle nach dem Ausreißertest (s. S. 3) verbliebenen Ergebnisse.

² Es liegen nicht alle Angaben vor, zudem sind diese für den Verfasser dieses Berichtes nicht überprüfbar. So gibt es an einigen wenigen Stellen Zweifel, ob die Angaben richtig sind. Da allerdings die Aussage zum quantitativen Ergebnis dadurch nicht beeinflusst würde, wurden die Angaben nicht immer hinterfragt.

³ Aufgrund der unterschiedlichen Anzahl an Nachkommastellen für die jeweiligen Elemente kann es jedoch in der Tabelle so aussehen, als wäre die Summe aller Elemente nicht 100%.

Tabelle 1 – Gesamtdaten aller EDX-Teilnehmer⁴

EDX	O	Na	Mg	Al	Si	S	Cl	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Rb	Mo	Sn	Pt	Hg	Tl	Pb	kV	Technologie	Leitfähigkeit	O
0	47,4	9,4	2,2	0,8	34,8	0,19	0,05	0,17	4,9	0,025			0,075		0,040							15, 30	Si(Li)	20 Pa	stöchiometrisch
1	51,4	9,0	2,2	0,7	31,8	0,20		0,20	4,5													20	Si(Li)		direkt
2	47,8	7,4	2,1	1,5	35,5			0,26	5,3	0,050			0,100									15, 20, 25	Si(Li)	Au	stöchiometrisch
3	48,4	9,5	2,1	0,8	34,1			0,22	4,8												0,175	20	Si(Li)		direkt, stöchiometrisch
4	51,3	10,7	2,4	0,8	31,1	0,16		0,15	3,4													20	Si(Li)		direkt
5	46,9	10,6	2,3	0,8	33,9	0,16		0,22	5,1	0,024		0,015	0,070									20	SDD		stöchiometrisch
6	47,0	10,4	2,3	0,9	33,8	0,15		0,22	5,3	0,030			0,085									15, 18	SDD	C	stöchiometrisch
7	47,6	8,5	2,4	1,3	34,9			0,33	5,0													20	Si(Li)		stöchiometrisch
8	47,0	10,4	2,3	0,8	34,1	0,16	0,03	0,20	5,0	0,030			0,070									15, 20, 25	Si(Li)	C	stöchiometrisch
9	47,1	10,0	2,2	1,1	34,2	0,20		0,20	5,0													20	Si(Li)	C	stöchiometrisch
10	54,2	9,1	2,1	0,7	29,8	0,15	0,05	0,16	3,7													20	SDD	10 Pa, C	direkt
11	50,8	9,9	2,1	1,0	29,3	0,20	0,10	0,30	5,9	0,100			0,300									20	SDD	28 Pa	
12	64,0	6,7	1,3	0,6	16,9	0,05	0,06	0,23	1,9			1,642	1,664	5,012								20	SDD		direkt
13	47,2	9,2	2,3	1,2	34,2	0,15	0,04	0,21	5,4				0,070									15	SDD	C	stöchiometrisch
14	47,2	9,7	2,0	0,9	34,5	0,14	0,05	0,21	5,2													10, 15	SDD	C	direkt
15	46,3	9,7	2,6	1,5	32,3				7,7													15, 25	Si(Li)		stöchiometrisch
16	46,9	10,0	2,4	0,8	34,0	0,12		0,33	5,4													15	Si(Li)	C	stöchiometrisch
17	46,5	10,3	2,4	1,1	33,0			0,20	5,5				0,100			0,300	0,100		0,500			15	SDD	Ag	direkt
18	45,9	9,1	2,2	0,9	36,4				5,5													15	Si(Li)		direkt
19	51,2	9,3	2,0	0,8	31,9			0,11	4,8													40	SDD		Differenz
20	19,8	8,1	3,0	1,6	57,5	0,35		0,47	9,1													15	Si(Li)	C	direkt
21	46,9	10,7	2,2	1,0	33,8	0,02		0,34	5,1													25	Si(Li)		stöchiometrisch
