

Industrielle Analytik — Aufgaben und Problemlösungen*

Karl Heinz Koch

Hoesch Stahl AG, Chemische Laboratorien, D-4600 Dortmund 1, Bundesrepublik Deutschland

Industrial Analysis — Problems and their Solutions

Summary. Industrial analysis means the whole chemical-analytical activities that are needed for an industrial process or for different steps of a complex production unit. It has to face up to technical and economic challenges. The problems connected with the investigation of inorganic and organic materials and the multielement and multicomponent determinations are discussed by examples from the iron and steel industry. The problems were solved in most cases by instrumental methods.

After a statement about the advantages of rapid and special methods closely adapted to the process in question, the analysis of raw materials and products, i.e. metallic, oxidic and organic substances, are described. Finally, the importance of analytical chemistry for material science is stressed, and an outlook is attempted for the further development in the field of analytical chemistry relevant to industrial processes.

Zusammenfassung. Der Ausdruck „Industrielle Analytik“ umfaßt die gesamte chemisch-analytische Tätigkeit, die für einen industriellen Prozeßablauf oder für mehrere Produktionsschritte einer Produktionseinheit zu verrichten ist. Sie hat prozeßbezogenen Forderungen zu genügen und muß wirtschaftlichen Erfordernissen gerecht werden. An Beispielen aus dem Bereich der Eisen- und Stahlindustrie wird die Problematik der Untersuchung von anorganischen und organischen Stoffen auf eine Vielzahl von Komponenten erörtert. Dabei waren die gestellten Aufgaben in aller Regel nur durch instrumentelle Verfahren lösbar.

Nach einer Darstellung der Vorteile schneller, prozeßgerechter Analysenverfahren werden Problemlösungen bei der Untersuchung von Einsatzstoffen und Produkten aus dem metallischen, oxidischen und organischen Bereich beschrieben. Ferner wird die Bedeutung der Analytik für die Werkstoffkunde herausgestellt und ein Ausblick auf die Weiterentwicklung der Analytik versucht.

1. Einleitung

Der an den Anfang gestellte Begriff „Industrielle Analytik“ verlangt zunächst nach einer Erläuterung: Hierunter soll die

* Vorgetragen beim Analytischen Kolloquium der Fachabteilung Instrumentelle Analytik der Universität Duisburg — Gesamthochschule — in Duisburg am 10. 11. 1983

insgesamt für einen industriellen Prozeßablauf oder mehrere Produktionsschritte einer (weitgefächerten) Produktionseinheit oder die allgemein für industrielle Belange auszuführende chemisch-analytische Tätigkeit verstanden werden. Sie hat prozeßbezogenen Forderungen zu genügen und muß wirtschaftlichen Erfordernissen gerecht werden. Unter diesen Aspekten, vor allem der Zeitgerechtheit und Wirtschaftlichkeit, sind in aller Regel eine Vielzahl von Stoffen — häufig anorganischer *und* organischer Natur — auf eine Vielzahl von Komponenten zu untersuchen. Diese Aufgaben sind nur durch die Anwendung mehrerer Analysenprinzipien lösbar. Dabei ist industrielle Analytik heute weitgehend instrumentelle Analytik.

Die nachfolgenden Ausführungen und Beispiele entstammen zwar dem analytischen Bereich der Eisen- und Stahlindustrie, sie besitzen aber beispielhaften Charakter, von dem sich eine gewisse Allgemeingültigkeit ableiten lassen dürfte. Es sollte an dieser Stelle außerdem festgehalten werden, daß in diesem Fall nur die Chemie und hier insbesondere die Analytische Chemie den gesamten Produktionsablauf vom Eingang der Roh- und Hilfsstoffe bis zum Ausgang der Produkte überspannt, während andere Prüfmethoden stets nur Teilbereiche betreffen.

Werkstoffentwicklung und Werkstoffherstellung stellen zu allen Zeiten eine Herausforderung an die Analytische Chemie dar. Diese Herausforderung wurde in der Vergangenheit von den Analytikern stets problem- und zukunftsorientiert angenommen, und so wird es in der Zukunft nicht anders sein [1]. An dieser Stelle sei als Beleg aus der jüngeren Vergangenheit erwähnt, daß erst der Einzug der Emissionsspektrometrie in die Hüttenlaboratorien ein neues Zeitalter der Stahlherstellung ermöglichte [2] und daß heute eine gezielte Schmelzführung bei den Sauerstoffblasverfahren [3] und eine Sicherstellung der Produktqualität ohne die moderne Spektrometrie nicht möglich ist [4].

