

BUNDESANSTALT FÜR MATERIALFORSCHUNG UND -PRÜFUNG (BAM)

VEREIN DEUTSCHER EISENHÜTTENELEUTE (VDEh)

Arbeitskreis "Primärsubstanzen zur Kalibrierung"

Zertifiziertes Referenzmaterial

Reinstoff Nr.1

Siliciumdioxid SiO₂

Zertifikat über die Ergebnisse der chemischen Analyse

Zertifizierte Werte			
Element		w / µg/g	u / µg/g
Al	Aluminium	8,7	± 0,7
As	Arsen	< 0,1	--
Ca	Calcium	0,42	± 0,09
Cd	Cadmium	< 0,05	--
Cr	Chrom	0,062	± 0,021
Cu	Kupfer	< 0,1	--
Fe	Eisen	0,62	± 0,12
Ge	Germanium	< 1	--
Hg	Quecksilber	< 0,05	--
K	Kalium	0,48	± 0,27
Li	Lithium	0,25	± 0,14
Mg	Magnesium	< 0,5	--
Mn	Mangan	< 0,2	--
Na	Natrium	< 2	--
Ni	Nickel	< 0,2	--
Pb	Blei	< 0,15	--
Ti	Titan	1,3	± 0,4
Zn	Zink	< 1,3	--
Zr	Zirkonium	< 0,1	--

w: Mittelwert der Laboratoriumsmittelwerte

u: 95 %-Vertrauensbereich des Mittelwertes der Laboratoriumsmittelwerte

Die Massenanteile und Unsicherheiten wurden nach DIN 1333 Blatt 1 und 2, Februar 1972, gerundet

Der Anteil der Probe an Siliciumdioxid (SiO₂) beträgt > 99,99%.

Mittelwerte der Einzelergebnisse der Laboratorien (Angaben in µg/g)

Labor Nr.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	M _m	s _m	s _w
Al	7,33	7,39	8,15	8,55	8,90	9,14	9,68	9,69	9,75	< 10	8,73	0,95	0,45
As	0,0032	0,0034	0,0035	< 0,01	< 0,02	0,083	< 2				< 0,1	-	-
Ca	0,34	0,38	0,43	0,45	< 0,5*	0,51	--	< 2,2*			0,42	0,065	0,086
Cd	< 0,001	0,004	< 0,005	< 0,01	< 0,015	< 0,02	0,023	< 0,05	< 0,1		< 0,05	-	-
Cr	0,026	0,045	0,049	0,056	0,060	0,065	0,096	0,1	--	< 0,2*	0,062	0,025	0,009
Cu	0,078	0,100	< 0,1	< 0,1							< 0,1	-	-
Fe	0,34	0,44	0,59	0,63	0,63	0,69	0,7	0,77	0,81	--	0,62	0,15	0,15
Ge	0,36	0,43	0,78	1,00	< 2,8						< 1	-	-
Hg	0,00014	< 0,0008	< 0,005	< 0,08							< 0,05	-	-
K	0,32	0,36	0,60	0,65	--						0,48	0,171	0,11
Li	0,15	0,23	0,26	0,36	--	< 2*					0,25	0,09	0,037
Mg	0,06	0,064	0,075	0,11	< 0,2	0,43	< 0,5				< 0,5	-	-
Mn	0,016	0,033	< 0,1	< 0,5							< 0,2	-	-
Na	0,4	0,54	0,94	1,01	< 2*	--					< 2	-	-
Ni	0,028	0,058	0,060	< 0,1	0,164	< 0,2					< 0,2	-	-
Pb	0,005	< 0,03	0,038	0,042	< 0,1	0,12	0,145				< 0,15	-	-
Ti	0,57	0,84	1,17	1,37	1,43	1,50	1,62	1,75	1,78	--	1,34	0,41	0,16
Zn	< 0,04	< 0,05	0,058	0,065	0,39	0,78	1,28				< 1,3	-	-
Zr	0,049	0,051	0,068	< 0,1	0,105	< 0,5					< 0,1	-	-

M_m: Arithmetischer Mittelwert bzw. Obergrenze der Laboratoriumsmittelwerte

s_m: Standardabweichung der Laboratoriumsmittelwerte

s_w: Arithmetischer Mittelwert der Standardabweichungen innerhalb der Laboratorien

*: Werte, die **nicht** in die Berechnung des Mittelwertes (M_m) einbezogen wurden.