23	46,0	10,2	2,1	0,6	35,7			0,30	5,2													10, (25)	SDD	30 Pa	direkt
24	43,2	8,7	2,3	0,8	38,2	0,02		0,17	6,1						0,630							20	Si(Li)	C	direkt
25	48,5	10,1	2,1	0,9	33,2	0,15	0,08	0,17	4,7			0,080										15	SDD		direkt
26	44,6	9,2	2,1	1,2	37,0			0,32	5,5													15	SDD	Au	stöchiometrisch, Differenz
27	30,1	11,0	2,8	1,7	47,2	0,30		0,30	6,7													20, (15)	Ge	C	Differenz
28	48,6	9,7	2,4	1,0	32,6				5,7													10, 15, 20	SDD		direkt, stöchiometrisch
29	46,9	11,9	2,6	1,2	34,8				2,5													12	Si(Li)	0,25 Torr 0,5 Torr	direkt, stöchiometrisch
30	52,5	10,1	2,2	0,7	29,0				5,5													10	SDD	20 Pa	stöchiometrisch
31	52,3	13,0	2,9	1,3	25,6	0,15		0,17	4,6														SDD		direkt
32	52,1	7,8	1,9	1,0	31,9	0,17	0,05	0,24	4,8			0,110										20	Si(Li)	C	direkt
34	46,8	10,1	2,3	0,8	34,9	0,18		0,17	4,9														SDD		direkt
35	41,9	9,4	2,1	1,0	39,7	0,15		0,22	5,5													12	SDD	20 Pa	direkt
36	51,4	9,6	2,0	0,8	30,7	0,08		0,24	5,1													10, 20	SDD		direkt
37	62,5	12,9	2,1	0,6	20,3	0,10		0,10	1,4													20	SDD		
38	46,6	8,6	2,3	1,1	36,2	0,20	0,08	0,23	4,7													20	SDD		direkt
39	49,2	5,0	1,3	1,0	38,3				5,3													20	Si(Li)		stöchiometrisch
40	33,4	10,3	3,0	1,5	45,1	0,24	0,06	0,27	5,8	0,030	0,010		0,080	0,010					0,200			30	Si(Li)	C	direkt
41	47,2	10,4	2,4	0,8	34,7				4,5													10	Si(Li)	-	stöchiometrisch
44	46,9	10,6	2,3	1,1	34,0	0,16		0,20	4,8													20	Si(Li)		stöchiometrisch
45	47,0	10,2	2,3	1,0	34,3	0,18		0,22	4,8													15	SDD		stöchiometrisch
46	46,9	11,1	2,2	0,6	34,0	0,20		0,20	4,8													15	SDD	20 Pa	stöchiometrisch
47	50,2	9,5	2,1	0,7	32,6	0,15		0,19	4,5													20	Si(Li)		direkt
48	50,5	9,2	2,2	0,7	32,5	0,16		0,21	4,6													20	Si(Li)		direkt
49	47,8	9,1	2,2	0,7	34,8	0,11		0,23	5,1													20	Si(Li)		direkt
50	48,5	6,5	1,2	1,2	37,0				5,6				0,015	0,063								10, 20	Si(Li)	0,2 bar	stöchiometrisch
51	46,9	10,5	2,2	0,8	33,9	0,16		0,20	5,1	0,024		0,015	0,063									20	Si(Li)		stöchiometrisch
52	55,8	10,6	1,9	0,7	27,6	0,10		0,16	3,2													20	Si(Li)		direkt
53	47,7	8,5	2,1	1,1	35,4			0,26	4,9													20	Si(Li)		stöchiometrisch
54	49,5	9,5	2,2	1,0	33,0	0,18	0,02	0,21	4,4				0,049									15	Si(Li)	C	direkt, stöchiometrisch
55	43,6	9,4	2,3	1,3	36,1			0,42	6,8													15	SDD	Au	stöchiometrisch, Differenz
57	46,1	10,0	2,3	1,1	35,4	0,18		0,22	4,7				0,060									20	Si(Li)	C	direkt

⁴ Alle Angaben in Masse-%, ‚Hauptelemente‘ in hellblau hinterlegt, weitere ‚einstimmig angenommene‘ Elemente in dunkelblau