2. Aufgaben der industriellen Analytik

2.1 Probenahme

Der allgemeine Auftrag zielt immer auf die Optimierung der Untersuchungstechnik und mit ihrer Hilfe auf diejenige des Produktionsablaufes, wobei sich die einzelnen Aufgaben aus den jeweiligen Anforderungen, in diesem Fall der metallurgischen Prozesse, ergeben. Am Beginn einer jeden analytischen Untersuchung steht — so auch hier — die stoff- und sachgerechte Probenahme. Bei der Produktionsüberwachung in einem Stahlwerk besteht beispielsweise die Aufgabe darin, aus einer Schmelze von 200 oder gar 300 t Stahl eine

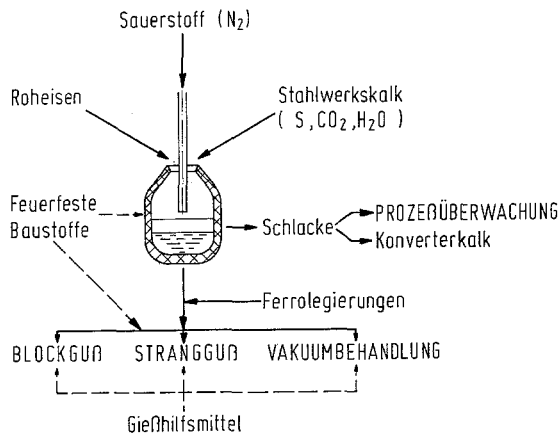


Abb. 1. Metallurgische und stoffliche Bereiche der Analytischen Chemie bei den Sauerstoffblasverfahren zur Stahlherstellung

für das Material oder den Prozeß charakteristische (repräsentative) Probe zu entnehmen. Bei einer Masse einer aus der flüssigen Schmelze entnommenen Primärprobe von 200 g und im Falle der Spektralanalyse einer effektiv zur Untersuchung gelangenden Probe von rund 0,5–1 mg stehen die Massen im Verhältnis 1:10⁶ bzw. 1:10¹¹. Allein diese Zahlen mögen die mit der Probenahme verbundene Problematik, aber auch ihre Bedeutung für die gezielte Herstellung bestimmter Produkte aufzeigen.

Jahrelange intensive Arbeiten haben schließlich zu dem heute erreichten Stand der Technik geführt [5]. Als Endpunkt dieser Entwicklung ist die automatische Entnahme von Stahlproben aus dem stehenden (blasenden) Konverter zu erwähnen [6].

Auf andere Techniken der Probenahme von festen, flüssigen und gasförmigen Stoffen kann trotz manch interessanter Aspekte zu diesem Zeitpunkt leider nicht eingegangen werden. Allein ein Schema über die Schwerpunkte chemischer Analytik in einem Blasstahlwerk macht die Vielfalt der Fragestellungen deutlich (Abb. 1).

2.2 Instrumentelle Analytik zur Lösung prozeßbedingter Aufgaben (chemische Prozeßanalytik)

Eingangs war bereits angedeutet worden, daß industrielle Analytik in weiten Bereichen instrumentelle Analytik ist. Das gilt insbesondere für die Lösung prozeßbedingter Aufgaben, d.h. bei der Untersuchung der an verschiedenen Punkten des betrieblichen Ablaufes entnommenen Proben. Dabei erfolgt in Hüttenwerken die Analyse der metallischen Proben (Roheisen und Stahl) überwiegend mittels der Emissionsspektrometrie, während höherlegierte Stähle und oxidische Proben mittels Röntgenfluoreszenzspektrometrie analysiert werden. Beide Analysenprinzipien wurden bereits vor rund 25 bzw. 15 Jahren in die Eisen- und Stahlindustrie eingeführt; mit ihrer Hilfe wird heute der größte Teil der analytischen Aufgaben bei der Eisen- und Stahlherstellung erfüllt [2].

Die damit gegebenen Möglichkeiten zu einer prozeßgerechten Analytik hatte nicht nur eine Neuinstrumentierung, sondern auch eine Neuorientierung der analytischen Labors zur Folge. Aus der strategischen Aufgabe der zeitgerechten Prozeßkontrolle erwachsen die analytischen Aufgaben der Methodoptimierung. Erst die systematische Untersuchung, beispielsweise der Verfahrensparameter bei

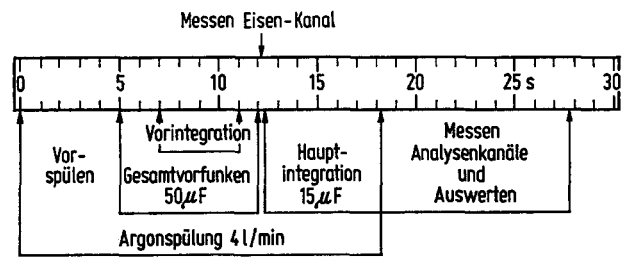


Abb. 2. Zeitablaufschemata der spektrometrischen Stahlanalyse nach dem HEPS-Verfahren

der Emissionsspektrometrie und die Beschäftigung mit dem Geschehen im Brennfleck metallischer Proben (Aufschmelzen eines Teilbereiches der Probenoberfläche), führte zu immer kürzeren Analysenzeiten (Abb. 2). Diese Entwicklung ist hinsichtlich der Optimierung der Anregungsbedingungen durch die beiden Anregungsformen „High energy pre-sparking“ (HEPS) [7] und „High repetition rate source“ (HRRS) [8] charakterisiert. Die Entwicklung des Zeitbedarfs beispielsweise für die Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes in Stählen zeigt eindrucksvoll die enge Beziehung zwischen verfahrenstechnischem Erfordernis und analytischer Problemlösung: Während zur Zeit des Bessemer-Verfahrens vor rund 130 Jahren eine Kohlenstoffbestimmung etwa 7 h dauerte, ist sie heute mit Hilfe der Emissionsspektrometrie in 7 s möglich.