--: Durch zweiseitigen Grubbs-Test ermittelte Ausreißer (Irrtumswahrscheinlichkeit < 5 %), die **nicht** in die Berechnung des Mittelwertes (M_m) einbezogen wurden.
Der Test wurde ohne Berücksichtigung der durch * gekennzeichneten Werte durchgeführt.

Analysenmethoden

Element	Labor-Nr.	Analysenmethode
Al	3, 4, 5, 6, 7, 8, 10 1, 9 2	Plasma-Emissionsspektrometrie Atomabsorptionsspektrometrie ICP-Massenspektrometrie
As	1, 4, 5, 6 2 3 7	Atomabsorptionsspektrometrie Neutronenaktivierungsanalyse Photonenaktivierungsanalyse Photometrie
Ca	2 1, 3, 4, 5, 6 8 7	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie Neutronenaktivierungsanalyse Photonenaktivierungsanalyse
Cd	1, 3, 4, 7, 8 2, 6, 9 5	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie Neutronenaktivierungsanalyse
Cr	6, 8, 9 3, 5, 7, 10 4 1 2	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie ICP-Massenspektrometrie Neutronenaktivierungsanalyse Photonenaktivierungsanalyse
Cu	2, 3 1, 4	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie
Fe	2, 3, 6, 10 1, 7, 8, 9 4 5	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie Neutronenaktivierungsanalyse Photonenaktivierungsanalyse
Ge	4 2 3 5 1	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie ICP-Massenspektrometrie Neutronenaktivierungsanalyse Photometrie
Hg	1, 3, 4 2	Atomabsorptionsspektrometrie Neutronenaktivierungsanalyse

Element	Labor-Nr.	Analysenmethode
K	1, 4, 5 2 3	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie Neutronenaktivierungsanalyse
Li	1, 3, 5, 6 2, 4	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie
Mg	4, 5 1, 2, 3, 6, 7	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie
Mn	2 1, 3, 4	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie
Na	2, 5, 6 4 3 1	Atomabsorptionsspektrometrie Neutronenaktivierungsanalyse Photonenaktivierungsanalyse Plasma-Emissionsspektrometrie
Ni	1, 2, 3 4, 6 5	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie Photonenaktivierungsanalyse
Pb	1, 2, 3, 4, 6, 7 5	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie
Ti	6 2, 3, 4, 5, 7, 10 8 1 9	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie ICP-Massenspektrometrie Photonenaktivierungsanalyse Röntgenfluoreszenzanalyse
Zn	4, 7 1, 2, 6 3 5	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie Neutronenaktivierungsanalyse Photonenaktivierungsanalyse
Zr	2, 3, 4, 6 1 5	Plasma-Emissionsspektrometrie ICP-Massenspektrometrie Photonenaktivierungsanalyse

Weitere Analyseergebnisse

Die folgenden Angaben beziehen sich für eine angegebene Methode jeweils auf Untersuchungen **nur eines** Labors und sind lediglich als Richtwerte anzusehen.

Element	Methode	w / µg/g	s / µg/g	n
Ag	NAA	< 0,5	-	3
Au	NAA	0,0003	0,00005	3
B	ICP	< 1	--	4
Ba	ICP	< 0,2	--	4
Ba	NAA	< 0,05	--	3
Be	ICP	< 0,1	--	4
Bi	ICP	< 0,1	--	4
Br	NAA	0,0008	0,0002	3
Br	PAA	0,04	0,02	3
C	IR	< 1	--	4
C*	IR	4	1,5	4
Ce	NAA	0,01	0,0025	3
Cl	PYR/IC	< 5	--	4
Co	ICP	< 0,1	--	4
Co	NAA	0,005	0,002	3
Co	AAS	< 0,01	--	4
Eu	NAA	0,0002	0,00002	3
F	PYR/PO	< 0,5	--	4
Ga	NAA	< 0,002	--	3
Ga	ICP	< 0,05	--	4
H	HW	0,4	0,05	4
Hf	NAA	0,007	0,001	3
Ho	NAA	< 0,004	--	3
In	NAA	< 0,008	--	3
Ir	NAA	0,00055	0,0001	3
La	NAA	0,006	0,0006	3
La	ICP	< 0,1	--	4
Mo	NAA	0,02	0,003	3
Mo	PAA	0,03	0,01	4
N	D	< 10	--	4
Nb	PAA	0,017	0,011	3
Nd	NAA	< 0,01	--	3

