

## Laborvergleich EDX 2012 (LV12)

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

**nanoAnalytics**

Heisenbergstraße 11  
48149 Münster

fon: 0251.53406.300  
fax: 0251.53406.310

info@nanoanalytics.de  
www.nanoanalytics.de



Wir sind ein durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Prüflaboratorium. Die Akkreditierung gilt für die in der Urkunde aufgeführten Prüfverfahren.  
Unser QM-System entspricht den Anforderungen der ISO 9001.

## **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 Analyse des diesjährigen Stahls gelang mittels der EDX-Systeme im Großen und Ganzen sehr gut. Die Hauptelemente wurden sicher identifiziert und quantifiziert. Es gab keine Ausreißer zu beklagen.

## **Probenmaterial und Präparation**

Jedem Teilnehmer wurde ein knapp 1 cm<sup>2</sup> großes Stück eines Blechs zugeschickt. Alle Blechstücke wurden aus ein und demselben größeren Blech geschnitten. Noch vor dem Versand wurden die Blechstücke 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 der Stahls 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 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.

## Darstellung der wichtigsten Ergebnisse

Die Stahlproben wurden 64-mal mit EDX-Systemen untersucht. Zusätzlich gibt es sieben Ergebnisse von anderen Analyseverfahren wie WDX,  $\mu$ RFA, GDOS und ICP-OES.

Bei den EDX-Ergebnissen wurden nicht alle Elemente gleich häufig identifiziert. Nur vier Elemente (Fe, Cr, Ni und Si) wurden von allen 64 Teilnehmern gefunden. Die Häufigkeiten aller Elementnennungen zeigt das Diagramm 1. Diese Werte wurden wie alle anderen auch aus der Gesamtheit der EDX-Daten aus Tabelle 1 (s. S. 4) gewonnen.

