

Groep Analytische en preparatieve chemie

Hans van Sprang, (NLJ 02-04-1992)



Thijs Vieggers, groepsleider Analytische en preparatieve chemie

De groep Analytische en preparatieve chemie (groep Vieggers) komt voort uit een al voor de oorlog genomen besluit van de directie van het Nat.Lab. om een analytische groep op te richten. Het officiële begin van die analytische groep valt in 1943, als de eerste groepsleider, Dr. Claassen, formeel in dienst komt bij het Nat.Lab. Al snel hierna wordt ook een anorganisch preparatieve groep op het lab opgericht. De groep Analytische en preparatieve chemie ontstaat enige tijd later door een fusie van beide groepen. Omdat onze wortels in 1943 liggen, hopen wij dit jaar op gepaste wijze ons 50-jarig bestaan te vieren.

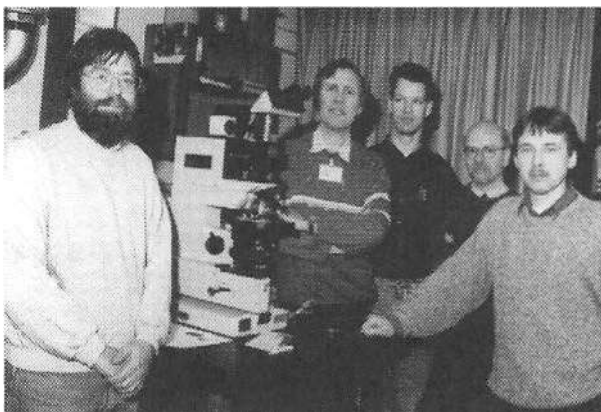
Bij vrijwel elk materiaal-, component- of procesgericht onderzoek komen analytische vragen aan de orde. De analytische groep kan hierbij al in een vroeg stadium betrokken zijn.

Als er analyses worden gevraagd, dan worden die uitgevoerd in een of meer van de afdelingen, die hieronder nader besproken worden. Om te waarborgen dat de analyses op de juiste plek worden uitgevoerd, is er een wekelijks 'analyseoverleg' waarop de afdelingschefs de binnengekomen monsters en analysevragen bespreken. Aan de hand van criteria, zoals de aggregatietoestand van het materiaal (gas, vast, vloeibaar), de gevraagde nauwkeurigheid en het soort informatie (b.v. elementen of moleculen) kan de optimale oplossing worden geboden voor veel analytische problemen.

Dit kunnen ook analyse-vragen zijn die de controle betreffen van zich ontwikkelende processen die uiteindelijk aan een Produkt Divisie moeten worden overgedragen. In hetzelfde kader worden er bij de preparatief chemische afdeling niet alleen materialen gemaakt ten behoeve van de Research maar ook als voorontwikkeling voor PD's.

Naast het preparatief chemisch deel en de analytische afdelingen bevat de groep een researchafdeling die nauw verbonden is met de röntgenfluorescentie-activiteit van IE Analytical in Almelo. Nieuwe produkt-opties en geavanceerde analysemethoden voor monsters met een steeds ingewikkelder samenstelling staan centraal in dit onderdeel.

Spectroscopische en moleculaire analyse



Medewerkers:

Jan Jansen, Titus Brandsma, Jan Jans, Wim Nijssen en Wim Rutten.

v.l.n.r.: Wim Rutten, Jan Jansen, Wim Nijssen, Titus Brandsma en Jan Jans

Activiteiten:

- Participatie in het onderzoek naar componenten en materialen, en procestechnologie ten behoeve van Research en Produkt Divisies door middel van chemische structuuranalyse, de bepaling van optische eigenschappen en/of laagdiktebepaling;
- Ontwikkelen en implementeren van nieuwe analysemethoden en -technieken;
- Het in overleg beschikbaar stellen van analyse-apparatuur aan de klanten om hun analyses zelf te kunnen uitvoeren.

Vaardigheden (Moleculaire analyse):

(Jan Jansen, Wim Nijssen en Wim Rutten)

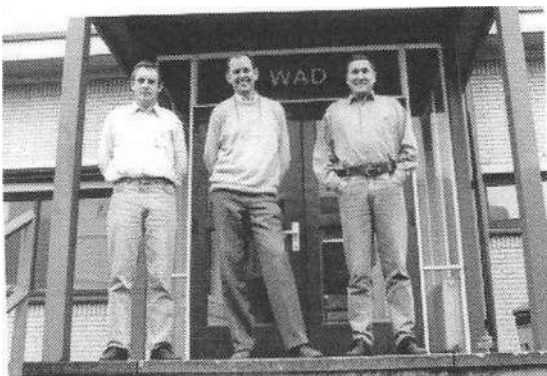
- Scheiding met chromatografische technieken (zoals GC, HPLC, GPC);
- Identificatie met molecuulspectrometrie (UV-Vis, FTIR, NMR);
- Speciale technieken als:
 - bepaling van moleculaire oriëntaties en gewichtsverdelingen;
 - oppervlakte-analyse en gecombineerde technieken (zoals GC-FTIR en FTIR-microscopie).

