

BERICHT

***zur
Zertifizierung der Legierungsbestandteile und der
Verunreinigungen in einer Kupfer-Zinn-
Legierung
(CuSn8)***

Zertifiziertes Referenzmaterial

BAM-374

November 1999

Koordinator:
Bericht

Dr. Klaus Meier
Dr. Angelika Recknagel
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
Unter den Eichen 87
D - 12205 Berlin
Tel.: 030/8104 1112
Fax.: 030/8104 1117

Laboratorium I.11 „Metallanalytik“

ZUSAMMENFASSUNG

Der Bericht beschreibt die Herstellung und Zertifizierung (Homogenitätsuntersuchung und Zertifizierungsringversuch) einer Kupfer-Zinn-Legierung (CuSn8) mit der Bezeichnung BAM-374.

Das zertifizierte Referenzmaterial ist vorgesehen als Analysenkontrollprobe für die Röntgenfluoreszenz- und Emissionsspektralanalyse und ist erhältlich in Form von ca. 3 cm hohen Zylindern mit einem Durchmesser von etwa 4 cm.

Folgende Massenanteile und Unsicherheiten sind zertifiziert:

Element	Massenanteil in %	Unsicherheit* in %
Cu	92,22	± 0,05
Sn	7,60	± 0,06 (0,13)
P	0,1697	± 0,0023 (0,008)
<hr/>		
	in µg/g	in µg/g
Ag	12,4	± 1,3
Fe	40	± 4
Mn	4,3	± 0,3
Ni	32,7	± 1,3
Pb	8,3	± 0,9
Zn	40,4	± 1,9

Folgende Massenanteile werden als Richtwert gegeben:

Element	Massenanteil in µg/g	Unsicherheit* in µg/g
As	4,3	± 1,2
Bi	2,2	± 1,3
S	13	± 5
Sb	6,3	± 1,4
Al	< 1	
Cd	< 1	
Co	< 1	
Cr	< 1	
Mg	< 1	
Se	< 2	
Si	< 10	
Te	< 1	
Ti	< 1	
Zr	< 1	

*Vertrauensbereich (absolut) bei einem Vertrauensgrad von 95%, ermittelt aus den Standardabweichungen der Messreihenmittelwerte; die Werte in Klammern geben die erweiterten Unsicherheiten an, die den Beitrag der Flächeninhomogenität berücksichtigen.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1 Einleitung	5
1.1 Anwendungsbereich	5
1.2 Herstellung von Referenzmaterialien	5
2 Beteiligte Laboratorien	5
3 Probenpräparation	6
3.1 Ausgangsmaterial	6
3.2 Referenzmaterial	6
4 Homogenitätsuntersuchungen	6
4.1 Homogenitätsuntersuchung der Fläche	7
4.2 Homogenitätsuntersuchung der Länge	9
5 Zertifizierung	9
5.1 Verwendete Abkürzungen	10
5.2 Kurzbeschreibung der Analysenverfahren	10
5.3 Kalibrierung	10
5.4 Analyseergebnisse und statistische Betrachtung	29
6 Hinweise für den Benutzer	57
7 Literatur	57
8 Information und Probenvertrieb	58

1. Einleitung

1.1 Anwendungsbereich

In der metallverarbeitenden Industrie werden bei der Eingangskontrolle von Rohmaterial wie Schrotten, der Produktionsüberwachung (z.B. Zusammensetzung von Schmelzen) und bei der abschließenden Qualitätskontrolle der Produkte wegen des geringen Arbeits- und Zeitaufwandes als Bestimmungsmethoden für die chemische Zusammensetzung der Proben bevorzugt die Röntgenfluoreszenz- und Emissionsspektralanalyse eingesetzt.

Hierfür sind geeignete Rekalibrierproben notwendig, um mögliche Störeinflüsse durch unterschiedliches Materialgefüge der verschiedenen Legierungstypen und spektrale Inter-elementeffekte auszuschließen. Für derartige Analysenkontrollzwecke wird das zertifizierte Referenzmaterial BAM-374 verwendet. Bei dieser Probe handelt es sich um eine Kupfer-Zinn-Legierung (Bronze) mit den Legierungsbestandteilen Cu und Sn. Ihr Haupteinsatzgebiet liegt in der metallverarbeitenden Industrie, z.B. bei der Herstellung von Produkten aus Kupfer-Zinn-Legierungen.