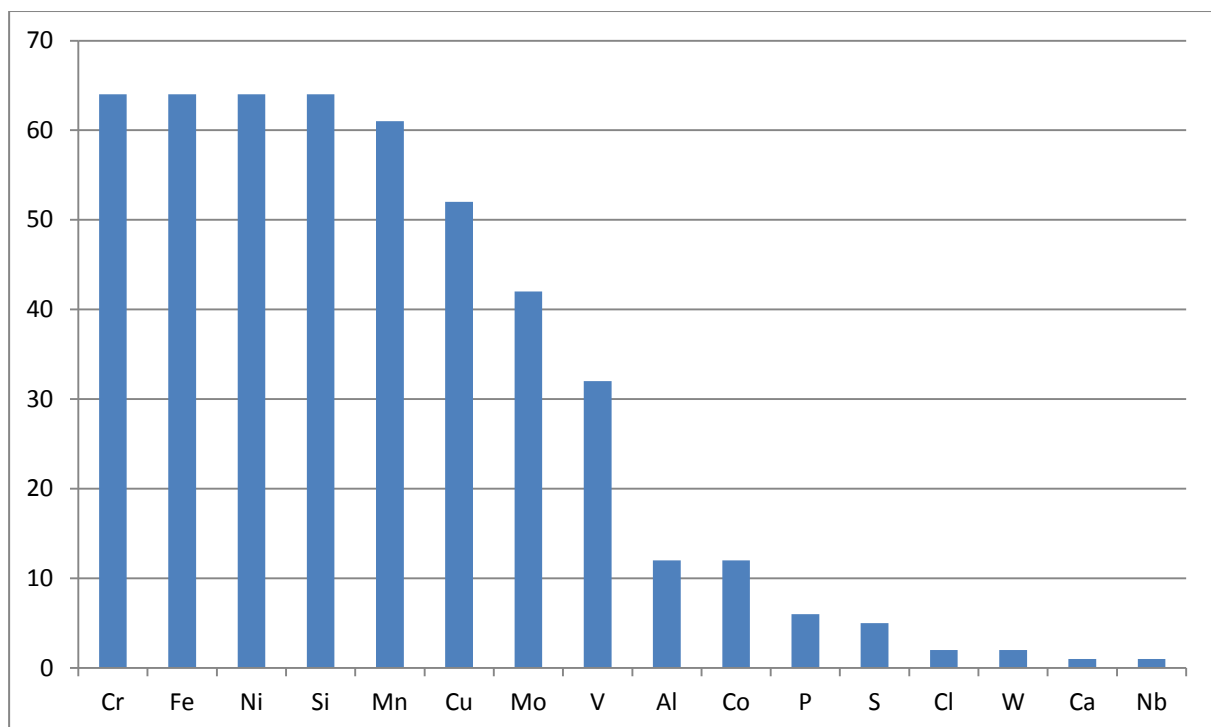


Diagramm 1 – Häufigkeit der Nennung von Elementen bei den EDX-Teilnehmern

Tabelle 1 – komplette Darstellung aller EDX-Ergebnisse

|                       | Cr    | Fe    | Ni    | Si   | Mn   | Cu   | Mo   | V    | Al   | Co   | P    | S    | Cl   | W    | Ca   | Nb   | kV       | Typ    |
|-----------------------|-------|-------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|----------|--------|
| LV12-00               | 18,65 | 70,95 | 8,00  | 0,45 | 1,15 | 0,42 | 0,30 | 0,08 |      |      |      |      |      |      |      |      | 20 30    | Si(Li) |
| LV12-02               | 18,70 | 71,05 | 8,04  | 0,45 | 1,26 | 0,50 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-03               | 18,80 | 70,80 | 7,80  | 0,40 | 1,20 | 0,50 | 0,30 | 0,06 |      | 0,15 |      |      |      |      |      |      | 20 30    | Si(Li) |
| LV12-04               | 18,56 | 72,12 | 7,80  | 0,38 | 1,14 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-05               | 18,10 | 71,30 | 8,10  | 0,30 | 1,20 | 0,40 | 0,30 | 0,10 |      | 0,20 |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-06               | 17,94 | 73,98 | 7,65  | 0,43 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 15       | Si(Li) |
| LV12-08               | 19,00 | 70,16 | 8,02  | 0,54 | 1,25 | 0,57 | 0,46 |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-09               | 19,10 | 71,44 | 7,57  | 0,42 | 1,47 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-10               | 18,26 | 70,86 | 7,88  | 0,47 | 0,96 | 0,55 | 0,59 | 0,08 |      | 0,31 | 0,04 |      |      |      |      |      | 30       | Si(Li) |
| LV12-11               | 18,10 | 70,70 | 8,00  | 0,60 | 1,40 | 0,50 | 0,40 | 0,10 | 0,20 |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-13               | 17,19 | 71,45 | 7,80  | 0,35 | 1,69 | 0,63 | 0,45 | 0,19 | 0,25 |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-14               | 18,65 | 70,24 | 8,02  | 0,46 | 1,35 | 0,54 | 0,29 | 0,10 |      | 0,35 |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-15               | 18,83 | 71,32 | 7,87  | 0,48 | 1,27 | 0,58 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-16               | 17,94 | 70,12 | 7,58  | 0,57 | 1,91 | 0,59 | 0,53 | 0,28 | 0,28 |      | 0,19 |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-17               | 18,68 | 71,16 | 7,52  | 0,46 | 1,43 | 0,46 | 0,16 | 0,13 |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-18               | 18,46 | 71,30 | 8,06  | 0,53 | 1,00 |      | 0,40 |      |      | 0,25 |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-19               | 18,70 | 71,20 | 8,40  | 0,40 | 1,30 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 15       | Si(Li) |
| LV12-20               | 18,92 | 70,82 | 7,82  | 0,43 | 1,27 | 0,49 |      | 0,09 |      |      |      | 0,10 | 0,08 |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-21               | 19,63 | 69,85 | 8,83  | 0,42 | 1,27 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-22               | 17,88 | 72,17 | 8,07  | 0,30 | 1,18 | 0,12 | 0,25 |      |      |      | 0,01 | 0,01 |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-23               | 17,30 | 72,90 | 7,90  | 0,30 | 0,80 | 0,50 | 0,20 | 0,05 |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-24               | 19,15 | 69,95 | 7,76  | 0,72 | 1,25 | 0,45 | 0,30 | 0,12 | 0,30 |      |      |      |      |      |      |      | 15 20 30 | Si(Li) |