Vaardigheden (Spectroscopie):

(Jan Jans en Titus Brandsma)

- Absorptie-, transmissie- en reflectiespectrometrie in het golflengtegebied van 170 nm tot 66µm in het temperatuurgebied tussen 40 en 300 K m.b.v, UV-Vis-NIR- en FTIR-apparatuur;
- Spectroscopische ellipsometrie, een methode gebaseerd op de analyse van verandering in de polarisatietoestand van licht bij reflectie aan een oppervlak. Hiermee kunnen optische eigenschappen en laagdikte van dunne films en meerlaagsstructuren worden bepaald;
- Er is kennis aanwezig op het gebied van de bepaling van optische constanten en laagdiktes uit optische spectra. Er kan hulp en advies worden gegeven bij optische metingen m.b.v reflectometrie en ellipsometrie.

Radiochemie



Medewerkers:

Joop Vrakking, Harry Jaspers en Jac Hanssen.

vlnr.: Harry Jaspers, Joop Vrakking en Jac Hanssen

Activiteiten:

- Uitvoeren van overzichtsanalyses tot op sporen-niveau t.b.v, materiaalcontrole en procescontrole;
- Productie van radioactieve materialen (titaan-tritium-suspensie);
- Controle op radioactieve besmetting;
- Hulp en advies bij incidentele vragen over of problemen met radionucliden;
- In overleg beschikbaar stellen van laboratoriumruimte in WAD voor experimenten met radioactieve materialen.

Vaardigheden:

- (Instrumentele) Neutronen-activeringanalyse (INAA); geschikt voor ongeveer 60 elementen met detectielimieten in het ppm- tot ppb-gebied;
- Tracer-analyse (b.v. kwikhuishouding in lampen met isotoop Hg-203.)

Algemene chemische analyse



Medewerkers:

Piet Rommers, Paul Krusemann, Adrie Jonkers, Marcel van der Straaten, Aard Florijn, Mien Baeten, Wim de Laat, Thea Haex, Stefanie van de Putten, Anita van Heeswijk en Amanda de Jong.

V.l.n.r.: Paul Krusemann, Stefanie van de Putten, Marcel van der Straaten, Adrie Jonkers, Piet Bommets, Aard Florijn, Amanda de Jong, Wim de Laat, Anita van Heeswijk, Inge Deben, Mien Baeten en Thea Haex,

Activiteiten:

De hoofdactiviteit is het bepalen van de samenstelling van vaste stoffen, vloeistoffen en gassen m.b.v. moderne nat-chemische en gasanalytische technieken, zoals:

- Emissiespectrometrie m.b.v. inductief gekoppeld plasma (ICP);
- massaspectrometrie;
- Atoomabsorptie-spectrometrie (AAS);
- Chromatografische technieken en instrumentele titraties.

Vaardigheden:

- Nauwkeurige bepaling van de stoichiometrie van vaste stoffen en dunne lagen m.b.v. 'absolute' methodes;
- Ultrasparen-analyses tot op ppb- niveau, indien nodig onder stofarme condities;
- Specificatie van materialen, wat o.m. inhoudt het bepalen van valentietoestanden in vaste stoffen en vloeistoffen en het bepalen van anionen in oplossingen;
- Het bepalen van samenstelling of zuiverheid van gassen, zowel in afgesloten ruimtes als vrijkomend uit materialen.