Die durchgreifende Rationalisierung der Laborarbeit gelang durch den steigenden Einsatz von EDV-Anlagen, die zunächst nur der Gerätesteuerung und der reinen Meßwertverarbeitung dienten [9], schließlich geräte- oder gar laborübergreifende Funktionen erhielten [10]. Wie in anderen Wirtschaftszweigen vollzog und vollzieht sich — neuerlich durch die Verwendung von Mikroprozessoren — eine Automation in und mit der Analytischen Chemie [11].

Unter dem Blickwinkel der Wirtschaftlichkeit und der Kostenminimierung als Bestandteil der gestellten Aufgabe lassen sich die Vorteile schneller, prozeßgerechter Analysenverfahren wie folgt zusammenfassen:

1. Verringerung der Anzahl von Fehlchargen und damit Erhöhung der Treffsicherheit hinsichtlich der chemischen Zusammensetzung der Produkte;
2. Erhöhung der Qualität der Produkte;
3. Senkung der spezifischen Kosten des Produktionsbetriebes durch kurze Analysenzeiten;
4. Senkung der Kosten für Zuschlag- und Hilfsstoffe durch Erhöhung der Genauigkeit der Analysenverfahren;
5. Senkung der spezifischen Analysenkosten;
6. Steigerung der Produktivität des Laboratoriums, d.h. der Bestimmung pro Mann und Zeit.

Um einen Herstellungsprozeß führen und ein Produkt erzeugen zu können, bedarf es bestimmter Roh-, Hilfs- und Verfahrensstoffe. Daher gehören zum Bereich der chemischen Prozeßanalytik auch folgende Aufgaben, die außerdem noch zeigen, daß sowohl anorganische wie organische Stoffe Untersuchungsgegenstand in der Stahlindustrie sind. Folgende drei Beispiele sollen diese analytischen Teilgebiete erläutern:

1. Aus dem Bereich der metallischen Stoffe: Die Analyse von Ferrolegierungen als die Mittel zur Erzielung vorgegebener Werkstoffzusammensetzungen;
2. Aus dem Bereich der oxidischen Stoffe: Die Analyse der Stahlwerksschlacke zur Gewinnung von Größen für die Steuerung des Prozesses;

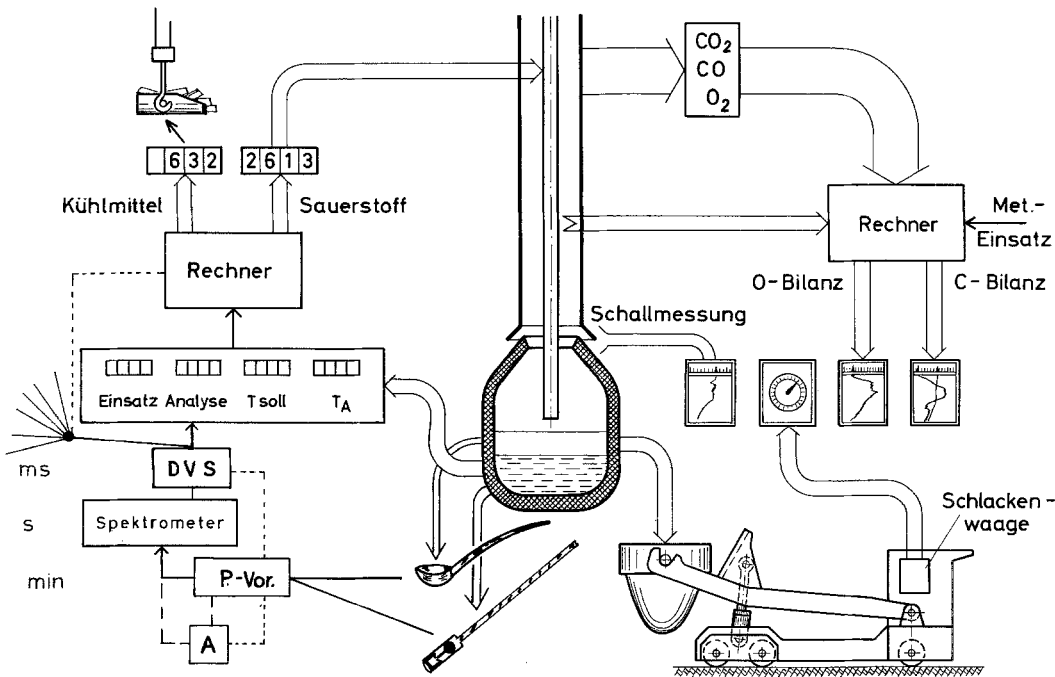


Abb. 3
Proben- und Datenflußschema bei der Prozeßüberwachung eines Sauerstoffblasstahlwerkes

