

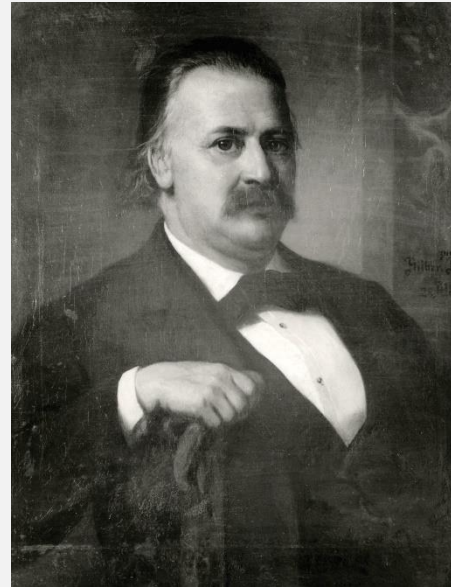


Nach Golde drängt,
Am Golde hängt
Doch alles ...

Bremen | 22. Sep. 2022 | Ronald Röhr

E-Mail: ronald.roehr@heraeus.com

HERAEUS – VON DER EINHORN-APOTHEKE ...



- 1851 übernimmt Wilhelm Carl Heraeus die Einhorn-Apotheke in Hanau
- 1856 erfolgreiche Schmelze von 2 kg Platin mit einem eigenentwickelten Knallgasgebläse
- Gründung des Unternehmens „Erste Deutsche Platinschmelze“

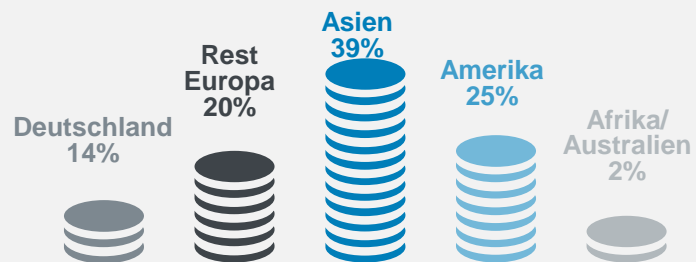
W. C. HERAEUS, HANAU (Deutschland)

<p>Platin in allen Formen für Chemie, Elektrotechnik, Zahnfabrikation, Bijouterie, Photographie, Gasfelbstzündung u. f. w. Platin- u. Platingoldapparate zur Schwefelsäurekonzentration (Patent) Platindichlorid zur Anhydridfabrikation Platinelektroden für den Großbetrieb (Patent) Platin-Draht und -Chlorid für die Gasfelbstzünderfabrikation Platintuben für Automobile Platin-Iridiumlegierungen bis 40 Prozent Iridiumgehalt Iridium-Bleche, -Draht und -Gefäße Rhodium, Osmium, Palladium und Ruthenium</p>	<p>Silberapparate für den chemischen Großbetrieb, insbesondere Heiz- und Kühlschlangen, Kessel, Blasen, ohne Anwendung von Loth hergestellt, in beliebigen Dimensionen</p> <p>Glanzgold, Glanzsilber, Lüsters für Glas- und Porzellanmalerei</p> <p>Elektrische Widerstandskörper (Platin Silicium) für Heiz- und andere Zwecke (Patent)</p> <p>Pyrometer nach Holborn und Wien, geacht von der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt in Charlottenburg</p>
---	--

HERAEUS – ... ZUM WELTWEIT ERFOLGREICHEN FAMILIENUNTERNEHMEN

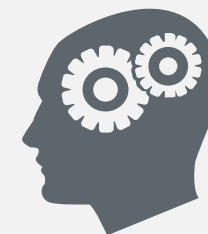
29.5 Mrd. €

Gesamtumsatz
2021 (exkl. Edelmetalle)