1.2 Herstellung von Referenzmaterialien

Die Produktion zertifizierter Referenzmaterialien erfolgt entsprechend dem Bedarf der Industrie. Für neue Materialien werden nach einer Marktanalyse die gewünschten Massengehalte der einzelnen Elemente in der geplanten Probe in den beteiligten Gremien (European Committee for Standardisation (CEN), Gesellschaft für Bergbau, Metallurgie, Rohstoff- und Umwelttechnik (GDMB) etc.) diskutiert und festgelegt. Die Herstellung der Referenzmaterialien auf Kupfer-Zinn-Basis erfolgte in Zusammenarbeit mit dem Arbeitsausschuss „Kupfer“ des Chemikerausschusses der GDMB.

Das Material wird in einem geeigneten Industriebetrieb entsprechend den Vorgaben hergestellt. Nach einem Homogenitätstest werden die Massenkonzentrationen der interessierenden Elemente in einem Zertifizierungsringversuch ermittelt. Für den Ringversuch werden Laboratorien ausgewählt, die ihre Befähigung durch die Mitarbeit an vorangegangenen Verfahrensentwicklungen und Zertifizierungsringversuchen für die zu bestimmenden Elemente gezeigt haben. Ein Qualifizierungsringversuch wird deshalb vor dem eigentlichen Zertifizierungsringversuch nicht vorgenommen.

Grundlage für die Zertifizierung sind die relevanten ISO-Guides [1-3] und die „Guidelines for the production and certification of BAM reference materials“ [4].

Nachfolgend beschrieben ist die Zertifizierung des zertifizierten Referenzmaterials BAM-374.

2. Beteiligte Laboratorien

Herstellung des Materials:

- Wieland-Werke AG, Ulm (Herstellung der Legierung durch Sprühkompaktierung und Weiterverarbeitung durch Strangpressen)

Homogenitätstest:

- Wieland-Werke AG, Ulm (Längenhomogenität)

- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin (Flächenhomogenität und Auswertung)

Chemische Analysen zur Zertifizierung:

- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin
 - Labor I.11 (Metallanalytik)
 - Labor I.13 (Elementspurenanalytik, Spektralanalyse)
 - Labor I.42 (Isotopenverdünnungs- und Kernbrennstoffanalyse)
 - Labor I.43 (Aktivierungsanalyse, Gasanalytik)
- Hüttenwerke Kayser AG, Lünen
- KM Europa Metal AG, Osnabrück
- Krupp VDM GmbH, Werdohl
- MKM Mansfelder Kupfer und Messing GmbH (Labor Süd), Hettstedt
- MKM Mansfelder Kupfer und Messing GmbH (Labor Nord), Hettstedt
- Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart
- Norddeutsche Affinerie AG, Hamburg
- Labor Peter Rohrmann, Lutherstadt Eisleben
- Sundwiger Messingwerk, Hemer
- Wieland-Werke AG, Ulm

Statistische Auswertung:

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

3. Probenpräparation

3.1 Ausgangsmaterial

Als Rohmaterial diente ein gezielt dotiertes Material der Firma Wieland-Werke AG, Ulm.

Hierfür wurden zu einer induktiv beheizten Schmelze einer Cu-Sn-Legierung durch Zulegieren von Reinmetallen oder Vorlegierungen gezielt die gewünschten Elemente eingestellt. Die Schmelze wird durch Sprühkompaktierung zu Bolzen abgegossen und diese durch Strangpressen zu Stangen von 4 cm Durchmesser umgeformt. Die Stangen wurden in Zylinder von ca. 3 cm Höhe zersägt.

3.2 Referenzmaterial

Bei der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung wurde der äußere Mantel (ca. 0,2 mm) der Zylinder entfernt, deren Schnittflächen plan abgedreht und diese gestempelt (BAM-374). Die Versandschachteln werden mit fortlaufenden Probennummern gekennzeichnet. Das Referenzmaterial ist erhältlich in Form von ca. 3 cm hohen Zylindern mit einem Durchmesser von etwa 4 cm.