Tabelle 2 – EDX-Ergebnisse nach Ausreißerkorrektur⁵

sauber	O	Na	Mg	Al	Si	S	Cl	K	Ca	Ti	Mn	Fe	Rb	Mo	Sn	Pt	Tl	Pb	kV	Technologie	Leitfähigkeit	O
0	47,4	9,4	2,2	0,8	34,8	0,19	0,05	0,17	4,9	0,025		0,075	0,040						15, 30	Si(Li)	20 Pa	stöchiometrisch
1	51,4	9,0	2,2	0,7	31,8	0,20		0,20	4,5										20	Si(Li)		direkt
2	47,8	7,4	2,1	1,5	35,5			0,26	5,3	0,050		0,100							15, 20, 25	Si(Li)	Au	stöchiometrisch
3	48,4	9,5	2,1	0,8	34,1			0,22	4,8									0,175	20	Si(Li)		direkt, stöchiometrisch
4	51,3	10,7	2,4	0,8	31,1	0,16		0,15	3,4										20	Si(Li)		direkt
5	46,9	10,6	2,3	0,8	33,9	0,16		0,22	5,1	0,024	0,015	0,070							20	SDD		stöchiometrisch
6	47,0	10,4	2,3	0,9	33,8	0,15		0,22	5,3	0,030		0,085							15, 18	SDD	C	stöchiometrisch
7	47,6	8,5	2,4	1,3	34,9			0,33	5,0										20	Si(Li)		stöchiometrisch
8	47,0	10,4	2,3	0,8	34,1	0,16	0,03	0,20	5,0	0,030		0,070							15, 20, 25	Si(Li)	C	stöchiometrisch
9	47,1	10,0	2,2	1,1	34,2	0,20		0,20	5,0										20	Si(Li)	C	stöchiometrisch
10	54,2	9,1	2,1	0,7	29,8	0,15	0,05	0,16	3,7										20	SDD	10 Pa, C	direkt
11	50,8	9,9	2,1	1,0	29,3	0,20	0,10	0,30	5,9	0,100		0,300							20	SDD	28 Pa	
13	47,2	9,2	2,3	1,2	34,2	0,15	0,04	0,21	5,4			0,070							15	SDD	C	stöchiometrisch
14	47,2	9,7	2,0	0,9	34,5	0,14	0,05	0,21	5,2										10, 15	SDD	C	direkt
16	46,9	10,0	2,4	0,8	34,0	0,12		0,33	5,4										15	Si(Li)	C	stöchiometrisch
17	46,5	10,3	2,4	1,1	33,0			0,20	5,5			0,100		0,300	0,100	0,500			15	SDD	Ag	direkt
18	45,9	9,1	2,2	0,9	36,4				5,5										15	Si(Li)		direkt
19	51,2	9,3	2,0	0,8	31,9			0,11	4,8										40	SDD		Differenz
21	46,9	10,7	2,2	1,0	33,8	0,02		0,34	5,1										25	Si(Li)		stöchiometrisch
23	46,0	10,2	2,1	0,6	35,7			0,30	5,2										10, (25)	SDD	30 Pa	direkt
24	43,2	8,7	2,3	0,8	38,2	0,02		0,17	6,1					0,630					20	Si(Li)	C	direkt
25	48,5	10,1	2,1	0,9	33,2	0,15	0,08	0,17	4,7			0,080							15	SDD		direkt
26	44,6	9,2	2,1	1,2	37,0			0,32	5,5										15	SDD	Au	stöchiometrisch, Differenz
28	48,6	9,7	2,4	1,0	32,6				5,7										10, 15, 20	SDD		direkt, stöchiometrisch
30	52,5	10,1	2,2	0,7	29,0				5,5										10	SDD	20 Pa	stöchiometrisch
32	52,1	7,8	1,9	1,0	31,9	0,17	0,05	0,24	4,8			0,110							20	Si(Li)	C	direkt
34	46,8	10,1	2,3	0,8	34,9	0,18		0,17	4,9											SDD		direkt
35	41,9	9,4	2,1	1,0	39,7	0,15		0,22	5,5										12	SDD	20 Pa	direkt
36	51,4	9,6	2,0	0,8	30,7	0,08		0,24	5,1										10, 20	SDD		direkt
38	46,6	8,6	2,3	1,1	36,2	0,20	0,08	0,23	4,7										20	SDD		direkt
41	47,2	10,4	2,4	0,8	34,7				4,5										10	Si(Li)	-	stöchiometrisch
44	46,9	10,6	2,3	1,1	34,0	0,16		0,20	4,8										20	Si(Li)		stöchiometrisch
45	47,0	10,2	2,3	1,0	34,3	0,18		0,22	4,8										15	SDD		stöchiometrisch
46	46,9	11,1	2,2	0,6	34,0	0,20		0,20	4,8										15	SDD	20 Pa	stöchiometrisch
47	50,2	9,5	2,1	0,7	32,6	0,15		0,19	4,5										20	Si(Li)		direkt
48	50,5	9,2	2,2	0,7	32,5	0,16		0,21	4,6										20	Si(Li)		direkt
49	47,8	9,1	2,2	0,7	34,8	0,11		0,23	5,1										20	Si(Li)		direkt
51	46,9	10,5	2,2	0,8	33,9	0,16		0,20	5,1	0,024	0,015	0,063							20	Si(Li)		stöchiometrisch
52	55,8	10,6	1,9	0,7	27,6	0,10		0,16	3,2										20	Si(Li)		direkt
53	47,7	8,5	2,1	1,1	35,4			0,26	4,9										20	Si(Li)		stöchiometrisch
54	49,5	9,5	2,2	1,0	33,0	0,18	0,02	0,21	4,4			0,049							15	Si(Li)	C	direkt, stöchiometrisch
55	43,6	9,4	2,3	1,3	36,1			0,42	6,8										15	SDD	Au	stöchiometrisch, Differenz
57	46,1	10,0	2,3	1,1	35,4	0,18		0,22	4,7			0,060							20	Si(Li)	C	direkt