6%

F&E Ausgaben



gemessen am Umsatz exkl. Edelmetalle

12

marktorientierte globale
Geschäftseinheiten

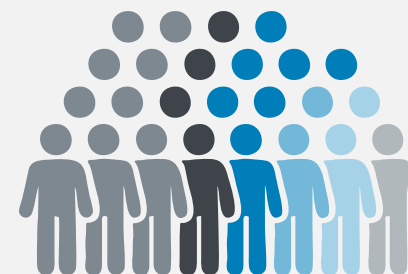
TOP 10

Familienunternehmen in Deutschland



Mehr als **100** Standorte
in **40** Ländern

Annähernd
16200
Beschäftigte
weltweit



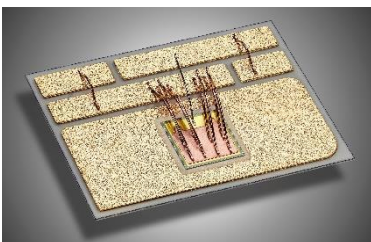
Deutschland 32%
Rest von Europa 16%
Asien 27%
Amerika 24%
Afrika/Australien 1%

Inklusive Leiharbeitnehmer

HERAEUS BUSINESS PORTFOLIO



**Heraeus
Precious
Metals**



**Heraeus
Electronics**



**Heraeus
Nexensos**



**Heraeus
Epurio**



**Heraeus
Medical**



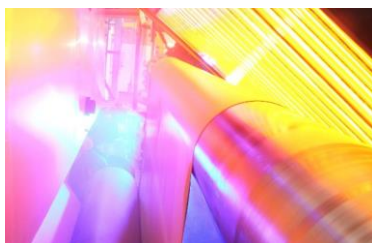
**Heraeus
Medical
Components**



**Heraeus
Conamic**



**Heraeus
Comvance**



**Heraeus
Noblelight**



**Heraeus
Electro-Nite**



**Heraeus
Photovoltaics**



**Norwood
Medical**

HERAEUS PRECIOUS METALS – ANALYTIK AM STANDORT HANAU



Department Headcount

70 Beschäftigte in drei unterschiedlichen Laboren



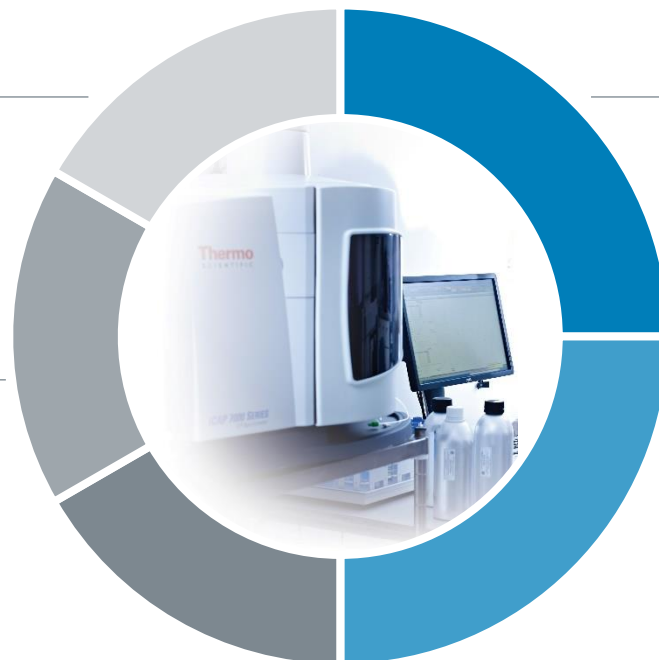
Laborkapazität

Insgesamt etwa 60000 Proben / Jahr



Zertifizierungen

- ISO 9001
- ISO 14001
- ISO 17025
- ISO 16949



Mitgliedschaften

London Bullion Market Association
GDMB – Edelmetallausschuss

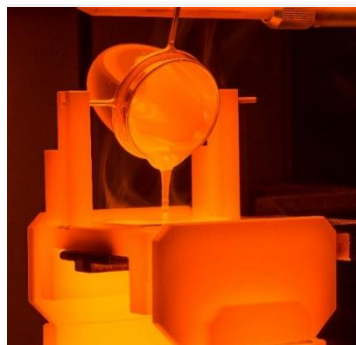


Interne/externe Inspektionen

jährliche LBMA inspections für Au und Ag
LPPM inspections für Pd und Pt
Teilnahme an Ringversuchen (15-30/Jahr)