3. Aus dem Bereich organischer Stoffe: Die Untersuchung von Walzölen im Rahmen der Prozeßkontrolle eines Walzverfahrens.

Zu 1. Ferrolegerungen enthalten meist zum überwiegenden Teil das Element, das dem flüssigen Rohstahl als Legierungsbestandteil zugegeben wird, um eine bestimmte Werkstoffeigenschaft zu erzeugen. Neben der für den Einkauf verbindlichen, nicht zeitgebundenen Analyse benötigt der Betrieb unter Umständen zu Dispositionszwecken die schnelle Analyse einer Lieferung. Diese Aufgabe kann auf zwei Wegen gelöst werden: Durch Oxidation und Aufschluß der Probe [12] oder durch Umschmelzen der Probe unter Zugabe von Reineisen [13]. Die anschließende Analyse erfolgt im ersten Falle vorzugsweise mittels Röntgenfluoreszenzspektrometrie (RFA), im zweiten problemorientiert mit der Emissionsspektrometrie (OES) oder RFA.

Zu 2. Zur Prozeßsteuerung von Sauerstoffblasstahlwerken wird neben der schnellen Stahl- und der kontinuierlichen Abgasanalyse eine schnelle Schlackenanalyse benötigt. Die Kenntnis der Schlackenzusammensetzung gestattet die Berechnung der Gehalte bestimmter Elemente des flüssigen Stahls, der mit der Schlacke in Berührung steht (angenäherte chemische Reaktionsgleichgewichte). Ferner wird auf diese Weise bei gleichzeitiger Erfassung von Einsatzgewichten, Temperaturabläufen usw. die Aufstellung von Wärme- und Mengenbilanzen möglich, die u. a. für die Berechnung von Schrott- und Erzsätzen zur Temperatureinstellung der Schmelzen benötigt werden (Abb. 3).

Die gestellte analytische Aufgabe wurde wie folgt gelöst: Da sich ein Schmelzaufschluß als zu langwierig erwies, wurde ein Preßlingsverfahren erarbeitet, bei dem die Stahlwerksschlacke lediglich mit einer Scheibenschwingmühle zerkleinert, gesiebt und in eine Alu-Kapsel gepreßt wird. Die anschließende Analyse erfolgt mit einem simultanmessenden Röntgenfluoreszenzspektrometer [14]. Für die Auswertung sind spezielle Eichkurven notwendig, die natürlich matrixabhängig sind. Für die Untersuchung von Erzen, Sintern und

anderen oxidischen Einsatzstoffen wurde ein allgemein anwendbares Aufschlußverfahren bearbeitet, um einen rationalen Einsatz der Geräte zu erreichen.

Zu 3. Beim Kaltwalzen von Stahlband werden zur Verringerung der mechanischen Belastung, zur Wärmeabfuhr und zum Transport von Eisenabrieb Walzölemulsionen eingesetzt. Diese unterliegen dabei einer starken thermischen und mechanischen Belastung und erfahren Veränderungen ihrer chemischen und technologischen Eigenschaften, die zu Verschmutzungen an Walzen und Blechen führen können. Daher ist die Kenntnis chemischer Veränderungen der charakteristischen Komponenten dieser Emulsionen von großem Interesse.

Die Kennzeichnung von Walzölen geschieht noch hauptsächlich mit physikalisch-chemischen Daten, wie Oberflächenspannung, Leitfähigkeit sowie Verseifungszahl und pH-Wert. Zur Erkennung von chemischen Veränderungen des Emulsionszustandes während des Walzprozesses sind diese Größen häufig nicht aussagefähig genug. Die analytische Problematik liegt in der hohen Siedetemperatur der in den Ölen enthaltenen Fettsäuren. An synthetischen Walzölen wurde daher die Analyse der Einzelkomponenten versucht. Zur Lösung dieser analytischen Aufgabe wurde die Massenspektrometrie mit gas-chromatographischer Vortrennung (GC-MS) herangezogen [15]. Rechner, Bildschirm und Plotter ermöglichen eine schnelle Auswertung und Darstellung der Ergebnisse, wobei in diesem Fall eine gespeicherte Spektrenbibliothek mit mehr als 31000 organischen Verbindungen eine unschätzbare Interpretationshilfe darstellt und in sehr vielen Fällen eine schnelle qualitative Identifizierung ermöglicht hat. Abbildung 4 zeigt in der oberen Darstellung das Gesamt-Gas-Chromatogramm eines Öles, darunter die ersten 7,5 min des Gesamtablaufes der Analyse. Es wird hier die Vielfalt der Inhaltsstoffe deutlich, von denen 11 Fettsäuremethylester (C₉ bis C₂₃) identifiziert und quantifiziert werden konnten. Zur Überprüfung der Ergebnisse kann in vielen Fällen die IR-Spektrometrie herangezogen werden.