| LV12-25               | 17,86 | 70,89 | 7,99  | 0,50 | 1,09 | 0,58 | 0,36 | 0,09 | 0,15 | 0,49 |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-26               | 18,87 | 70,87 | 8,09  | 0,39 | 1,15 | 0,63 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-27               | 18,60 | 70,42 | 7,99  | 0,47 | 1,24 | 0,44 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-28               | 18,50 | 69,70 | 7,90  | 0,50 | 1,30 | 0,50 | 0,30 |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-29               | 17,97 | 71,75 | 7,98  | 0,28 | 1,22 | 0,47 | 0,33 |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-30               | 19,17 | 70,88 | 6,90  | 0,42 | 1,48 | 0,51 | 0,26 | 0,13 | 0,25 |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-32               | 18,02 | 71,64 | 7,84  | 0,40 | 1,32 |      | 0,30 |      | 0,48 |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-33               | 18,87 | 71,67 | 7,86  | 0,35 | 1,27 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-34               | 18,73 | 70,77 | 7,98  | 0,49 | 1,24 | 0,50 | 0,30 |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-35               | 18,33 | 71,57 | 7,80  | 0,37 | 1,33 |      |      |      | 0,27 |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-36               | 17,01 | 70,16 | 7,53  | 0,24 |      | 0,48 | 0,14 |      | 0,16 |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-37               | 16,69 | 71,41 | 8,04  | 0,36 | 1,66 | 1,01 | 0,60 |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-38               | 18,45 | 70,63 | 7,87  | 0,37 | 1,27 | 0,52 | 0,26 | 0,09 | 0,04 | 0,47 | 0,03 |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-39               | 19,20 | 70,60 | 8,10  | 0,40 | 1,20 | 0,50 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Ge     |
| LV12-40               | 18,47 | 71,08 | 8,07  | 0,43 | 1,06 | 0,61 | 0,17 | 0,10 |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-41               | 18,32 | 71,43 | 7,97  | 0,56 | 0,92 | 0,60 |      | 0,07 |      |      |      | 0,13 |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-42               | 17,20 | 71,00 | 7,90  | 0,27 | 1,06 | 0,80 | 0,08 | 0,06 |      | 1,65 |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-43               | 18,18 | 71,43 | 7,76  | 0,33 | 1,08 | 0,53 | 0,25 | 0,14 |      | 0,30 |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-44               | 18,46 | 70,75 | 7,72  | 0,47 | 1,05 | 0,54 | 0,54 | 0,07 |      | 0,38 | 0,03 |      |      |      |      |      | 25       | Si(Li) |
| LV12-45               | 18,20 | 70,70 | 8,10  | 0,50 | 1,20 | 0,70 | 0,20 |      |      |      |      |      |      | 0,40 |      |      | 15       | Si(Li) |
| LV12-46               | 17,72 | 72,17 | 7,71  | 0,34 | 1,10 | 0,66 | 0,18 | 0,09 |      |      |      | 0,03 |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-47               | 18,65 | 70,41 | 8,01  | 0,50 | 1,27 | 0,60 | 0,38 | 0,18 |      |      |      |      |      |      |      |      | 25       | Si(Li) |