HERAEUS PRECIOUS METALS – ANALYTIK AM STANDORT HANAU



Röntgenfluoreszenz

- › WD-XRF
- › ED-XRF

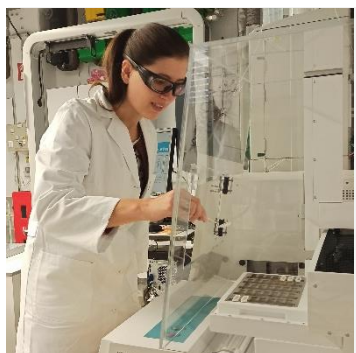


GD-/ Funken-OES / GD-MS

- › SPUREN

NMR

(METALL-)
ORGAN.
PRODUKTE

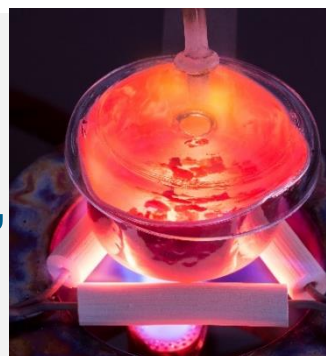


Chromatografie

- › GC
- › IC
- › HPLC

Gravimetrische Bestimmungen

PT, PD, AU, RH, IR,
RU, RE



UND VIELES MEHR...



ICP-OES

- › ABRECHNUNG
- › ÜBERSICHT
- › SPUREN



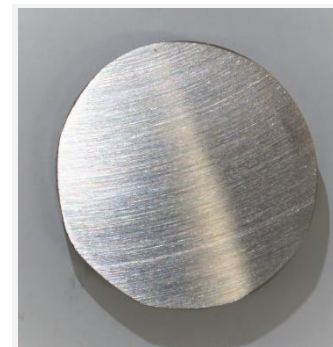
Titration

- › ANIONEN
- › SÄURE-BASE
- › OXIDATION STATES
- › WASSERBESTIMMUNG
- › AG

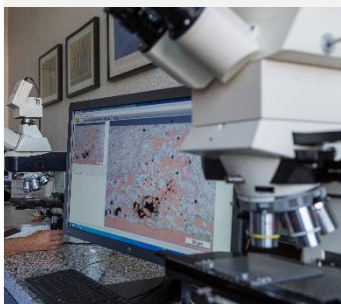
GENAUE ANALYSE DER EDELMETALLE MIT XRF

Vier Jahrzehnte Erfahrung

12.000 PROBEN / JAHR



Probenoberfläche muss ausreichend groß sein



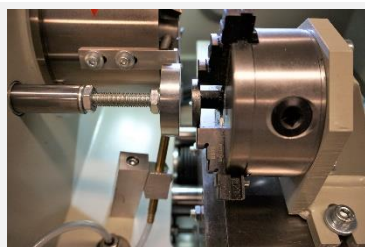
Probe muss homogen sein, Oberfläche muss repräsentativ für gesamte Probe sein

ETWA

1400

REFERENZPROBEN
BEI HPM ANALYTICS

Qualifiziertes
Referenzmaterial
für jeden
Legierungstyp



Proben müssen dick genug sein für die Oberflächenbearbeitung (Drehen, Fräsen)

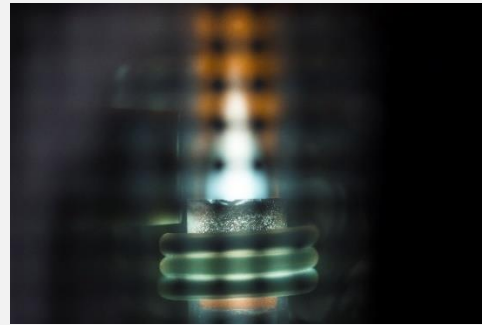
Verfahren anwendbar bei großen Chargen

Hohe Produktionsfrequenz, damit Probe bei nächster Charge wiederverwendbar

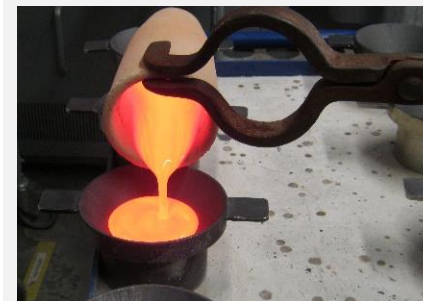
GENAUE ANALYSE DER EDELMETALLE MIT ICP-OES

ICP-OES für genaue Edelmetallbestimmungen in allen anderen Materialien

20.000 PROBEN / JAHR



Inhomogenen Materialien -> hohe Probeneinwaagen. Folge: Hoher Verbrauch an Säuren



Optimierte Probenpräparation um die Edelmetalle vollständig zu lösen

GROSSE VIELFALT AN PROZESSEN, UM UNTERSCHIEDLICHE MATERIALIEN ZU PRÄPARIEREN



Probenvorbereitung und ICP-Messung zeitaufwändig um gute Ergebnisse zu erhalten

KANN XRF DAS GÜNSTIGER UND SCHNELLER?