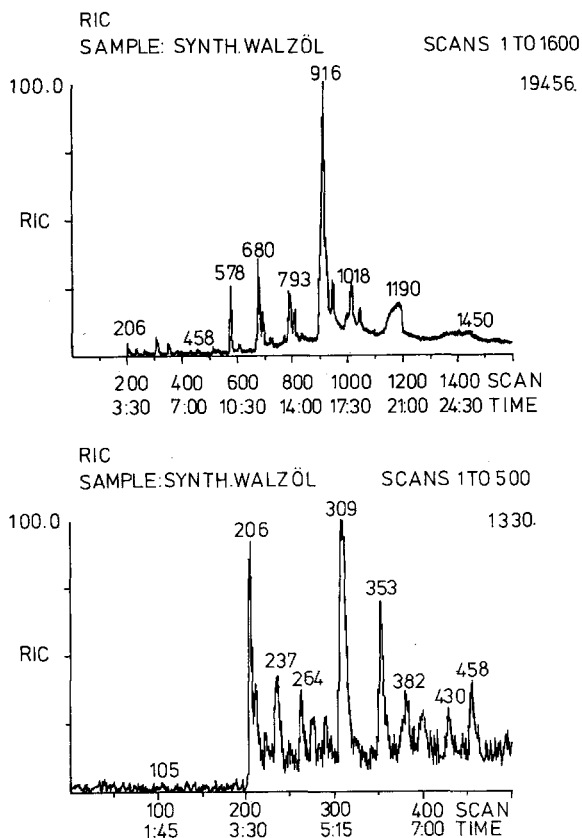


Abb. 4. Ergebnis der GC/MS-Untersuchung eines Walzöles

2.3 Analyse der Einsatzstoffe und Produkte

Bei der Analyse der Einsatzstoffe und Produkte spielt die Atomspektroskopie ebenfalls die hervorragende Rolle. Atomabsorptions- und ICP-Spektrometrie (ICP-OES) sind die dominierenden Analysenprinzipien, die nicht nur der Charakterisierung der genannten Stoffe dienen, sondern auch als Referenzverfahren zur Sicherstellung der zur Produktionsüberwachung notwendigen Analysendaten dienen [16]. Die hier zu erwähnende Stoffpalette reicht von festen metallischen und oxidischen Proben bis zu den verschiedenen Betriebswässern, in denen nicht nur die Anteile an Kationen, z. B. mittels AAS oder ICP, sondern auch die an Anionen bestimmt werden müssen. Eine Rationalisierung dieses Aufgabenbereiches war durch Einsatz eines photometrischen Mehrkanal-Analysators möglich [17].

Die Untersuchung der Produkte besitzt natürlich einen besonderen Stellenwert. Zur Qualitätssicherung dieser Produkte muß der Analytiker einen wichtigen Beitrag leisten [4], wobei hierfür zum großen Teil die bereits genannten Analysenprinzipien eingesetzt werden. Hinzu können die noch nicht erwähnten Methoden der Einzelementbestimmung von C, S, O, N und H [18] kommen, auf die an dieser Stelle nicht weiter eingegangen werden kann.

Allerdings sollten noch folgende spektralanalytischen Verfahren der Produktkontrolle und der Werkstoffcharakterisierung erwähnt werden. Um eine Verwechslung von Werkstoffen oder Werkstoffteilen beim Einsatz oder im Fertigungsgang auszuschließen oder eine schnelle Sortierung nach Güteigenschaften zu ermöglichen, wurden fahrbare Spektrometer entwickelt, die in wenigen Sekunden die Identität eines Werkstoffes zu bestimmen gestatten [19]. Die spek-

trale Anregung erfolgt in bekannter Weise mittels Bogen oder Funken über eine flexible Abfunkvorrichtung, der Transport des emittierten Lichtes geschieht mit Glasfaserlichtleitern. Die auf dem Markt befindlichen Geräte unterscheiden sich im wesentlichen in ihren optischen und elektrischen Parametern. Es sollte erwähnt werden, daß es außerdem Systeme gibt, bei denen nicht das Licht, sondern ein vom Prüfgerät erhaltenes Aerosol dem Spektrometer zugeleitet wird [20].

Ein Gebiet, das steigendes Interesse besitzt, ist die Oberflächenanalytik, insbesondere metallischer Werkstoffe. Metalloberflächen weichen in ihrer chemischen Zusammensetzung von der der Werkstoffmatrix ab (bis in den μm -Bereich). Spezielle Anforderungen an Stahlflächprodukte verlangen nach einer möglichst umfassenden Kenntnis der stofflichen Art ihrer Oberflächen. Die Forderung nach einer schnellen Oberflächencharakterisierung und Information vermag die Emissionsspektrometrie mit einer Glimmlampe als Anregungsquelle zu erfüllen [21]. Eine Registrierung von Zeitintensitätskurven der interessierenden Linien erlaubt Aussagen über die durch Kathodenzerstäubung erodierten Schichten einer metallischen Probe. Eine umfassende Nutzung der analytischen Informationen und verschiedene Möglichkeiten der Darstellung in Form von Tiefenprofilen setzt einen entsprechenden Rechnerkomfort voraus [22].