4. Homogenitätsuntersuchungen

Die Homogenitätsuntersuchungen für das zu zertifizierende Material wurden sowohl über die Länge als auch über die Fläche durchgeführt. Die Messungen zur Längenhomogenität erfolgten bei den Wieland-Werken mit Hilfe der Röntgen-

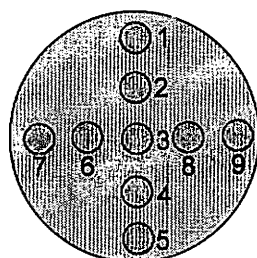
fluoreszenzanalyse, die Flächenhomogenität wurde bei der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung mittels Emissionsspektralanalyse (OES) nach Funkenanregung (Funkenspektrometer OBLF QSL 1500) geprüft.

4.1 Homogenitätsuntersuchung der Fläche (radial)

Bei der Herstellung von Bronzeplatten muss grundsätzlich mit einer Flächeninhomogenität durch umgekehrte Blockseigerung beim Erstarren der Probe gerechnet werden. Für die Herstellung der Referenzprobe BAM-374 wurde mit der Sprühkompaktierung mit anschließendem Strangpressen ein relativ neues Verfahren eingesetzt, bei dem die Inhomogenitäten aufgrund des Herstellungsprozesses auf ein Minimum reduziert werden können.

Es wurde aus jeder Stange willkürlich eine Probe ausgewählt und mittels Emissionsspektrometrie untersucht, inwieweit bei dem Referenzmaterial BAM-374 Flächeninhomogenitäten auftreten. Die Reihenfolge der Abfunkungen erfolgte nach dem in Abbildung 1 dargestellten Schema. Dieses Schema wurde gewählt, um mögliche Veränderungen der Massengehalte der Elemente vom Äußeren zum Inneren der Probe unmittelbar feststellen zu können.

Abbildung 1: Abfunkmuster für den Flächenhomogenitätstest (mit Nummer der Abfunktung)



Für die Elemente Zinn (Legierungsbestandteil) und Phosphor, deren Massenanteile in der Probe verhältnismäßig hoch sind, wurde eine Abnahme der Gehalte zur Probenmitte hin festgestellt (Tabellen 1 und 2).

Tabelle 1: Sn-Massenanteile beim Flächenhomogenitätstest

Abfunknr.	Massenanteile Sn [%]				
	Probe 1/46	Probe 2/14	Probe 3/1	Probe 4/17	Probe 5/2
1	7,344	7,401	7,565	7,482	7,459
2	7,375	7,374	7,482	7,349	7,392
3	7,323	7,303	7,327	7,232	7,214
4	7,331	7,327	7,472	7,367	7,334
5	7,367	7,381	7,585	7,479	7,460
6	7,333	7,369	7,439	7,434	7,336
7	7,384	7,376	7,546	7,487	7,439
8	7,345	7,327	7,452	7,380	7,387
9	7,376	7,371	7,527	7,486	7,486
MW	7,353	7,359	7,488	7,410	7,390
S _{rel} [%]	0,31	0,34	1,06	1,17	1,16

Tabelle 2: P-Massenanteile beim Flächenhomogenitätstest

Abfunknr.	Massenanteile P [%]				
	Probe 1/46	Probe 2/14	Probe 3/1	Probe 4/17	Probe 5/2
1	0,1855	0,1840	0,1881	0,1895	0,1880
2	0,1830	0,1821	0,1823	0,1827	0,1831
3	0,1782	0,1794	0,1738	0,1738	0,1739
4	0,1810	0,1816	0,1833	0,1823	0,1820
5	0,1840	0,1849	0,1862	0,1895	0,1876
6	0,1809	0,1828	0,1794	0,1841	0,1805
7	0,1839	0,1846	0,1852	0,1894	0,1869
8	0,1812	0,1808	0,1810	0,1828	0,1837
9	0,1843	0,1846	0,1877	0,1884	0,1874
MW	0,1824	0,1828	0,1830	0,1847	0,1837
S _{rel} [%]	1,25	1,06	2,48	2,80	2,49

Die mittlere relative Standardabweichung der Massenanteile beim Flächenhomogenitätstest entspricht für Zinn mit einem Wert von 0,81% annähernd dem aus den Standardabweichungen der Messreihenmittelwerte berechneten Vertrauensbereich des Zertifizierungsringversuches (0,79%) bei einem Vertrauensniveau von 95%. Da insbesondere bei der Funkenemissionsspektrometrie der durch die Flächeninhomogenität gelieferte Beitrag nicht vernachlässigt werden kann, wird im Zertifikat neben der Unsicherheit, die sich über den Ringversuch ergibt, auch die erweiterte Unsicherheit angegeben, die den Beitrag der Flächeninhomogenität einschließt.

