

# BUNDESANSTALT FÜR MATERIALFORSCHUNG UND -PRÜFUNG (BAM)

## VEREIN DEUTSCHER EISENHÜTTENELEUTE (VDEh)

Arbeitskreis "Primärsubstanzen zur Kalibrierung"

### Zertifiziertes Referenzmaterial

#### Reinstoff Nr.1

Siliciumdioxid SiO<sub>2</sub>

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	Zirconium	< 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 (SiO<sub>2</sub>) 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 <sub>m</sub>	s <sub>m</sub>	s <sub>w</sub>
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<sub>m</sub>: Arithmetischer Mittelwert bzw. Obergrenze der Laboratoriumsmittelwerte

s<sub>m</sub>: Standardabweichung der Laboratoriumsmittelwerte

s<sub>w</sub>: Arithmetischer Mittelwert der Standardabweichungen innerhalb der Laboratorien

\*: Werte, die **nicht** in die Berechnung des Mittelwertes (M<sub>m</sub>) einbezogen wurden.

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

### Analysemethoden

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

Element	Labor-Nr.	Analysemethode
<b>K</b>	1, 4, 5 2 3	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie Neutronenaktivierungsanalyse
<b>Li</b>	1, 3, 5, 6 2, 4	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie
<b>Mg</b>	4, 5 1, 2, 3, 6, 7	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie
<b>Mn</b>	2 1, 3, 4	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie
<b>Na</b>	2, 5, 6 4 3 1	Atomabsorptionsspektrometrie Neutronenaktivierungsanalyse Photonenaktivierungsanalyse Plasma-Emissionsspektrometrie
<b>Ni</b>	1, 2, 3 4, 6 5	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie Photonenaktivierungsanalyse
<b>Pb</b>	1, 2, 3, 4, 6, 7 5	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie
<b>Ti</b>	6 2, 3, 4, 5, 7, 10 8 1 9	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie ICP-Massenspektrometrie Photonenaktivierungsanalyse Röntgenfluoreszenzanalyse
<b>Zn</b>	4, 7 1, 2, 6 3 5	Atomabsorptionsspektrometrie Plasma-Emissionsspektrometrie Neutronenaktivierungsanalyse Photonenaktivierungsanalyse
<b>Zr</b>	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: Heißextraktion/Wärmeleitfähigkeitsmessung  
ICP: Plasma-Emissionsspektrometrie  
IR: Verbrennungsverfahren; Infrarotabsorption

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

C\*: Originalprobe, ungeglüht

### Informationen zur Probe

Die Probe besteht nach den Ergebnissen von drei unabhängigen röntgendiffraktometrischen Bestimmungen aus  $\alpha$ -Quarz. Sie wurde aus einem aufgemahlene 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  $\mu\text{m}$ .

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**