

## HVG-Mitteilung Nr. 2092

XRF-Ringversuchsergebnisse an einem Spuren-Referenzglas

L. Meckel, Schott AG, Mainz; A. Bartram, Rexam Glass, Nienburg

Vortrag im Unterausschuss Glasanalyse des FA I der DGG

Die European Commission brachte 1999 ein Trace Reference Material, ein Spuren-Referenz-Glas mit der Bezeichnung CRM 664 heraus. Dieses Glas, ein Kalk-Natron-Glas mit Dotierungen von Antimon, Arsen, Barium, Cadmium, Chlorid, Chrom, Cobalt, Blei und Selen wurde bei der SCHOTT AG in Mainz geschmolzen. Das Glas wurde mit einem internationalen Ringversuch auf diese Elemente zertifiziert – auch mit der Beteiligung der Mitglieder im UA-Glasanalyse des FA I der DGG. Die Koordination lag bei E. Guadagnino von der Stazione Sperimentale del Vetro. Die Ergebnisse sind unter [1] veröffentlicht. In Tabelle 1 sind die zertifizierten Spurenelement-Konzentrationen in diesem Glas aufgelistet.

Element	zertifizierter Wert (mg/kg)	Unsicherheit (mg/kg)
As	5,9	0,4
Ba	29,1	0,7
Cd	5,7	0,4
Co	2,77	0,21
Cl	68,4	7,7
Cr	2,65	0,13
Pb	53,1	2,6
Sb	24,3	1,0
Se	8,6	0,5

Tabelle 1: Spurenelement-Konzentrationen im Spuren-Referenz-Glas CRM 664.

Dieses Glas wurde für die nasschemische Spurenanalyse konzipiert, aber die Handelsform bereits so gewählt, dass auch die Röntgenfluoreszenz XRF zur Analyse dieses Materials eingesetzt werden kann. Im UA-Glasanalyse wurde dieses Glas nun mittels der XRF auf seine Haupt- und Nebenkomponenten untersucht und als Vergleichsmaterial zertifiziert. Somit steht ein weiteres Kalk-Natron-Glas als Kalibrier- bzw. Kontrollmaterial für diese Analysenmethode zur Verfügung.

Folgende Laboratorien haben an dem Ringversuch teilgenommen:

- ANZAPLAN GmbH
- Bayer. Flaschenglashüttenwerke, Steinbach
- BSN GLASSPACK GmbH & Co KG, Düsseldorf
- CRITT Matériaux, Schiltigheim
- Fraunhofer-Institut für Silicatforschung, Würzburg
- PANalytical
- Saint-Gobain Glass Deutschland GmbH, Aachen
- SCHOTT AG, Mainz
- URSA, Neu-Isenburg
- VEGLA Vereinigte Glaswerke GmbH, Aachen
- Zentrum für Glas- und Umweltanalytik, Ilmenau-Unterpörlitz

## XRF-Ringversuchsergebnisse an einem Spuren-Referenzglas

Um den Einfluss der Probenpräparation auszuschließen, wurde ein einziger Prüfkörper hergestellt und im Ringtausch in den jeweiligen Laboratorien vermessen. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 2 aufgeführt (X = Mittelwert, s = Standardabweichung). Nicht statistisch ausreichend gesicherte Analysenergebnisse sind als Orientierungswerte der Tabelle 3 zu entnehmen.

Die Ringversuchsergebnisse zeigen, dass die XRF zur Analyse der Spuren-element-Konzentrationen in Glas, im Bereich < 50 mg/kg (ppm) nur bedingt einsetzbar ist. Innerhalb der Laboratorien wurde aber bei den Haupt- und Nebenbestandteilen eine sehr gute Übereinstimmung bei den Messergebnissen erzielt.

Labor Nr.:	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O
1	71,3	1,29	4,19	6,68	15,16	0,374
2	71,58	1,28	3,96	6,73	15,27	0,39
3	71,61	1,31	4,208	6,75	15,08	0,385
4	71,48	1,29	4,32	6,71	15,89	0,377
5	71,4	1,301	4,16	6,8	15,01	0,39
6	71,39	1,23	3,97	6,74	15,51	0,38
7	71,41	1,3	4,18	6,78	15,101	0,38
8	71,5	1,3	4,09	6,77	15,11	0,39
	70,8	1,28	3,95	6,81	14,82	0,4
9	70,87	1,36	4,35	6,45	15,12	0,404
10	71,22	1,31	4,18	6,83	15,28	0,401
11	71,5	1,29	4,01	6,7	14,9	0,36
X	71,45	1,29	4,14	6,73	15,21	0,39
s	0,111	0,026	0,131	0,104	0,283	0,0101
zertifiziert						

Labor Nr.:	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	Cl	PbO	BaO
1	0,149	0,206	0,353	0,011	0,008	
2	0,153	0,207	0,419		0,006	0
3	0,146	0,205	0,391	0,006	0,0057	0,0031
4	0,15	0,204	0,397	0,004		0,0024
5	0,148	0,201	0,41		0,0067	
6		0,21	0,56			0,02
7	0,152	0,211	0,401	0,004	0,00601	0,009
8	0,143	0,216	0,46			0,16
	0,149	0,215	0,65		0,0067	0,0056
9	0,145	0,206	0,393	0,015	0,0065	0,0033
10	0,155	0,208	0,41	0,006	0,005	
11	0,154	0,215	0,41			
X	0,15	0,208	0,44		0,0061	
s	0,005	0,005	0,088		0,00093	
zertifiziert				0,0068	0,0057	0,0032

**Lab.Nr.:8** Schmelzlinge mit Lithiumborat und 2 unterschiedlichen Messprogrammen  
Ergebnisse in die Statistik eingerechnet

**Tabelle 2:** Ringversuch Spurenreferenzglas (CRM 664) Konzentrationsangaben in % [m/m].

Labor Nr.:	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	CoO	NiO	CuO
1	0	0,001				
2	0,0004	0,0003	0,0046	0,0003	0,0002	0
3						
4						
5						
6		0,0014				
7						
8	0,001 0,0009	0,001			0,0007	
9	0,0007	0,0007	0,0036	0,0003	0,004	0,0001
10	0,001	0,001				
11						
X						
s						
zertifiziert	0,0004			0,0004		

Labor Nr.:	ZnO	Se	ZrO <sub>2</sub>
1			
2			
3		0,0008	
4			
5			
6			
7	0,0019		
9	0,00016	0,0014	0,00015
10			
11			
X			
s			
zertifiziert		0,0009	

**Lab.Nr.:8** Schmelzlinge mit Lithiumborat und 2 unterschiedlichen Messprogrammen  
Ergebnisse in die Statistik eingerechnet

Tabelle 3: Orientierungswerte.

### Literatur

- [1] Ph. Quevauviller, E. Guadagnino: European Commission bcr information EUR 18852 EN, (1999).