Die erweiterte Unsicherheit U wird nach dem "Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen" [5] aus der kombinierten Unsicherheit u_c berechnet:

$$U = k \cdot u_c$$

$$u_c = \sqrt{\frac{s_{ring}^2}{n} + s_{inhomog}^2}$$

Für $k=2$ umfaßt die erweiterte Unsicherheit U einen Bereich, dessen Grad des Vertrauens bei annähernd 95% liegt [5].

Für Phosphor beträgt die durchschnittliche relative Standardabweichung der Massenanteile bei der Flächenhomogenitätsuntersuchung 2,0%. Sie ist ebenfalls größer als der Vertrauensbereich, der sich aus dem Ringversuch ergibt (1,4%, Vertrauensniveau 95%) und kann nicht vernachlässigt werden. Die erweiterte Unsicherheit wird somit wie beschrieben berechnet und neben der Ringversuchsunsicherheit angegeben.

Die beim Zinn und Phosphor festgestellten Flächeninhomogenitäten ließen sich bei den anderen Elementen, deren Massenanteile deutlich niedriger liegen, nicht feststellen. Vielmehr lagen hier in nahezu allen Fällen die relativen Standardabweichungen der emissionsspektrometrisch ermittelten Gehalte deutlich unter den relativen Vertrauensbereichen (Vertrauensniveau von 95%), die über den Zertifizierungsringversuch erhalten wurden. Mögliche Flächeninhomogenitäten bezogen auf die Verunreinigungen sind somit vernachlässigbar.

4.2 Homogenitätsuntersuchung der Länge (axial)

Für den Homogenitätstest über die Länge wurden für alle Probezylinder bei der Firma Wieland-Werke AG mittels Röntgenfluoreszenzanalyse die Massengehalte der Probenbestandteile bestimmt. Eine statistische Auswertung war aufgrund der niedrigen Gehalte der anderen Elemente hier nur für Sn und P möglich. Die Ergebnisse dieser Untersuchung sind Tabelle 3 zu entnehmen.

Tabelle 3: Statistische Auswertung der Messungen zur Längenhomogenität

	Zinn		Phosphor	
	MW (%)	S _{rel} (%)	MW (%)	S _{rel} (%)
Stange 1 (63 Proben)	7,66	0,19	0,123	0,76
Stange 2 (49 Proben)	7,70	0,16	0,123	0,73
Stange 3 (65 Proben)	7,67	0,27	0,122	1,15
Stange 4 (65 Proben)	7,74	0,33	0,124	0,90
Stange 5 (64 Proben)	7,75	0,24	0,124	0,89

Die Standardabweichungen, die sich bei der Untersuchung der Längenhomogenität für die einzelnen Messreihen ergaben, sind für beide Elemente deutlich niedriger als die Standardabweichungen der Messreihenmittelwerte des Zertifizierungsringsversuches und die der Flächenhomogenitätsuntersuchungen. Eine eventuelle Längeninhomogenität hat somit keinen signifikanten Einfluß auf die Unsicherheiten der zertifizierten Gehalte.

Bei den anderen Elementen liegen die Gehalte unterhalb der entsprechenden Bestimmungsgrenzen der RFA, sodass keine Aussagen über mögliche Längeninhomogenitäten möglich sind.

5. Zertifizierung

An der chemischen Analyse der Proben beteiligten sich 14 Laboratorien. Es handelte sich dabei in der Regel um Laboratorien der metallverarbeitenden Industrie sowie verschiedene Laboratorien der BAM, die alle über eine große Erfahrung auf dem Gebiet der Analytik von Kupfer und Kupferlegierungen verfügen.