| LV12-48               | 18,91 | 70,99 | 8,43  | 0,47 | 1,20 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-49               | 18,30 | 71,50 | 8,50  | 0,40 | 1,30 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 15 20    | Si(Li) |
| LV12-50               | 18,70 | 71,10 | 8,20  | 0,40 | 1,30 |      | 0,30 |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 15 20    | Si(Li) |
| LV12-51               | 18,70 | 70,80 | 8,10  | 0,60 | 1,20 | 0,40 | 0,20 |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 15 20    | Si(Li) |
| LV12-52               | 18,54 | 70,60 | 7,93  | 0,51 | 1,24 | 0,87 |      | 0,10 | 0,03 |      | 0,03 | 0,11 | 0,02 |      | 0,02 |      | 15       | Si(Li) |
| LV12-53               | 18,33 | 70,85 | 7,88  | 0,53 | 1,36 | 0,60 | 0,45 |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-54               | 17,46 | 72,23 | 8,08  | 0,30 | 1,48 | 0,45 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-56               | 19,23 | 71,37 | 6,92  | 0,38 | 1,22 | 0,15 | 0,68 | 0,05 |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-57               | 18,42 | 70,87 | 7,82  | 0,47 | 1,56 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-58               | 18,29 | 70,22 | 7,65  | 0,48 | 1,53 | 1,15 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 15       | Si(Li) |
| LV12-59               | 18,93 | 70,63 | 7,91  | 0,34 | 1,17 | 0,51 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-60               | 18,70 | 71,60 | 7,80  | 0,20 | 1,20 | 0,50 |      |      |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-61               | 18,85 | 70,38 | 7,99  | 0,31 | 1,60 | 0,50 | 0,20 | 0,17 |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-62               | 18,37 | 71,16 | 7,82  | 0,37 | 1,17 | 0,62 | 0,42 | 0,07 |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-63               | 16,83 | 71,73 | 8,06  | 0,51 | 1,68 | 0,53 | 0,37 | 0,29 |      |      |      |      |      |      |      |      | 15       | SDD    |
| LV12-64               | 17,94 | 71,59 | 8,01  | 0,34 | 1,12 | 0,50 | 0,26 | 0,10 |      | 0,14 |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-65               | 16,95 | 69,99 | 10,90 | 0,35 | 1,06 | 0,37 | 0,29 | 0,09 |      |      |      |      |      |      |      |      | 20       | Si(Li) |
| LV12-66               | 17,80 | 70,90 | 7,64  | 0,57 | 1,58 | 0,73 | 0,37 | 0,16 | 0,25 |      |      |      |      |      |      |      | 20       | SDD    |
| LV12-67               | 18,70 | 70,88 | 7,95  | 0,33 | 1,31 | 0,49 | 0,25 | 0,09 |      |      |      |      |      |      |      |      | 30       | Si(Li) |
| LV12-68               | 16,66 | 72,25 | 7,51  | 0,03 | 1,21 | 0,43 | 0,02 | 0,07 |      | 0,47 |      |      |      | 1,32 |      | 0,04 | 30       | SDD    |
| Mittelwert $\bar{x}$  | 18,3  | 71,1  | 7,9   | 0,4  | 1,3  | 0,6  | 0,3  | 0,11 | 0,2  | 0,4  | 0,06 | 0,08 | 0,05 | 0,9  | 0,02 | 0,04 |          |        |
| Standardabw. $\sigma$ | 0,7   | 0,7   | 0,5   | 0,1  | 0,2  | 0,2  | 0,1  | 0,06 | 0,1  | 0,4  | 0,07 | 0,05 | 0,04 | 0,7  |      |      |          |        |
| $\sigma/\bar{x}$      | 4%    | 1%    | 6%    | 26%  | 16%  | 34%  | 44%  | 52%  | 54%  | 94%  | 122% | 69%  | 85%  | 76%  |      |      |          |        |
| Anzahl                | 64    | 64    | 64    | 64   | 61   | 52   | 42   | 32   | 12   | 12   | 6    | 5    | 2    | 2    | 1    | 1    |          |        |