2.4 Spurenanalytik von Produkten

Die Anwendbarkeit der verschiedenen Analysenprinzipien zur Bestimmung von Spurenelementen hängt zunächst einmal von der analytischen Aufgabenstellung ab. Als Spuren werden in dem hier besprochenen Zusammenhang der Stahlanalytik Anteile von 10^{-2} bis $10^{-5}\%$, vorzugsweise aber solche von 10^{-3} bis $10^{-4}\%$, bezeichnet. Wegen des Einflusses der Spurenelemente auf die Eigenschaften der Stähle ergibt sich die Forderung nach zuverlässigen Bestimmungsverfahren [23]. Hier haben sich in der Routine vor allem die AAS und das ICP eingeführt. Beide genannten Methoden haben für die Spurenanalytik interessante Varianten erfahren: Die AAS durch die Graphitofen- bzw. Feststoffproben-techniken [24] sowie durch die Hydridtechnik [25], das ICP z. B. durch Anwendung der Sample Elevator Technique (SET), bei der feste oder flüssige Proben (10 mg bzw. 10 μl) direkt in das brennende Plasma eingeführt werden [26].

Am Rande sollte erwähnt werden, daß sich das ICP auch als Detektor für die Gas-Chromatographie [27] und die Massenspektrometrie eignet.

2.5 Werkstoffkunde und Analytik

Werkstoffkunde und Werkstoffentwicklung bedürfen einer sehr umfassenden Analytik zur Lösung ihrer Probleme. Die dabei dem Analytiker gestellten Aufgaben umfassen zunächst einmal die Bestimmung aller im werkstoffkundlichen Sinne wirksamen Elemente. Die dazu herangezogenen Verfahren wurden im Vorstehenden im wesentlichen behandelt. Hinzu kommen die verschiedenen Gebiete der Phasenanalyse [28]. Phasenanalytische Untersuchungen sind in bestimmten Fällen die konsequente Fortsetzung der nur summarisch beurteilbaren Elementanalysen [29]. Dabei wird unter Phasenanalytik die Summe aller chemischen, chemisch-physikalischen und physikalischen Methoden verstanden, die der Ermittlung der Bindungsformen eines Elementes oder mehrerer Elemente dienen und Aussagen über

Menge, chemische Zusammensetzung, Verteilung, Kristallstruktur, Morphologie u. ä. zulassen.

Typisch für diese Art der analytischen Aufgabenstellung ist, daß nur selten nach „vollständigen Analysenvorschriften“ gearbeitet werden kann und daß die Untersuchungstechnik meist erst der Fragestellung angepaßt werden muß. Das Gebiet der Phasenanalyse ist im Vergleich zur Elementanalytik von einer noch größeren Vielfalt der Untersuchungsmethoden geprägt. Trotz des verbreiteten Einsatzes analytischer Großgeräte zur Lokalanalyse, wie Elektronenstrahlmikrosonde, Ionenmikrosonde, Rasterelektronenmikroskop (REM) u. a. ist in bestimmten Fällen die „Isolierungstechnik“, d. h. die Zerlegung des Werkstoffes in verschiedene Gefügebestandteile, das einzige Mittel, um z. B. Informationen über die Verteilung der vorliegenden Phasen im dreidimensionalen Raum zu erhalten [30].

Als Beispiel für die kombinierte Anwendung der Isolierungstechnik und verschiedener instrumenteller Methoden sei die Phasenanalyse von Oxiden im Stahl erwähnt (Abb. 5). Die Untersuchung z. B. Al-beruhigter Stähle erfolgt durch elektrolytisches Auflösen von etwa 10 g Stahl. Die erhaltenen Oxidmengen genügen für eine Multielementanalyse (z. B. mittels ICP-OES), für eine Röntgenbeugungsaufnahme, eine Untersuchung mit dem REM und/oder dem Lichtmikroskop [31]. Das Ergebnis sind qualitative und quantitative Informationen über die während der Stahlbehandlung auftretenden Oxidphasen.

Als besonderer Hinweis sollte an dieser Stelle erwähnt werden, daß auch die IR-Spektroskopie auf diesem Feld hilfreich sein kann. Mit ihr lassen sich z. B. geringe Boranteile und ihre Bindungsform in Isolaten bestimmen [32].

Ein chemisches Verfahren ganz anderer Art kann zur Beurteilung der Nitridbildung in Stählen herangezogen werden. Die Proben werden in Spanform im Wasserstoffstrom bei 450°C extrahiert („N_H-Verfahren“) [33]. Dabei tritt an der Stahloberfläche eine quantitative Umsetzung des im Eisen gelösten und des als Eisennitrid gebundenen Stickstoffs zu Ammoniak ein. Die Indikation erfolgt konduktometrisch oder coulometrisch in Abhängigkeit von der Zeit [34].