In den Proben wurden die Massenanteile der Elemente Cu, Sn, Ag, Al, As, Bi, Cd, Co, Cr, Fe, Mg, Mn, Ni, P, Pb, S, Sb, Se, Si, Te, Ti, Zn und Zr bestimmt, wobei pro Element jeweils 6 Einzelwerte (in Ausnahmefällen nur 5) aus getrennten Einwaagen ermittelt wurden.

5.1 Verwendete Abkürzungen der Analysenverfahren

A	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung (F AAS)
CS	Verbrennung mit CS-mat
E	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung (ET AAS)
EG	Elektrogravimetrie
I	Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP OES)
ID	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie mit Thermionenanzregung (ID TIMS)
IR	Verbrennung mit IR-Detektion
NAA	Neutronenaktivierungsanalyse
P	Photometrie
PAA	Photonenaktivierungsanalyse
RFA	Röntgenfluoreszenzanalyse
T	Titrimetrie

5.2 Kurzbeschreibung der Analysenverfahren

Die Analysenverfahren, die die Laboratorien für die Bestimmung eingesetzt haben, sind für die einzelnen Elemente in den Tabellen 4 bis 26 aufgelistet.

Die Tabellen definieren für jede Methode die Abkürzung, die in den Ergebnistabellen (Tabelle 28 bis 41) gegeben sind und zeigen auf

- die Laboratorien, die nach diesem Verfahren analysiert haben (der Laborcode ist den einzelnen Laboratorien zugänglich),
- die Probenmenge, die eingesetzt wurde,
- die Probenvorbereitung und
- die Bestimmungsmethode.

5.3 Kalibrierung

Bei allen Analysenverfahren, für die eine Kalibrierung notwendig ist, wird ein Kalibrierverfahren mit Bezugslösungen eingesetzt. Für die Herstellung der Bezugslösungen waren nur reine Metalle und Verbindungen mit exakt bekannter Stöchiometrie und Reinheit zulässig. In Ausnahmefällen wurden auch kommerziell erhältliche Standardlösungen, die zuvor mit gravimetrisch erstellten Kalibrierlösungen überprüft wurden, als Arbeitsstandard akzeptiert. In der Regel erfolgte eine Matrixangleichung mit Reinstkupfer und Reinzinn. Verzichtet wurde darauf in einigen Fällen, in denen eine Matrixabtrennung in den Probenlösungen erfolgte.

Bei einigen Verfahren wurde sowohl in den Kalibrierlösungen als auch in den Probenlösungen interne Standards wie z. B. Sc, Y oder In zugesetzt.

Cu-Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
EG	1	2,5 g	Lösen in HNO ₃ , Rückstand in HNO ₃ /H ₂ SO ₄ lösen, mit HBr das Sn verflüchtigen	Elektrogravimetrie, Restkupferbest. mit F AAS
EG	2	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Elektrogravimetrie, Restkupferbest. mit F AAS
EG	4, 11	1 g	Lösen in HNO ₃ , Rückstand in HNO ₃ /H ₂ SO ₄ lösen, mit HBr das Sn verflüchtigen	Elektrogravimetrie, Restkupferbest. mit ICP OES
EG	5	1-2,5 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Elektrogravimetrie
EG	8	0,7-0,8 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Elektrogravimetrie,
EG	9	1 g	Lösen in HNO ₃ /H ₂ SO ₄	Elektrogravimetrie
EG	12	1 g	Lösen in HNO ₃ , Rückstand in Br-Mischsäure gelöst	Elektrogravimetrie
RFA	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Röntgenfluoreszenzanalyse

Tabelle 4: Analysenverfahren für die Bestimmung von Kupfer

Sn- Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
T	1	2 g	Lösen in HCl, Abtrennen von Cu durch Ammoniakfällung	iodometrische Titration
T	12	10 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennung des Sn als SnO ₂ durch Braunsteinmitfällung, nach Schmelzaufschluß Reduktion zu Sn ²⁺	iodometrische Titration
A	2	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4, 8, 11 5	0,2 -0,25 g 1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
R	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Röntgenfluoreszenzanalyse
PAA	14	1,5-2 g	aus Probematerial Ronden fertigen (Durchmesser 20 mm, Dicke ca. 0,6-0,8 mm)	Photonenaktivierungsanalyse