Den Teilnehmern stand die Möglichkeit offen, mit mehreren EDX-Geräten oder auch anderen Methoden (s. Tabelle 2 auf S. 5) ihr Blech zu untersuchen; all diese Einzelergebnisse sind unter einer eigenständigen Teilnehmernummer in Tabelle 1 bzw. Tabelle 2 aufgeführt und in Tabelle 1 farblich hervorgehoben.

Aus Diagramm 1 und Tabelle 1 wird ersichtlich, dass eine Kernfrage der EDX-Analyse darin besteht, festzulegen, welches Element überhaupt in der Probe vorhanden ist.

Die Entscheidung, welche Elemente als sicher angenommen werden können, ist nicht einfach zu treffen. Mögliche (und aus der Politik bekannte) Definitionen zur Anwendung auf Tabelle 1 wären:

- Einstimmigkeit; jeder muss das Element gefunden haben. Das wären hier: Fe, Cr, Ni und Si)
- 2/3-Mehrheit (also min. 43 Teilnehmer): zusätzlich Mn und Cu
- Mehrheitsentscheidung, also *mehr* als die Hälfte (streng genommen keine Änderung, da Vanadium genau von der Hälfte (32 Teilnehmern) genannt wurde)
- 5%-Hürde (wie zum Einzug in ein Parlament): zusätzlich V, Co, Al, P und S
- oder die Zuhilfenahme weiterer Methoden

Zum letzten Punkt passt Tabelle 2, die die wesentlichen Daten der anderen Methoden zeigt.

Tabelle 2 – wesentliche Ergebnisse anderer Methoden

| andere Methoden | Cr   | Fe   | Ni  | Si  | Mn  | Cu   | Mo   | V    | Al    | Co   | Typ               |
|-----------------|------|------|-----|-----|-----|------|------|------|-------|------|-------------------|
| LV12-01*)       | 18,8 | 68,8 | 7,3 | 1,0 | 1,9 | 0,53 | 0,41 | 0,44 | 0,82  |      | Si(Li)+ $\mu$ RFA |
| LV12-07         | 18,5 | 71,2 | 8,0 | 0,4 | 1,2 | 0,51 | 0,26 | 0,11 |       |      | WDX               |
| LV12-55         | 18,5 | 71,9 | 7,4 | 0,2 | 1,3 | 0,43 | 0,24 |      |       |      | Si(Li)+ $\mu$ RFA |
| LV12-100        | 18,3 | 71,6 | 7,8 |     | 1,5 | 0,56 | 0,25 |      |       |      | Si(Li)+ $\mu$ RFA |
| LV12-101        | 18,4 | 70,7 | 8,0 | 0,4 | 1,2 | 0,43 | 0,26 | 0,09 | 0,007 | 0,18 | GDOS              |
| LV12-102        | 18,8 | 70,8 | 7,8 | 0,3 | 1,2 | 0,53 | 0,22 | 0,09 |       | 0,27 | WDX               |
| LV12-104        | 19,3 | 70,4 | 8,0 | 0,3 | 1,3 | 0,56 | 0,23 | 0,09 |       |      | WDX               |
| LV12-105        | 18,6 | 69,9 | 8,0 | 0,4 | 1,1 | 0,51 | 0,24 | 0,11 |       | 0,19 | ICP-OES           |

\*)Aufgrund der doch deutlichen Abweichungen der Werte von Teilnehmer LV12-01 bei einigen Elementen (darunter Aluminium<sup>1</sup>) findet dessen Ergebnis keine weitere statistische Beachtung.

Über die dargestellten Elemente hinaus wurden von den zwei Volumenanalysen für folgende Elemente weitere Werte (auf eine signifikante Stelle gerundet) angegeben.