Preparatieve chemie



Medewerkers:

Harrie van Hal, Wilco Keur, Tony Janssen en Marcel Kraan

vlnr.: Carin Groenen, Marcel Kraan, Harrie van Hal, Wilco Keur en Tony Janssen

Activiteiten:

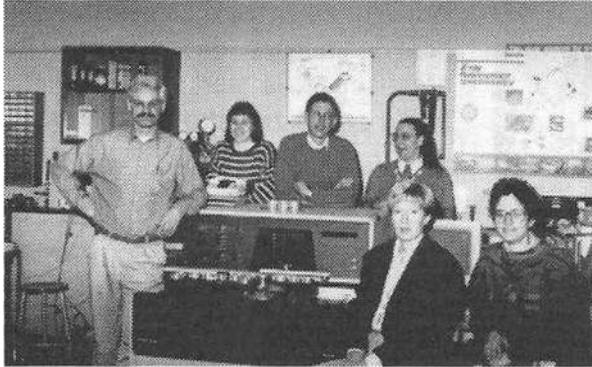
- Preparatieve anorganische chemie d.m.v. participeren in projecten (optische coatings, optical recording, ferro-elektrische lagen etc);
- Anorganisch chemische ondersteuning in meer incidentele gevallen t.b.v. research en applicatie in research en produktdivisies.

Vaardigheden:

- Synthese van anorganische en metaalorganische complexen d.m.v. reacties waarbij verschillende aggregatietoestanden een rol kunnen spelen;

- Reacties onder hoge druk en temperatuur (autoclaven);
- Synthese in een zuurstof- en water-arme omgeving (ppm-niveau);
- Synthese van "targets" (metalen, oxides, nitrides) d.m.v. persen, smelten en sinteren.

Röntgenfluorescentie (XRF)



Medewerkers:

Peter van de Weijer, Mirjan Bekkers, Adrianne van der Padt, Doris Verspaget, Martien Meulendijk en Marian van Ham.

vlnr. Martien Meulendijk, Marian van Ham, Peter van de Weijer, Doris Verspaget, Mirjan Bekkers, Adrianne van der Padt

Activiteiten:

- Kwalitatieve overzichtsanalyse van bulk- en dunnelaag-samples;
- Kwantitatieve elementbepaling t.b.v. proces of materiaalcontrole, gebruikmakend van de hoge precisie (tot 0.1% relatief) van de röntgenspectrometer.

Vaardigheden:

- Bepaling van alle elementen met atoomnummers groter dan 10 als spoor of hoofdelement met detectielimieten in het ppm- gebied. Voor elementen met atoomnummers 3 tot 10 lopen de detectielimieten van 1.0 tot 0.1%;
- Gebruik van een fundamentele fysische beschrijving van röntgenfluorescentie maakt het mogelijk om met een eenvoudige calibratie "snel kwantitatieve resultaten te krijgen met 2% tot 5% nauwkeurigheid (relatief);
- Door de geringe monstervoorbereiding en de uitgebreide methodologische ervaring is röntgenfluorescentie een analysemethode die zeer geschikt is voor procescontrole aan vaste fasen.

XRF-instrumentatie en -methodologie



Dit onderdeel van de groep is geheel aan research gewijd. De activiteiten zijn hier ondergebracht in projecten, waarvan de eerste twee door IE Analytical worden gesteund.

vlnr. Ann Leenaers, Dick de Boer, Hans van Sprang en Pieter de Bokx

XRF instrumentatie

Projectleider: Peter van de Weijer

Hier wordt geprobeerd de werking van een röntgenspectrometer in detail te begrijpen om vervolgens nieuwe produkties te genereren voor IE Analytical. Naast de projectleider is vrijwel iedere bij röntgenfluorescentie betrokken medewerker een deel van zijn of haar tijd bezig met dit project.

GIXA (Glancing Incidence X-Ray Analysis)

Medewerkers: Dick de Boer en Ann Leenaers

In dit project wordt een analyseapparaat ontwikkeld dat reflectometrie, fluorescentie en diffractie combineert. Hiermee moeten laagdiktes, samenstelling, kristalstructuur en ruwheid van lagen in het gebied van 1 tot 500nm bepaald kunnen worden.

Directe Methodes

Medewerker: Pieter de Bokx

Wanneer de materiaalsamenstelling bekend is, kan een röntgenfluorescentie-spectrum worden uitgerekend. De omgekeerde bewerking is niet zomaar mogelijk doordat de fluorescentie-intensiteit van een element beïnvloed wordt door de andere aanwezige elementen.

Onderzoek wordt gedaan naar een methode om de samenstelling rechtstreeks te bepalen uit fluorescentie-spectra en naar de experimentele condities waaronder deze spectra dan gemeten moeten worden.

Fundamentele parameters en methodologie

Medewerkers: Hans van Sprang.

Bij dit onderzoek wordt gekeken naar de mogelijkheden om langs indirecte, iteratieve weg de samenstelling van een monster te berekenen uit het röntgenfluorescentiespectrum. Doel is XRF beter geschikt te maken voor de analyse van zo complex mogelijke multilaagsmonsters.