Tabelle 5: Analysenverfahren für die Bestimmung von Zinn

Ag - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	1, 9	2 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	2	1 g	Lösen in HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr,	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	5 g	Lösen in HNO ₃ ; Entfernen des Sn durch Abrauchen mit HBr	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
ID	10	ca. 1 g	Aufschluß mit H ₂ O/Königswasser, Hochdruck-veraschung, Trennung an AG 1x8	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie mit Thermionen-anregung ID-TIMS
NAA	14	20-40 mg	zerspante Probe in Quarzampulle einwiegen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse
PAA	14	1,5-2 g	aus Probematerial Ronden fertigen (Durchmesser 20 mm, Dicke ca. 0,6-0,8 mm)	Photonenaktivierungsanalyse

Tabelle 6: Analysenverfahren für die Bestimmung von Silber

As - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	ca. 0,8 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂ , Extraktion mit Toluol, Rückextraktion mit H ₂ O	Photometrie, Bestimmung als Molybdänblau
A	9	10 g	Lösen in HNO ₃ , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
E	3	2 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂ , mit Se als Spurenfänger und unterphosphoriger Säure gefällt, in HCl gelöst	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ETAAS
I	2	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
NAA	14	20-40 mg	zerspante Probe in Quarzampulle einwiegen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse
PAA	14	1,5-2 g	aus Probematerial Ronden fertigen (Durchmesser 20 mm, Dicke ca. 0,6-0,8 mm)	Photonenaktivierungsanalyse

Tabelle 7: Analysenverfahren für die Bestimmung von Arsen

Fe - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	ca. 1,5 g	Probematerial vor der Best. beizen, lösen in HCl/H ₂ O ₂ , Extraktion mit Methylisobutylketon	Photometrie, Bestimmung mit 1,10-Phenanthrolin
A	2, 8	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	4 g	Lösen in HNO ₃ , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2, 7	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	4 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11, 12	1 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	5 g	Lösen in HNO ₃ ; Entfernen des Sn durch Abrauchen mit HBr	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
ID	10	ca. 1 g	Aufschluß mit H ₂ O/Königswasser, Hochdruck-veraschung, Trennung an AG 1x8	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie mit Thermionenanzregung ID-TIMS

Tabelle 8: Analysenverfahren für die Bestimmung von Eisen

Mn - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	1, 2	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	10 g	Lösen in HNO ₃ , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	12	1 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
E	1	10 g	Lösen in HNO ₃ , Sn durch Abrauchen abtrennen, La(OH) ₃ -Fällung	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ET AAS
I	2, 7	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	4 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11, 12	1 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	5 g	Lösen in HNO ₃ , Entfernen des Sn durch Abrauchen mit HBr	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 9: Analysenverfahren für die Bestimmung von Mangan

Ni - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	ca. 1 g	Lösen in HNO ₃ /H ₂ SO ₄	Photometrie, Bestimmung als Diacetyl-dioximkomplex, Extraktion mit Chloroform
A	2, 8	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	3	1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , Aufschluß des Rückstandes mit K ₂ S ₂ O ₇ , Vereinigen mit dem Filtrat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	10 g	Lösen in HNO ₃ , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	12	1 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2, 7	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	4 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11	1 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	5 g	Lösen in HNO ₃ ; Entfernen des Sn durch Abrauchen mit HBr	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
ID	10	ca. 1 g	Aufschluß mit H ₂ O/Königswasser, Hochdruck-veraschung, Trennung an AG 50 Wx8	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie mit Thermionen-anregung ID-TIMS
PAA	14	1,5-2 g	aus Probematerial Ronden fertigen (Durchmesser 20 mm, Dicke 0,6-0,8 mm)	Photonenaktivierungsanalyse

Tabelle 10: Analysenverfahren für die Bestimmung von Nickel

P - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	1 g	Lösen in HNO ₃ , Entfernen der störenden Elemente durch Abrauchen mit HClO ₄ , HF und HBr, Extraktion als Vanadomolybdato-phosphorsäure	Photometrie, Bestimmung als Vanadomolybdato-phosphorsäure
P	2 8, 9	1 g 0,4-0,45 g	Lösen in Mischsäure (HCl/ HNO ₃)	Photometrie, Bestimmung als Vanadomolybdato-phosphorsäure
I	2 8	1 g 2 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 11: Analysenverfahren für die Bestimmung von Phosphor