- LV12-101 (GDOS): W (0,2%), C (0,06%), P (0,03%), Sn (0,009%), Nb (0,008%), S (0,004%), Ti (0,006%), Pb (0,005%) und B (0,001%)
- LV12-105 (ICP-OES): W (0,04%), P (0,03%), Sn (0,008%) und S (0,007%). Arsen wurde zudem eindeutig identifiziert, konnte aber mangels geeigneten Standards nicht quantifiziert werden. C, N, O sowie Halogene sind systembedingt nicht nachweisbar.

<sup>1</sup> Die große Abweichung beim Aluminium liegt vermutlich an einer partiell vorhandenen oberflächlichen Verunreinigung mit Aluminium, die auch von Teilnehmer LV12-14 angemerkt wurde. Da sowohl dieser Teilnehmer im Querschleif kein Aluminium als auch die Volumen-Methode GDOS nur sehr wenig Aluminium gefunden hat, dürften die 0,007% von LV12-101 eine Maximalabschätzung sein.

Schlussfolgerung des Editors zur Frage der vorhandenen Elemente:

*Bezüglich der Frage, welche Elemente nun in bzw. auf der Probe vorhanden sind, tendiere ich zu der subjektiven Annahme, das betreffende Element müsse einstimmig von den drei Partnern (GDOS, ICP und irgendeinem EDX) genannt worden sein. Dies wären hier: Fe, Cr, Ni, Si, Mn, Cu, Mo, V, Co, P, S und W. Darüber hinaus sind sich die beiden Volumenmethoden einig, dass Sn vorhanden ist, was dann wohl auch stimmen dürfte.*

*Für einen Vergleich der EDX-Ergebnisse mit den anderen Methoden wähle ich trotzdem subjektiv nur die Elemente, die die „Mehrheitsentscheidung“ beim EDX ‚gewonnen‘ haben – allerdings mit Vanadium und Kobalt; so viel Entscheidungsfreiheit muss sein. Vanadium ist schließlich nur am Unterschied zwischen „größer“ und „größer gleich“ gescheitert, und Kobalt ist immerhin deutlich höher konzentriert als Vanadium.*

Tabelle 3 – Statistische Betrachtung der ‚sicheren‘ Elemente aus Tabelle 1 und Tabelle 2

| EDX - sichere Elemente      | Cr   | Fe   | Ni  | Si   | Mn  | Cu   | Mo   | V    | Co   |
|-----------------------------|------|------|-----|------|-----|------|------|------|------|
| Mittelwert $\bar{x}$        | 18,3 | 71,1 | 7,9 | 0,4  | 1,3 | 0,6  | 0,3  | 0,11 | 0,4  |
| Standardabweichung $\sigma$ | 0,7  | 0,7  | 0,5 | 0,1  | 0,2 | 0,2  | 0,1  | 0,06 | 0,4  |
| andere Methoden             |      |      |     |      |     |      |      |      |      |
| Mittelwert $\bar{x}$        | 18,6 | 70,9 | 7,8 | 0,31 | 1,3 | 0,50 | 0,24 | 0,10 | 0,21 |
| Standardabweichung $\sigma$ | 0,3  | 0,7  | 0,2 | 0,09 | 0,1 | 0,05 | 0,02 | 0,01 | 0,05 |

## Filterung der Ergebnisse nach bestimmten Kriterien

### Hersteller

Tabelle 4 – EDX-Ergebnisse nach Hersteller „A“ gefiltert

| A                           | Cr   | Fe   | Ni  | Si  | Mn  | Cu  | Mo  | V    | Co   |
|-----------------------------|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|------|------|
| Mittelwert $\bar{x}$        | 17,8 | 71,3 | 7,9 | 0,3 | 1,3 | 0,6 | 0,3 | 0,12 | 0,6  |
| Standardabweichung $\sigma$ | 0,7  | 0,9  | 0,3 | 0,1 | 0,3 | 0,2 | 0,1 | 0,07 | 0,6  |
| $\sigma/\bar{x}$            | 4%   | 1%   | 4%  | 40% | 25% | 36% | 57% | 55%  | 113% |
| Anzahl                      | 14   | 14   | 14  | 14  | 12  | 14  | 13  | 11   | 5    |