XRF-ANALYSE METALLISCHER ABFÄLLE: HERAUSFORDERUNGEN - IDEE

Herausforderung:

GENAUE ANALYSE MIT KLEINEN PROBENMENGEN

HOMOGENITÄT DER
PROBEN NICHT SICHER



GEEIGNETE PROBENVORBEREITUNG?



Idee:

Auflegieren der Probe
mit einem reinen Metall



Probe gießen mit

- › der benötigten Fläche
- › der erforderlichen Oberflächengüte
- › homogener Zusammensetzung

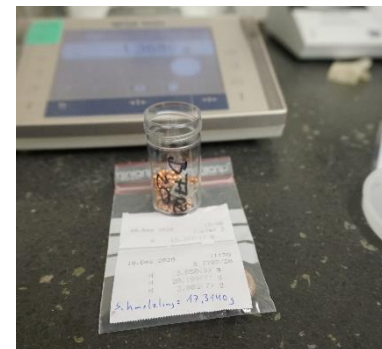
AUFGRAUD DER HOHEN VERDÜNNUNG SOLLTEN
EINFLÜSSE DER PROBENMATRIX AUF DAS ERGEBNIS
MINIMAL SEIN



Einrichtung einer kalibrierten
Methode, welche für unter-
schiedlichste Zusammen-
setzungen geeignet ist

XRF-ANALYSE METALLISCHER ABFÄLLE: PROBENVORBEREITUNG

- › Induktives Schmelzen der Probe mit “Lösemittel”
- › Schleuderguß in Kokille



Tests mit verschiedenen Schmelz- und Gießbedingungen

Schmelzen unter Zugabe von Cu und Ni

- › POREN AUF PROBENOBERFLÄCHE

Schmelzen der Probe mit unterschiedlichen Zugaben von Cu und Desoxidationsmittel

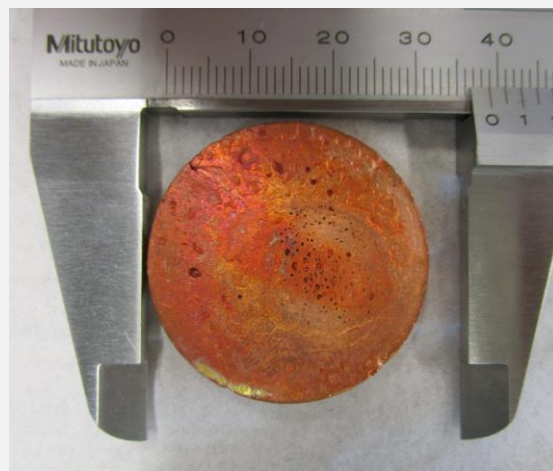
- › POREN AUF PROBENOBERFLÄCHE

Schmelzen bei unterschiedlichen Temperaturen / Variation der Haltezeit

- › POREN AUF PROBENOBERFLÄCHE

Verwendung verschiedener Kokillen

- › POREN AUF PROBENOBERFLÄCHE



Guß in vorgeheizte Kokille!