⁵ Die noch sichtbaren Daten sind gegenüber Tabelle 1 unverändert. Es fehlen lediglich die Teilnehmer, die nach der Definition eines Ausreißers auf Seite 2 als unglaubwürdig eingestuft wurden.

Vergleich mit weiteren Analysewerten

Es liegen insgesamt sechs „Nicht-EDX“-Ergebnisse vor.

Tabelle 3 – Vollständige Darstellung der Ergebnisse der weiteren Verfahren

Ref	O	Na	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe	Cu	Se	Rb	Sr	Zr	Technologie	O
22	47,0	9,9	2,33	0,90	34,0	0,20	0,19	5,27	0,031	0,001	0,005	0,067	0,003	0,001	0,027	0,004	0,011	Si(Li)+μRFA	stöchiometrisch
42	48,9	5,4	2,55	0,90	36,8	0,14	0,14	5,18										WDX	
43	46,8	10,5	2,33	0,87	34,0	0,15	0,22	5,15										WDX	stöchiometrisch
56	47,0	10,0	2,36	0,87	34,1	0,12	0,25	5,21	0,024		0,015	0,063			0,037		0,003	Si(Li)+μRFA	
58	47,0	10,1	2,41	0,90	34,0	0,18	0,22	5,16	0,029		0,007	0,047			0,003	0,003	0,011	ICP	
59	47,0	9,7	2,49	1,01	33,9	0,20	0,17	5,36	0,024		0,009	0,071			0,028	0,003	0,017	RFA	

Nun stellt sich die Frage, welche Elemente in der Probe wirklich vorhanden sind bzw. über welche Elemente ein sinnvoller Vergleich zwischen EDX und den anderen Verfahren möglich ist.

Qualitativer Vergleich

Neben den sechs unumstrittenen Elementen (O, Na, Mg, Al, Si, Ca) gilt es, weitere ‚sichere‘ Elemente zu finden.

Blei, Molybdän und Thallium können ausgeschlossen werden, da sie nur in EDX-Systemen detektiert wurden und auf Überlappungen mit Schwefel (K_{α} 2,308 keV) bzw. Artefakte zurückzuführen sind:

- Molybdän (L_{α} 2,293 keV)
- Thallium (M_{α} 2,271 keV)
- Blei (M_{α} 2,346 keV)
- Summensignal von Silizium und Sauerstoff (1,740 keV + 0,525 keV = 2,265 keV)

Zu Chlor liegt momentan keine passende Erklärung vor.

