

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

in Zusammenarbeit mit dem Chemikerausschuss der GDMB
Gesellschaft für Bergbau, Metallurgie, Rohstoff- und Umwelttechnik

Zertifiziertes Referenzmaterial

BAM-M601

Reinzink

Zertifizierte Werte

| Element | Massenanteil in µg/g | <i>U</i> in µg/g* |
|-----------|----------------------|-------------------|
| Cd | 0,55 | 0,06 |
| Fe | 2,20 | 0,09 |
| Cu | 1,89 | 0,11 |
| Tl | 2,25 | 0,09 |
| Pb | 15,7 | 0,3 |
| Al | < 0,5 | |
| In | < 0,05 | |

*Die Unsicherheit *U* wird in Anlehnung an den Entwurf (2005) für den ISO Guide 35 berechnet nach

$$U = k \cdot s_{\text{gesamt}} = 2 \cdot \sqrt{\frac{s_{\text{Ringversuch}}^2}{n} + u_{bb}^2}$$

wobei *k* der Erweiterungsfaktor (hier *k* = 2), *s*_{Ringversuch} die Standardabweichungen der *n* Messreihenmittelwerte des Zertifizierungsringsversuchs und *u*_{bb} ein Ausdruck für durch die Verfahrensstreuung verdeckte Streuungsanteile, resultierend aus Inhomogenitäten des Probematerials ist.

Für Cd wird als Unsicherheit *U* des zertifizierten Wertes angegeben die halbe Breite des Vertrauensbereiches auf dem 95%-Niveau, ermittelt aus den Standardabweichungen der *n* Messreihenmittelwerte des Zertifizierungsringsversuchs und dem tabellierten Wert der *t*-Verteilung für *n*-1:

$$U = C(95\%) = \frac{s \cdot t_{n-1}}{\sqrt{n}}$$

Das für die Röntgenfluoreszenz- und Emissionsspektralanalyse mit Funkenanregung vorgesehene Referenzmaterial ist erhältlich in Form von Zylindern mit 30 mm Höhe und einem Durchmesser von ca. 45 mm. Eine Fläche von 5 mm Durchmesser im Zentrum der Probe sollte beim Abfunken ausgespart werden. Eventuell auftretende Risse im Material sind herstellungsbedingt und nicht vollständig zu vermeiden. Diese Risse sind beim Abfunken auszusparen.

Messreihenmittelwerte für ein Analysenverfahren in einem Laboratorium

Massenanteil in µg/g

| Lfd. Nr. | Cd | Fe | Cu | Tl | Pb | Al | In |
|-----------------------|--------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-----------------------|-----------------------|
| 1 | 0,373 | 1,97 | 1,65 | 1,93 | --- | 0,03 | < 0,005 ¹⁾ |
| 2 | 0,448 | 2,04 | 1,70 | 1,98 | 14,96 | < 0,034 ³⁾ | < 0,01 ²⁾ |
| 3 | 0,453 | 2,06 | 1,78 | 2,12 | 15,00 | < 0,05 ¹⁾ | 0,021 |
| 4 | 0,492 | 2,08 | 1,79 | 2,18 | 15,42 | < 0,1 ²⁾ | < 0,05 ¹⁾ |
| 5 | 0,543 | 2,09 | 1,81 | 2,19 | 15,53 | 0,177 | < 0,1 ²⁾ |
| 6 | 0,548 | 2,13 | 1,84 | 2,23 | 15,53 | < 0,5 ¹⁾ | < 0,2 ³⁾ |
| 7 | 0,549 | 2,15 | 1,84 | 2,26 | 15,60 | < 0,5 ¹⁾ | < 0,5 ³⁾ |
| 8 | 0,559 | 2,19 | 1,91 | 2,26 | 15,76 | < 0,5 ³⁾ | < 0,6 ¹⁾ |
| 9 | 0,561 | 2,21 | 1,92 | 2,26 | 15,80 | < 1 ¹⁾ | < 0,8 ³⁾ |
| 10 | 0,574 | 2,21 | 1,93 | 2,34 | 15,85 | | < 1 ¹⁾ |
| 11 | 0,580 | 2,30 | 2,00 | 2,34 | 15,93 | | |
| 12 | 0,592 | 2,36 | 2,17 | 2,37 | 16,08 | | |
| 13 | 0,695 | 2,39 | 2,28 | 2,39 | 16,18 | | |
| 14 | 0,715 | 2,55 | | 2,44 | 16,21 | | |
| 15 | | | | 2,48 | 16,63 | | |
| 16* | 0,55 | 3,24 | 1,73 | 1,92 | 15,80 | 0,33 | 0,95 |
| M : | 0,549 | 2,20 | 1,89 | 2,25 | 15,7 | | |
| s_M: | 0,091 | 0,16 | 0,18 | 0,16 | 0,5 | | |
| s_i: | 0,020 | 0,12 | 0,07 | 0,10 | 0,3 | | |

Der durch " --- " gekennzeichnete Platz vertritt einen Messreihenmittelwert, der nach statistischem Test (Grubbs) als Ausreißer erkannt und eliminiert wurde.