Tabelle 5 – EDX-Ergebnisse nach Hersteller „B“ gefiltert

| B                           | Cr   | Fe   | Ni  | Si   | Mn  | Cu   | Mo  | V    | Co  |
|-----------------------------|------|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|
| Mittelwert $\bar{x}$        | 18,3 | 71,0 | 8,0 | 0,50 | 1,2 | 0,59 | 0,4 | 0,13 | 0,4 |
| Standardabweichung $\sigma$ | 0,6  | 0,6  | 0,1 | 0,05 | 0,2 | 0,05 | 0,1 | 0,09 | 0,1 |
| $\sigma/\bar{x}$            | 3%   | 1%   | 1%  | 10%  | 18% | 9%   | 27% | 68%  | 29% |
| Anzahl                      | 11   | 11   | 11  | 11   | 11  | 9    | 9   | 6    | 4   |

Tabelle 6 – EDX-Ergebnisse nach Hersteller „C“ gefiltert

| C                           | Cr   | Fe   | Ni  | Si   | Mn  | Cu  | Mo   | V    |
|-----------------------------|------|------|-----|------|-----|-----|------|------|
| Mittelwert $\bar{x}$        | 18,6 | 70,8 | 8,1 | 0,42 | 1,3 | 0,5 | 0,27 | 0,09 |
| Standardabweichung $\sigma$ | 0,4  | 0,5  | 0,6 | 0,08 | 0,1 | 0,2 | 0,03 | 0,01 |
| $\sigma/\bar{x}$            | 2%   | 1%   | 8%  | 20%  | 9%  | 38% | 12%  | 15%  |
| Anzahl                      | 24   | 24   | 24  | 24   | 24  | 20  | 10   | 8    |

Tabelle 7 – EDX-Ergebnisse nach Hersteller „D“ gefiltert

| D                           | Cr   | Fe   | Ni  | Si  | Mn   | Cu   | Mo   | V    |
|-----------------------------|------|------|-----|-----|------|------|------|------|
| Mittelwert $\bar{x}$        | 18,6 | 71,0 | 7,6 | 0,5 | 1,37 | 0,48 | 0,28 | 0,12 |
| Standardabweichung $\sigma$ | 0,5  | 0,6  | 0,4 | 0,1 | 0,08 | 0,03 | 0,09 | 0,01 |
| $\sigma/\bar{x}$            | 3%   | 1%   | 5%  | 28% | 6%   | 6%   | 30%  | 12%  |
| Anzahl                      | 6    | 6    | 6   | 6   | 6    | 4    | 5    | 4    |

## Detektortyp

Tabelle 8 – EDX-Ergebnisse nach Detektortyp „SDD“ gefiltert

| SDD                         | Cr   | Fe   | Ni  | Si  | Mn  | Cu  | Mo  | V    |
|-----------------------------|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| Mittelwert $\bar{x}$        | 18,1 | 71,1 | 7,9 | 0,4 | 1,3 | 0,6 | 0,3 | 0,12 |
| Standardabweichung $\sigma$ | 0,8  | 0,7  | 0,3 | 0,1 | 0,2 | 0,2 | 0,1 | 0,06 |
| $\sigma/\bar{x}$            | 4%   | 1%   | 4%  | 30% | 18% | 31% | 47% | 49%  |
| Anzahl                      | 29   | 29   | 29  | 29  | 27  | 27  | 22  | 19   |