Für weitere Spurenelemente könnte eine ‚demokratische‘ Mehrheits-Abstimmung unter folgenden fünf ‚Stimmberechtigten‘ erfolgen

- ein beliebiger ausreißerbereinigter EDX-Teilnehmer
- μ RFA
- WDX
- RFA
- ICP

Demnach wären folgende Spurenelemente als ‚real in der Probe vorhanden‘ anzusehen: Ti, Mn, Fe, Rb, Sr und Zr⁶.

Für einen sinnvollen Vergleich der Zahlenwerte wird postuliert, dass die Mehrheit der EDX-Systeme einen Zahlenwert für ein Element vorgelegt haben muss. Dann sind folgende Elemente zu berücksichtigen: O, Na, Mg, Al, Si, S, K und Ca.

Quantitativer Vergleich

Da der Wert für Natrium⁷ beim WDX-Teilnehmer LV11-42 recht deutlich von den meisten anderen Ergebnissen abweicht, wird das Ergebnis von LV11-42 für den quantitativen Vergleich verworfen.

Tabelle 4 – Statistische Auswertung der EDX-Ergebnisse aus Tabelle 2

EDX (ohne Ausreißer)	O	Na	Mg	Al	Si	S	K	Ca
Mittelwert	48,1	9,7	2,2	0,9	33,8	0,15	0,23	5,0
Standardabweichung	2,8	0,8	0,1	0,2	2,4	0,05	0,06	0,6

Tabelle 5 – Statistische Auswertung der weiteren Verfahren aus Tabelle 3

LV11-22/-43/-56/-58/-59	O	Na	Mg	Al	Si	S	K	Ca
Mittelwert	47,3	9,3	2,42	0,91	34,5	0,17	0,20	5,23
Standardabweichung	0,8	1,9	0,09	0,05	1,1	0,03	0,04	0,08

Bereits beim dargestellten 1σ -Intervall ist eine gute Übereinstimmung zwischen Tabelle 4 und Tabelle 5 zu erkennen.

⁶ Damit ist nicht gesagt, dass weitere Elemente nicht tatsächlich in der Probe vorhanden sind – es besagt lediglich wie ungerecht Demokratie sein kann. Mittels ICP wurden nämlich noch Spuren von Li, P, Ba, As, B, Be, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Hf, Mo, Nb, Ni, Pb, Sb, Sn, Ta, V, W, Zn, Ce, Dy, Er, Eu, Gd, Ho, La, Lu, Nd, Pr, Sm, Tb, Tm, Y und Yb gefunden.

⁷ Es wurde von einigen Teilnehmern angemerkt, dass Natrium in Gläsern ‚mobil‘ ist. Manche haben deshalb mehrere Spektren an verschiedenen Stellen mit jeweils kurzer Messzeit zusammengefügt oder sehr großflächig gemessen, um eine Verfälschung des Natriumwertes zu verhindern. Wahrscheinlich ist dieser Effekt beim viel höheren Strahlstrom der Mikrosonde besonders deutlich hervorgetreten.