XRF-ANALYSE METALLISCHER ABFÄLLE: PROBENVORBEREITUNG

Zusammensetzung der Gießhaut ist verschieden vom Rest

- › FRÄSEN DER PROBE
- › ABTRAGEN EINER DEFINIERTEN SCHICHT DAMIT MESSUNG IN HOMOGENER ZONE DER RONDE

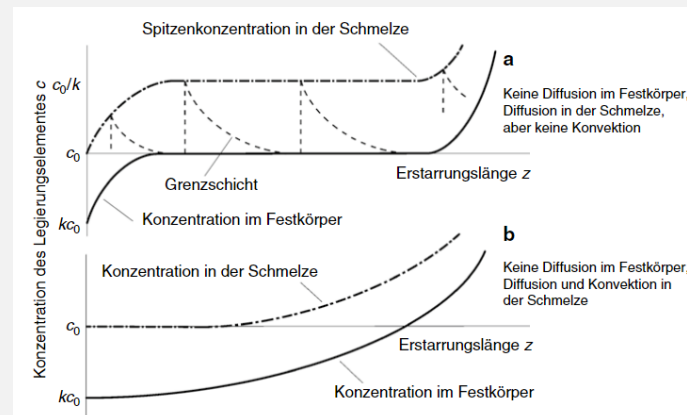


Schleifen der Probenoberfläche

- › PRÄPARATION EINER FÜR XRF GEEIGNETEN OBERFLÄCHE

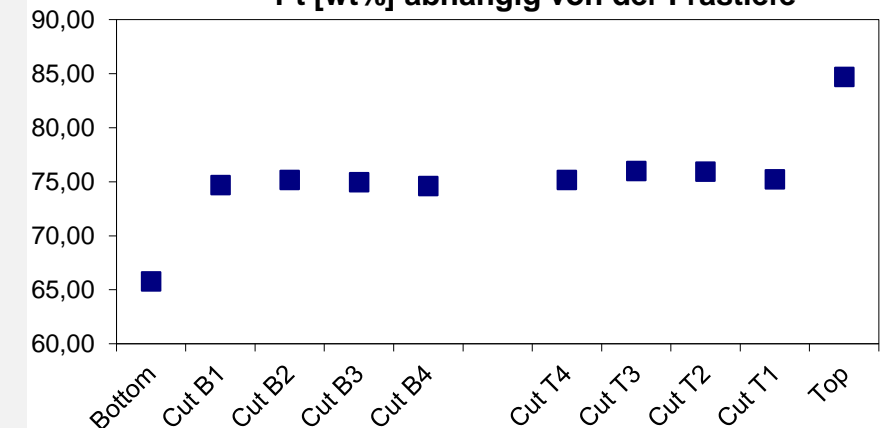
Unterschiede zwischen den beiden Seiten der Ronde

- › ABWEICHUNGEN NEHMEN MIT ZUNEHMENDEM MATERIAL-ABTRAG AB
- › IN LITERATUR BESCHRIEBENER EFFEKT BEI GERICHTETER ERSTARRUNG



Nach Abtrag einer definierten Schicht, homogene Verteilung des EM

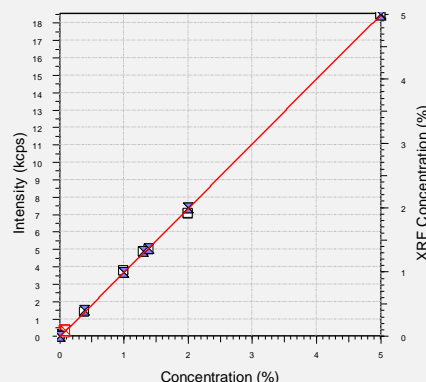
Pt [wt%] abhängig von der Frästiefe



XRF-ANALYSE METALLISCHER ABFÄLLE: KALIBRATION

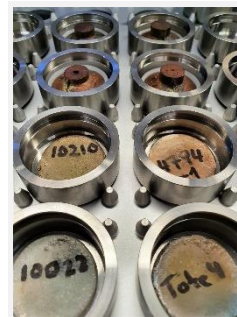
Einrichten der Kalibration mit Hilfe von Referenzproben:

- › HERGESTELLT AUS MATERIALIEN WELCHE DURCH RINGVERSUCHE QUALIFIZIERT WURDEN
- › HERGESTELLT AUS ANALYSIERTEN BETRIEBSPROBEN