Eine Messreihe umfasst die jeweiligen Einzelwerte eines Laboratoriums (mindestens 3, im Normalfall 6 Einzelwerte)

M: Arithmetisches Mittel der Messreihenmittelwerte

s_M: Standardabweichung der Messreihenmittelwerte

s_i: Arithmetisches Mittel der Messreihenstandardabweichungen unter Wiederholbedingungen

¹⁾ Bestimmungsgrenze (9s)

²⁾ Bestimmungsgrenze (10s)

³⁾ Nachweisgrenze (3s)

*Mit Funkenemissionsspektrometrie ermittelte Werte, zur Berechnung der zertifizierten Werte nicht verwendet

Analysenmethoden

| Element | Lfd. Nr. | |
|---------|-----------------------|--|
| Cd | 1, 3, 4, 9, 11 | Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP OES) |
| | 2, 5, 10 | Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) |
| | 6, 8, 14 | Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie (F AAS) |
| | 7 | Voltammetrie |
| | 12, 13 | Elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie (ET AAS) |
| Fe | 1, 2, 4, 6, 8, 10, 11 | Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP OES) |
| | 3, 13 | Photometrie |
| | 5, 9 | Elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie (ET AAS) |
| | 7, 14 | Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie (F AAS) |
| | 12 | Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) |
| Cu | 1, 12 | Elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie (ET AAS) |
| | 2, 3, 4, 6, 10 | Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP OES) |
| | 5, 8, 13 | Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie (F AAS) |
| | 7, 9 | Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) |
| | 11 | Voltammetrie |
| Tl | 1, 4, 9, 11 | Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) |
| | 2, 3, 8, 10, 15 | Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP OES) |
| | 5, 12, 14 | Photometrie |
| | 6 | Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie (F AAS) |
| | 7 | Polarographie |
| | 13 | Elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie (ET AAS) |
| Pb | 2, 8, 12 | Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie (F AAS) |
| | 3, 14 | Elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie (ET AAS) |
| | 4, 6, 9 | Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) |
| | 5, 7, 11, 13, 15 | Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP OES) |
| | 9 | Voltammetrie |
| Al | 1, 2, 4, 5, 7, 9 | Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP OES) |
| | 3, 6 | Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) |
| | 8 | Atomabsorptionsspektrometrie (ET AAS) |
| In | 1, 2, 4, 5 | Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) |
| | 3, 6, 7, 9, 10 | Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP OES) |
| | 8 | Elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie (ET AAS) |

Beteiligte Laboratorien

Asturiana de Zinc, S.A., Avilés-Asturias (Spanien)
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin
Labor I.11 (Metallanalytik)
Projektgruppe I.1902 (Hochtechnologie-Referenzmaterialien)
Centre de Développement des Industries de mise en Forme des Matériaux (CTIF),
Sèvres (Frankreich)
Grillo Werke AG, Goslar
Korrosions- och Metallforskningsinstitutet AB, Stockholm (Schweden)
Metaleurope Weserblei, Nordenham
Metalllabor Duisburg
Norzink AS, Odda (Norwegen)
ThyssenKrupp Stahl AG, Duisburg
Umicore, Auby (Frankreich)
Umicore, Olen (Belgien)
Umicore, Overpelt (Belgien)
Zinifex Budel Zinc, Budel (Niederlande)

BAM Berlin
Abteilung I
Analytische Chemie;
Referenzmaterialien

BAM Berlin
Fachgruppe I.1
Anorganisch-chemische Analytik;
Referenzmaterialien

Prof. Dr. U. Panne
(Abteilungsleiter)

Dr. R. Matschat
(Fachgruppenleiter)

Berlin,

Probenvertrieb durch die

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
Richard-Willstätter-Straße 11, D- 12489 Berlin

Telefon: 030 - 8104 2061
Telefax: 030 - 8104 1117
Email: sales.crm@bam.de