Kommentare / Diskussion

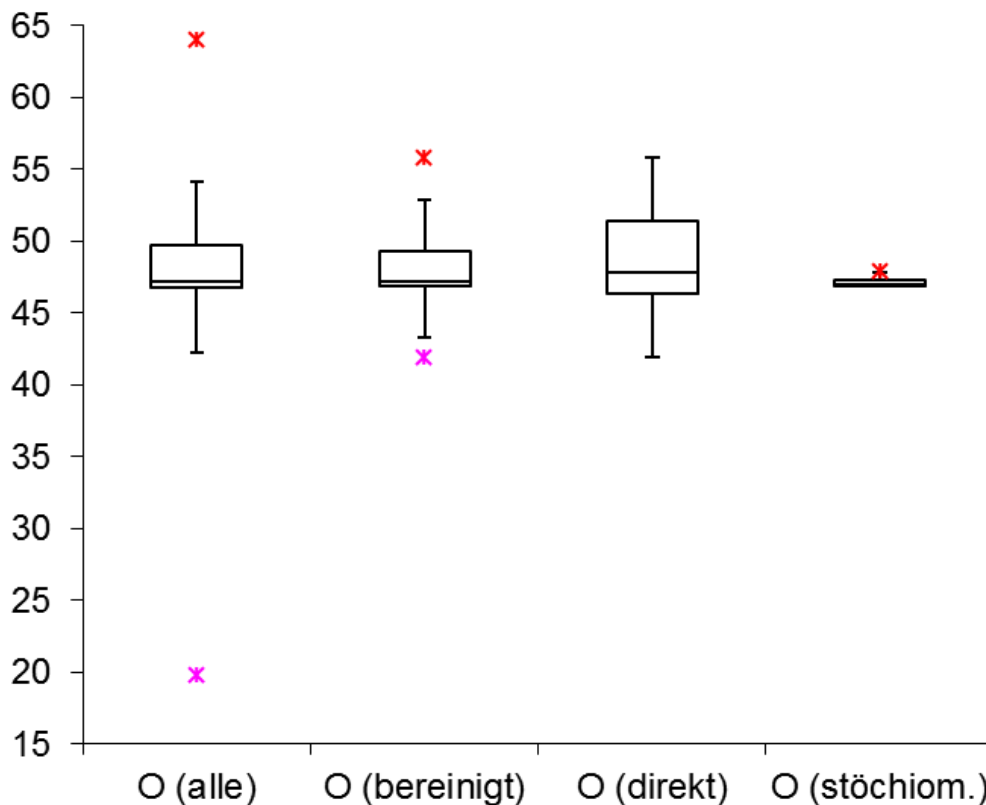
Der qualitative Nachweis (welche Elemente überhaupt in der Probe vorhanden sind) gelang mit EDX überraschend gut, selbst für die Spurenelemente.

Die Quantifizierung steht und fällt jedoch mit der Genauigkeit der Sauerstoffkonzentration. Dieses Element ist mit rund 50 (Masse)% bzw. rund 65 Atom% das mit Abstand häufigste Element im Glas. Wer die stöchiometrische Berechnung des Sauerstoffs gewählt hat, ist klar im Vorteil, da

- sich alle weiteren und damit schwereren Elemente präziser bestimmen lassen als das ‚Leichtelement‘ Sauerstoff,
- die Summe aller Ionenladungen in der Probe bei dieser mathematischen Betrachtung von Sauerstoff immer (und notwendigerweise) Null ergibt und
- die Glasherstellung tatsächlich aus den Oxiden erfolgt.

Die direkte Leichtelementquantifizierung ist also so schwierig, dass mögliche Unterschiede zwischen den Technologien SDD und Si(Li), einzelnen Herstellern oder die Problematik, dass Natrium ‚mobil‘ ist, vernachlässigbar klein erscheinen.

Vergleich verschieden gefilterter Sauerstoff-Angaben in einem Boxplot⁸



⁸ Ein Boxplot zeigt die Streuung von Einzelwerten, ohne diese alle darzustellen. Die eigentliche ‚Box‘ enthält die Hälfte aller Werte. Der Mittelwert ist gesondert durch einen Strich innerhalb der Box gezeigt. Die Fortsätze reichen bis maximal zur 1,5-fachen Länge der Box nach oben und unten, sofern dort noch Werte sind. Falls nicht enden sie beim letzten Wert. Sind hingegen noch Werte außerhalb der Fortsätze vorhanden, wird beim Minimal- bzw. Maximalwert ein Stern gezeichnet. (Alles in Masse%)

Teilnehmerliste (in alphabetischer Reihenfolge)

<entfernt>

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. Die Ergebnisdarstellung darf ohne die schriftliche Genehmigung des Prüflabors nur vollständig, nicht aber auszugsweise vervielfältigt oder verwendet werden.

Möchten Sie an einer Neuauflage des Laborvergleichs EDX teilnehmen? Dann informieren Sie sich bitte auf der Website:

<https://www.nanoanalytics.com/de/auftragsanalytik/laborvergleich.html>

Diese Ergebnisdarstellung lag ursprünglich auf unserem Server unter der Adresse:

<https://www.nanoanalytics.com/de/auftragsanalytik/laborvergleich/fruehere-ergebnisse.html>