Pb - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	3	2 g	Lösen in HCl/ HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	10 g	Lösen in HNO ₃ , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	12	1 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
E	1	10 g	Lösen in HNO ₃ , Sn durch Abrauchen abtrennen, La(OH) ₃ -Fällung	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ET AAS
E	3	2 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , La(OH) ₃ -Fällung	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ET AAS
E	8	0,2 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ET AAS
I	2, 7	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
ID	10	1 g	Aufschluß mit H ₂ O/Königswasser, Hochdruck-veraschung, zweimalige Trennung an AG 1x8	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie mit Thermionenanzregung ID-TIMS

Tabelle 12: Analysenverfahren für die Bestimmung von Blei

Zn - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	1, 2 8	1 g 0,4 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	4 g	Lösen in HNO ₃ , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereini- gung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	12	1 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2, 7 8	1 g 0,4 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	4 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g	Lösen in Königswasser, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11	1 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	5 g	Lösen in HNO ₃ , Entfernen des Sn durch Abrauchen mit HBr	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
ID	10	ca. 1 g	Aufschluß mit H ₂ O/HCl/H ₂ O ₂ , Hochdruck- veraschung, Trennung an AG 1x8	Isotopenverdünnungsmassenspektro- metrie mit Thermionenanzregung ID-TIMS
NAA	14	20-40 mg	zerspante Probe in Quarzampulle einwiegen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse

Tabelle 13: Analysenverfahren für die Bestimmung von Zink

Al - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
I	3	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11	1 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	5 g	Lösen in HNO ₃ ; Entfernen des Sn durch Abrauchen mit HBr	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 14: Analysenverfahren für die Bestimmung von Aluminium

Bi - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	9	10 g	Lösen in HNO ₃ , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
E	3	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HCl	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ET AAS
E	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ET AAS

Tabelle 15: Analysenverfahren für die Bestimmung von Bismut

Cd - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	9	10 g	Lösen in HNO ₃ , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	4 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11	1 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	5 g	Lösen in HNO ₃ ; Entfernen des Sn durch Abrauchen mit HBr	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 16: Analysenverfahren für die Bestimmung von Cadmium

Co - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	9	10 g	Lösen in HNO ₃ , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	4 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11, 12	1 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	5 g	Lösen in HNO ₃ ; Entfernen des Sn durch Abrauchen mit HBr	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
NAA	14	20-40 mg	zerspante Probe in Quarzampulle einwiegen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse

Tabelle 17: Analysenverfahren für die Bestimmung von Cobalt

Cr - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	9	10 g	Lösen in HNO ₃ , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	4 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂ , mit H ₂ SO ₄ abrauchen	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	3	4 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11	1 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	5 g	Lösen in HNO ₃ ; Entfernen des Sn durch Abrauchen mit HBr	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
PAA	14	1,5-2 g	aus Probematerial Ronden fertigen (Durchmesser 20 mm, Dicke ca. 0,6-0,8 mm)	Photonenaktivierungsanalyse
NAA	14	20-40 mg	zerspante Probe in Quarzampulle einwiegen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse

Tabelle 18: Analysenverfahren für die Bestimmung von Chrom

Mg - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	9	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃ , Zugabe Pufferlösung CsCl, LaCl ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	3	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11	1 g	Lösen in HNO ₃ , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	5 g	Lösen in HNO ₃ ; Entfernen des Sn durch Abrauchen mit HBr	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 19: Analysenverfahren für die Bestimmung von Magnesium

S - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	1 g	Lösen in einem Gemisch aus HI, HCOOH, NaH ₂ PO ₂ ·H ₂ O und Sb ₂ O ₃ , entstehenden Schwefelwasserstoff im N ₂ -Trägergasstrom abtrennen	Photometrie, Bestimmung des H ₂ S als Metylenblau nach Umsetzen des Sulfidschwefels mit N,N-Dimethyl-p-phenylendiamin
I	2	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
CS	8	2-3 g		Verbrennung mit CS-mat
T	6	0,5 g	Lösen in einem Gemisch aus HI, HCOOH, NaH ₂ PO ₂ ·H ₂ O und Sb ₂ O ₃ , entstehenden Schwefelwasserstoff im N ₂ -Trägergasstrom abtrennen	Mikrotitrimetrische Sulfidbestimmung
IR	5	2 g		Verbrennung mit IR-Detektion