Tabelle 9 – EDX-Ergebnisse nach Detektortyp „Si(Li)“ gefiltert

| Si(Li)                      | Cr   | Fe   | Ni  | Si  | Mn  | Cu  | Mo  | V    |
|-----------------------------|------|------|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| Mittelwert $\bar{x}$        | 18,5 | 71,1 | 8,0 | 0,4 | 1,3 | 0,5 | 0,4 | 0,11 |
| Standardabweichung $\sigma$ | 0,5  | 0,8  | 0,6 | 0,1 | 0,2 | 0,2 | 0,1 | 0,06 |
| $\sigma/\bar{x}$            | 3%   | 1%   | 7%  | 23% | 14% | 39% | 39% | 58%  |
| Anzahl                      | 34   | 34   | 34  | 34  | 33  | 24  | 20  | 13   |

## Beschleunigungsspannung

Die Filterung nach den Beschleunigungsspannungen erbringt keine nennenswerten Details.  
Verwendet wurden:

15 kV: 6-mal

20 kV: 47-mal

25 kV: 2-mal

30 kV: 3-mal

mehrere verschiedene Beschleunigungsspannungen: 6-mal



## Kommentare / Diskussion

Provokant ausgedrückt, ist die Identifizierung der nachweisbaren Elemente im EDX-Spektrum schwieriger als deren Quantifizierung. Wenn erstmal die Entscheidung gefallen ist, welche Elemente vorhanden sind, klappt auch deren Quantifizierung.

Aus dem Anstieg der relativen Ungenauigkeit mit geringer werdender Konzentration eines Elementes (Standardabweichung dividiert durch Mittelwert), kann durch Extrapolation auf „100% Ungenauigkeit“ eine Nachweisgrenze im Bereich von 0,05% bis 0,06% berechnet werden. Wenn also die Konzentration eines Elementes in diesem Bereich liegt, geht es ‚nur noch‘ um die Frage, ob es überhaupt vorhanden ist. Phosphor und Schwefel könnte also eventuell gerade eben so nachgewiesen werden.

Erschwert wird diese Entscheidung generell durch Überlagerungen des Elementsignals mit denen anderer Elemente oder Artefakten.

Besonders hervorzuheben sind hier die Überlagerungen

- a) von Mangan mit Chrom und Eisen
- b) von Kobalt mit Eisen (und Nickel)
- c) von Schwefel mit Molybdän
- d) von Wolfram mit Silizium und Nickel

Überlagerung a) wurde trotz eines Mangan-Gehalts von nur knapp über 1% sehr souverän erkannt und gelöst. Bei der Überlagerung b) hingegen sieht es mit einem Kobalt-Gehalt von < 0,5% neben dem übermächtigen Eisen- $K_{\beta}$ -Signal so schlecht aus, dass nur 12 von 64 Teilnehmern der Ansicht sind, Kobalt sei vorhanden. Im Fall c) fiel das Ergebnis eindeutig zu Gunsten von Molybdän aus (42 zu 5 Nennungen), was laut den anderen Methoden auch stimmen dürfte (Schwefel-Gehalt nur ~0,005%). Für Fall d) wird die Aussage hinsichtlich Wolframs im EDX so unsicher, dass nur 2 EDX-Teilnehmer es gefunden haben. Eventuell sind hierfür aber auch unterschiedliche Wolfram-Konzentrationen an der Oberfläche und im Volumen verantwortlich.

Das einmal gefundene Calcium könnte als Escape-Peak von Chrom interpretiert werden, wobei dann fast schon wundert, dass nicht ein einziges Mal der Escape-Peak von Eisen als Lanthan fehlinterpretiert wurde. Bei den Summen-Peaks ist die Verwechslungsgefahr bei weitem nicht so hoch.

Erfreulicherweise sind SDD-Detektoren inzwischen nicht mehr von Si(Li)-Detektoren zu unterscheiden. Ebenso hat die verwendete Beschleunigungsspannung keinen Einfluss auf die Genauigkeit des Ergebnisses.

## 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>