Überprüfung der Kalibrierung

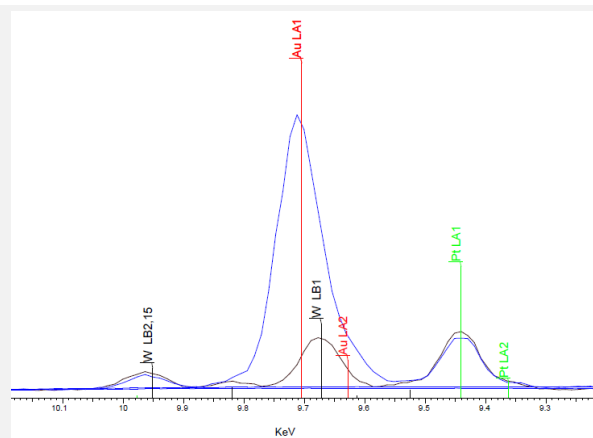
- › MIT “UNBEKANNTEN” PROBEN
- › MIT PROBEN, PRÄPARIERT AUS QUALIFIZIERTEN MATERIALIEN



KONTROLLPROBEN

Prüfung der Robustheit der Kalibrierung

- › MIT PROBEN WELCHE TA UND W ENTHALTEN (ÜBERLAGERUNGEN DER AU, PT LINIEN)



DRIFTKORREKTUR-
PROBEN

XRF-ANALYSE METALLISCHER ABFÄLLE: VERGLEICH MIT ICP-ERGEBNISSEN

ICP- UND XRF- ERGEBNISSE STIMMEN GUT ÜBEREIN

Element	Anzahl Proben	Δ ICP - XRF [rel%]
Au	90	-0.063
Pd	86	0.055
Pt	89	0.079
Ir	44	0.020
Rh	37	0.030

AUCH DER VERGLEICH MIT KUNDENANALYSEN ZEIGT GUTE ÜBEREINSTIMMUNGEN

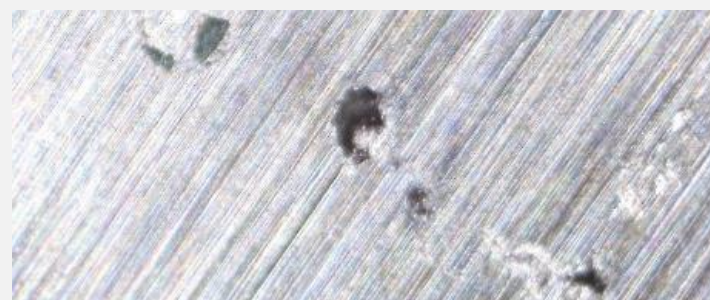
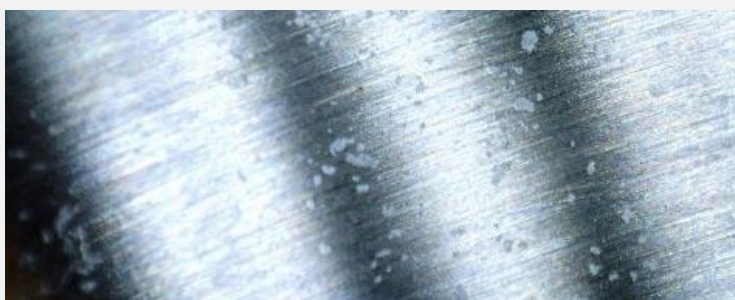
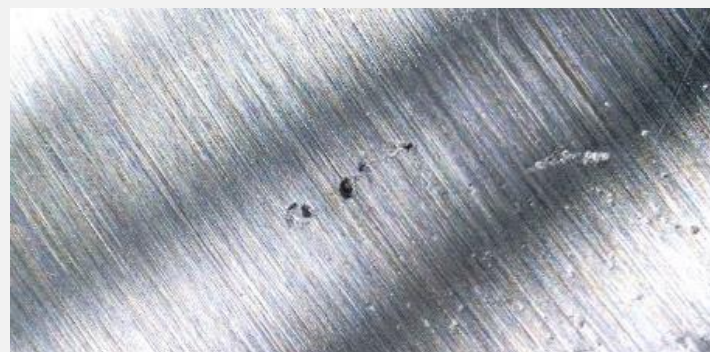
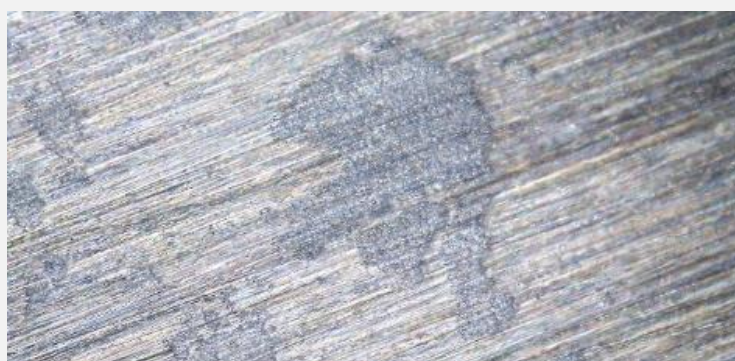
Element	Anzahl Proben	Δ Customer Assay – XRF [rel%]
Au	47	-0.121
Pd	46	0.102
Pt	46	0.253
Ir	5	0.196
Rh	5	0.064