3. Problemlösungen und Auswirkungen

Die Beschreibung der Aufgabenstellungen hat bereits einiges über die Art erkennen lassen, in der Problemlösungen gesucht werden und gezeigt, welche Auswirkungen das analytische Geschehen auf den betrieblichen Ablauf hat. Dabei laufen stets folgende „Lösungsschritte“ ab:

Erkennen des analytischen Problems (abgeleitet aus einem prozeßbedingten Erfordernis, aufgrund eigenen analytischen Sachverständes oder eigener analytischer Forschung);

- Wahl oder Entwicklung des Analysenverfahrens;
- Probenahme und Probevorbereitung;
- Analyse;
- Datenverarbeitung und statistische Auswertung;
- kritische Interpretation.

Bei Problemlösungen, die aus prozeßtechnischen und wirtschaftlichen Gründen gesucht werden müssen, sind fach- und methodenübergreifende Kenntnisse zwingend notwendig.

Die prozeßgerechte Stahlanalyse mit Hilfe der OES hat das Zeitalter der visuellen Gewinnung metallurgisch relevan-

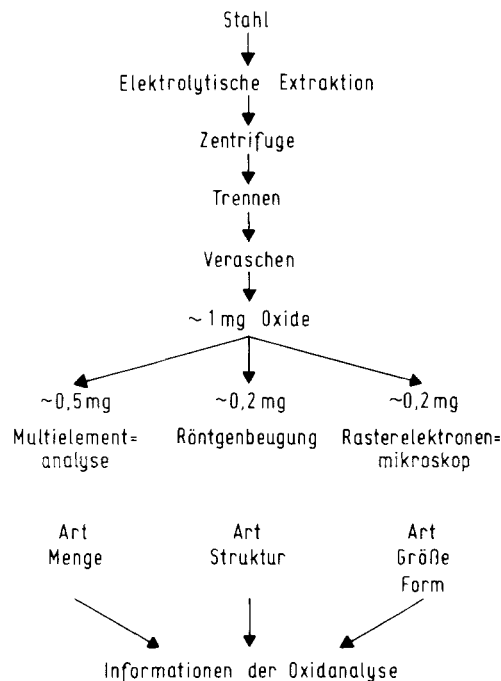


Abb. 5. Isolierung und Analyse von Oxidphasen desoxidierter Stähle

ter Schnellinformationen beendet. Das Zeitschema, Abb. 6, belegt, daß auf dem Wege vom Hochofen bis zum Vergießen des fertigen Stahls die Analyse an allen Betriebspunkten nur einen Bruchteil der betrieblichen „Handlings-Zeit“ beansprucht und damit nicht zu negativen Auswirkungen hinsichtlich der Prozeßdauer führen darf. Das schließt nicht aus, daß in speziellen Fällen weiter nach Problemlösungen gesucht werden muß, die z. B. ein Messen im on-line-Verfahren erlauben. Hier darf als Beispiel die EMK-Messung zur Bestimmung der Sauerstoffaktivität in Stahlschmelzen erwähnt werden [35].

Die ständigen Forderungen nach der Wirtschaftlichkeit von Verfahren werden die Entwicklung weitertreiben und neue Problemlösungen, die durch einen höheren Grad der Automatisierung gekennzeichnet sind, werden die Folge sein. Das gilt für die Verfahren der Probenahme ebenso wie für die der Analyse. Auf der Suche nach Präzision und Richtigkeit sind ebenfalls noch allgemeingültige Problemlösungen zu suchen.

4. Ausblick und Weiterentwicklung

In Erkenntnis der Tatsache, daß die instrumentelle und damit die industrielle Analytik in den letzten beiden Jahrzehnten eine ungeahnte Entwicklung genommen hat und wegen ihrer Charakteristika heute von beachtlicher verfahrenstechnischer und wirtschaftlicher Bedeutung sind, muß andererseits festgehalten werden, daß noch längst kein Ende in der instrumentellen Entwicklung zu sehen ist.

Triebfeder dieser Entwicklung sind wissenschaftlich-technische (prozeßtechnische und werkstofftechnische), wirtschaftliche aber auch umweltbezogene Fragestellungen, wobei folgende analytische Gebiete zukünftig sicher Schwerpunkte [1] darstellen werden:

1. Entwicklung „schnellster“ Analysenverfahren für die Produktionsüberwachung von Metallen;

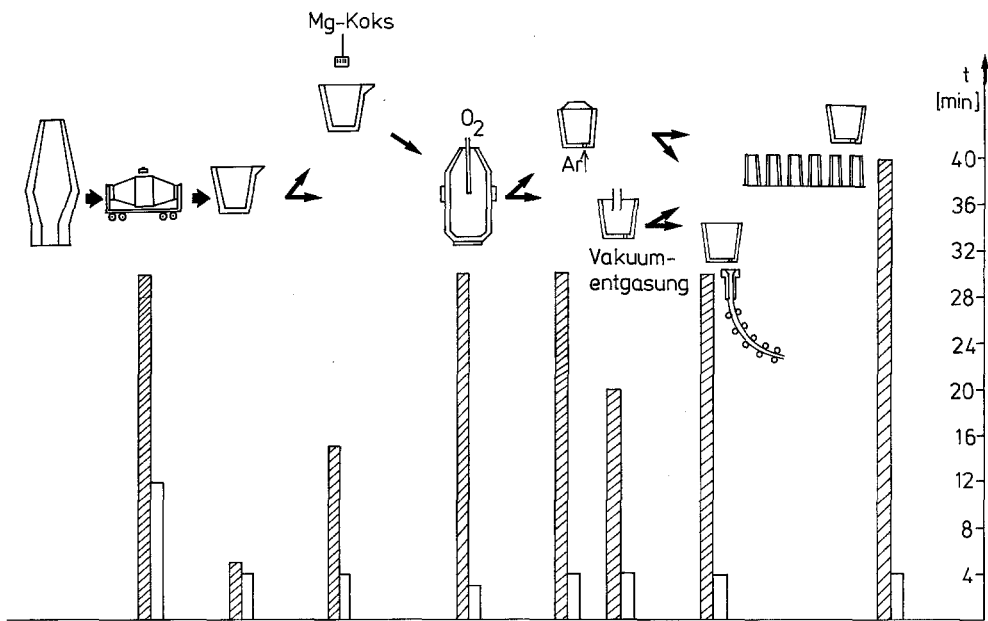


Abb. 6
 Vergleich der Analysenzeiten
 (Summe: Probenvorbereitung,
 Analyse, Auswertung) □ mit den
 betrieblichen Rüstzeiten ▨ in
 Minuten bei den verschiedenen
 Verfahrensstufen der
 Roheisenerzeugung und
 Stahlherstellung

2. Oberflächenanalyse mit hoher Präzision, hoher lateraler und Tiefenauflösung;
3. Multielementspurenanalyse;
4. Verteilungsanalyse (Verteilung von Spurenelementen und ihr Einfluß auf die Eigenschaften von Werkstoffen);
5. Beschreibung analytischer Ergebnisse (z.B. Probenahmefehler, Beschreibung der Homogenität von Stoffen).

Literatur

1. Grasserbauer M (1983) Mikrochim Acta, Suppl 10, XI
2. Koch KH, Wünsch H (1982) Stahl Eisen 102:497
3. Koch KH (1984) Spectrochim Acta, im Druck
4. Koch KH (1983) Stahl Eisen 103:449
5. König P, Schmitz KH (1973) Arch Eisenhüttenwes 44:469
6. Bardenheuer F, Ansmann W, Pfeiffer A (1982) Stahl Eisen 102:917
7. Koch KH, Ohls K (1968) Spectrochim Acta 23B:427
8. Herberg G (1968) Spectrochim Acta 23B:363
9. Höller P, Dick W (1963) Stahl Eisen 83:1490
10. Koch KH, Loose W (1979) Radex-Rundsch 931
11. Malissa H (1966) Fresenius Z Anal Chem 222:100
12. Blaas H, Lassner E, Leeb A, Schwarz W, Zemek O (1971) Berg-Hüttenmänn Monatsschr 116:241
13. Schmitz L, Loose W, Koch KH (1973) Fresenius Z Anal Chem 266:186
14. Koch KH, Ohls K, Becker G (1970) Arch Eisenhüttenwes 41:87
15. Sommer D, Ohls K, Koch KH (1984) Arch Eisenhüttenwes 55:209
16. Koch KH (1982) Arch Eisenhüttenwes 53:97

17. Sebastiani E, Loose W, Koch KH (1979) Stahl Eisen 99:1487
18. Koch KH (1981) Arch Eisenhüttenwes 52:479
19. Koch KH (1980) Arch Eisenhüttenwes 51:371
20. Thoma Ch, Brost K (1976) Stahl Eisen 96:1027
21. Berneron R, Charbonnier JC (1981) Surface Interface Anal 3:134
22. Kretschmer M, Koch KH, Grunenberg D (1983) Fresenius Z Anal Chem 314:226
23. Koch KH (1982) Radex-Rundsch 780
24. Winge RK, Fassel VA, Kniseley RN (1971) Appl Spectrosc 25:636
25. Crececius EA (1978) Anal Chem 50:826
26. Sommer D, Ohls K (1980) Fresenius Z Anal Chem 304:97
27. Sommer D, Ohls K (1979) Vortrag, Niederländisch-deutsche Arbeitstagung Vennbos/Eindhoven
28. Koch W (1965) Metallkundliche Analyse, Verlag Chemie/Verlag Stahleisen, Weinheim/Düsseldorf
29. Koch KH (1981) Analysis of non-metals in metals, Kraft G (Hrsg) Verlag de Gruyter, Berlin New York, p 3
30. Koch W (1975) Mikrochim Acta, Suppl 6: 5
31. Koch KH, Kretschmer M, Ohls K (1979) Mikrochim Acta, Suppl 8:557
32. Ohls K, Koch KH, Dönges D (1972) Fresenius Z Anal Chem 261:177
33. Koch KH, Schmolke G, Langenscheid G, Kretschmer M (1971) Arch Eisenhüttenwes 42:649
34. Thierig D, Sauer KH, Meier HH (1983) Arch Eisenhüttenwes 54:399
35. Pluschkell W (1979) Stahl Eisen 99:398

Eingegangen am 10. Juli 1984