Element	Methode	w / µg/g	s / µg/g	n
Os	NAA	< 0,0009	--	3
P	PHOT	< 1	--	4
Pd	ICP	< 0,1	--	4
Pt	NAA	< 0,02	--	3
Rb	NAA	< 0,007	--	3
Re	NAA	< 0,001	--	3
Ru	NAA	< 0,0015	--	3
S	IR	< 1	--	4
Sb	NAA	0,0045	0,0003	3
Sb	PAA	0,021	0,006	4
Sc	NAA	0,00013	0,00002	3
Se	NAA	< 0,002	--	3
Sm	NAA	0,001	0,0002	3
Sn	NAA	< 0,4	--	3
Sr	NAA	< 0,18	--	3
Sr	PAA	0,013	0,0002	4
Ta	ICP	0,08	0,01	4
Ta	NAA	< 0,0004	--	3
Ta	ICP	< 0,2	--	4
Tb	NAA	< 0,0002	--	3
Te	NAA	< 0,24	--	3
Th	NAA	0,009	0,001	3
Tl	ICP	< 0,5	--	3
Tl	AAS	< 0,01	--	4
U	NAA	0,003	0,0004	3
U	PAA	0,003	0,001	4
V	ICP	< 0,05	--	4
V	AAS	0,06	0,06	4
W	NAA	0,02	0,003	3
Y	PAA	0,007	0,002	4
Yb	NAA	0,0007	0,0005	3

Abkürzungen der Methodenbezeichnungen

AAS: Atomabsorptionsspektrometrie
D: Methode nach Dumas
HW: Heiextraktion/Wärmeleitfähigkeitsmessung
ICP: Plasma-Emissionsspektrometrie
IR: Verbrennungsverfahren; Infrarotabsorption

NAA: Neutronenaktivierungsanalyse
PAA: Photonenaktivierungsanalyse
PHOT: Photometrie
PYR/IC: Pyrohydrolyse-Ionenchromatographie
PYR/PO:Pyrohydrolyse-Potentiometrie

C*: Originalprobe, ungeglht

Informationen zur Probe

Die Probe besteht nach den Ergebnissen von drei unabhängigen röntgendiffraktometrischen Bestimmungen aus α -Quarz. Sie wurde aus einem aufgemahlenden pegmatitischen Granit durch mechanische Aufbereitung (Flotation, Magnetabscheidung, elektrostatische Abscheidung) und chemische Reinigungsprozesse (Waschen mit Flußsäure und Schwefelsäure) hergestellt. Die mittlere Korngröße der Probe beträgt etwa 150 μm .

Die chemische Analyse der Probe wurde vom Arbeitskreis "Primärsubstanzen zur Kalibrierung" im Chemikerausschuß des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute (VDEh) durchgeführt. Die Probe wird von der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) vertrieben und ist in Packungen zu 100 g erhältlich.

Soll die Probe zur Herstellung synthetischer Kalibrierproben bei der Siliciumbestimmung verwendet werden, so ist sie eine Stunde bei 1000° C in einer Platinschale bei einer Schichtdicke von höchstens 10 mm zu glühen. Anschließend soll die Probe in einem Exsikkator ohne Trockenmittel abkühlen; unmittelbar danach ist die Einwaage vorzunehmen.

Bei Verwendung der Probe als Analysenkontrollprobe bei der Analyse anderer siliciumhaltiger Materialien ist beim Abrauchen mit Flußsäure (40 %) ein Verbrauch von 10 bis 15 ml/g anzusetzen. Die Abrauchzeit für 20 g Probe in einer flachen Platinschale beträgt etwa 4 Stunden.

Teilnehmende Laboratorien

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)

DHS Dillinger Hüttenwerke AG, Dillingen

Forschungsinstitut der Zementindustrie, Düsseldorf

Krupp Industrietechnik GmbH, Sparte Systemtechnik, Essen

Forschungszentrum Jülich GmbH, Jülich

Krupp Stahl AG, Siegen

Mannesmann Forschungsinstitut, Duisburg

Schott Glaswerke, Mainz

Thyssen Edelstahlwerke AG, Krefeld

Thyssen Stahl AG, Duisburg

Universität Duisburg, Duisburg

Vereinigte Aluminium-Werke AG, Bonn

**Bundesanstalt für Materialforschung
und -prüfung (BAM), Berlin**

**Verein Deutscher Eisenhüttenleute
(VDEh), Düsseldorf**

Berlin, November 1991