XRF-ANALYSE METALLISCHER ABFÄLLE: GRENZEN DER METHODE

Deutliche Unterbefunde bei Proben mit hohen Ag-Gehalten (> 50 m% Ag)

- › “ABRAUCHEN” DES AG AUFGRUND DER HOHEN TEMPERATUR BEIM SCHMELZEN UND DER RELATIV LANGEN HALTEZEIT

Vormessung jeder Probe und Entscheidung XRF- oder ICP-Analyse



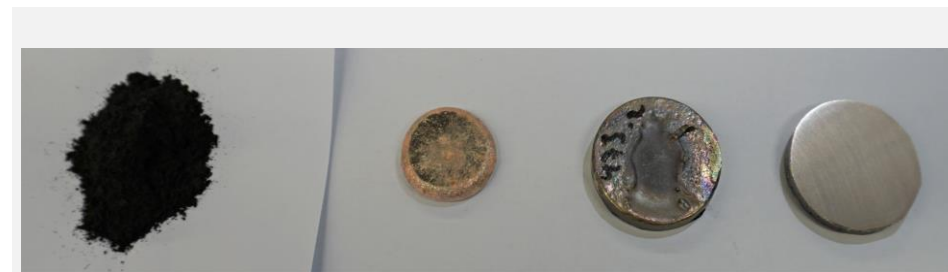
Methode ist nicht geeignet für Proben mit hohen Gehalten an Co, Cr und Mo

- › INHOMOGENITÄTEN
- › EINSCHLÜSSE
- › LINIENÜBERLAGERUNGEN DURCH BEGLEITELEMENTE W, TA

XRF-ANALYSE METALLISCHER ABFÄLLE: EIGNUNG FÜR LÖSERÜCKSTÄNDE?

Beim naßchem. Recycling der EM fallen kleine Mengen unlöslicher Rückstände an

› EM-GEHALTE IN DEN RÜCKSTÄNDEN SIND ZU BESTIMMEN; DIE ICP BENÖTIGT MEHRERE TAGE UND KOSTET MANCHMAL MEHR ALS DAS MATERIAL WERT IST.



Frühere Tests mit XRF (Pulver oder Pressling) zeigen gute Werte bei etwa der Hälfte der Proben, ansonsten Abweichungen bis zu Faktor 10.



- › VERSUCH DIE NEU ENTWICKELTE METHODE AUCH FÜR DIESE PROBEN ANZUWENDEN
- › VORBEHANDLUNG DER PROBEN NOTWENDIG

GUTE ÜBEREINSTIMMUNG MIT DEN ICP-ERGEBNISSEN

Einsparungen:

- › **70% DER ANALYSENKOSTEN**
- › **70% DER ANALYSENZEIT**

XRF-ANALYSE METALLISCHER ABFÄLLE: FAZIT

Eine XRF-Methode für die genaue EM-bestimmung in metallischen Abfällen wurde entwickelt.

- › DIE METHODE GESTATTET DIE BESTIMMUNG DES EM-GEHALTES MIT GLEICHER GENAUIGKEIT UND MIT ÄHNLICHEN PROBENMENGEN WIE DIE BEWÄHRTE ICP-METHODE BEI:

- › **30% DER ANALYSENZEIT**

- › **30% DER ANALYSENKOSTEN**

- › DIE METHODE WIRD IN DER ROUTINE EINGESETZT NACHDEM EINIGE HUNDERT PROBEN PARALLEL ANALYSIERT WURDEN.

Die Methode wird erfolgreich bei anderen Materialien eingesetzt.

FRAGEN?