Tabelle 20: Analysenverfahren für die Bestimmung von Schwefel

Sb - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	2 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂ , Extraktion mit Isopropylether	Photometrie, Bestimmung als Rhodamin-B-Komplex
A	9	10 g	Lösen in HNO ₃ , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
E	3	2 g	Lösen in HCl/ HNO ₃ , La(OH) ₃ -Fällung, lösen in HNO ₃ /HF	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ET AAS
E	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ET AAS
I	2	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
NAA	10	20-40 mg	zerspante Probe in Quarzampulle einwiegen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse

Tabelle 21: Analysenverfahren für die Bestimmung von Antimon

Se - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	9	10 g	Lösen in HNO ₃ , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	2 g	Lösen in HCl/ H ₂ O ₂ , mit unterphosphoriger Säure (mit As als Sammler) fällen, in HNO ₃ lösen	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
PAA	14	1,5-2 g	aus Probematerial Ronden fertigen (Durchmesser 20 mm, Dicke 0,6-0,8 mm)	Photonenaktivierungsanalyse
NAA	14	20-40 mg	zerspante Probe in Quarzampulle einwiegen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse

Tabelle 22: Analysenverfahren für die Bestimmung von Selen

Si - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
I	3	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 23: Analysenverfahren für die Bestimmung von Silicium

Te - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	9	10 g	Lösen in HNO ₃ , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
E	3	2 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂ , Fällern mit Se als Spurenfänger nach Reduktion mit unterphosphoriger Säure, in HCl gelöst	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ETAAS
E	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ET AAS

Tabelle 24: Analysenverfahren für die Bestimmung von Tellur

Ti - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
I	2	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	4 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	5 g	Lösen in HNO ₃ ; Entfernen des Sn durch Abrauchen mit HBr	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
PAA	14	1,5-2 g	aus Probematerial Ronden fertigen (Durchmesser 20 mm, Dicke ca. 0,6-0,8 mm)	Photonenaktivierungsanalyse

Tabelle 25: Analysenverfahren für die Bestimmung von Titan

Zr - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
I	3	4 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄ (Mikrowellendruckaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	5 g	Lösen in HNO ₃ ; Entfernen des Sn durch Abrauchen mit HBr	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
PAA	14	1,5-2 g	aus Probematerial Ronden fertigen (Durchmesser 20 mm, Dicke ca. 0,6-0,8 mm)	Photonenaktivierungsanalyse

Tabelle 26: Analysenverfahren für die Bestimmung von Zirkonium

5.4 Analysenergebnisse und statistische Betrachtung

Die Ergebnisse des Zertifizierungs-Ringversuches sind in den Tabellen 28 bis 40 aufgelistet. Diese Tabellen zeigen neben den Einzelwerten der Laboratorien (Messreihen) die jeweiligen Messreihen-Mittelwerte sowie die dazugehörigen Standardabweichungen. Die Massenanteile der Elemente, die in den Tabellen 37 bis 40 dargestellt sind, werden aufgrund eines zu geringen Datenmaterials nur als Richtwerte angegeben. In Tabelle 41 sind die Massengehalte der Elemente aufgelistet, die ebenfalls nur als Richtwerte angegeben werden, da es sich um "kleiner als" Werte handelt.

In den Abbildungen 2 bis 14 sind in entsprechenden Diagrammen die Messreihen-Mittelwerte sowie die Standardabweichungen der Einzelwerte graphisch dargestellt. Die Mittelwerte der Meßreihen aller Laboratorien wurden dem Grubbs-Test unterworfen (Signifikanzniveau 5%). Als Ausreißer erkannte Werte wurden den entsprechenden Laboratorien mitgeteilt und um eine Nachanalyse bzw. Stellungnahme gebeten. Bei erfolgter Nachanalyse wurden die Ausreißer durch die neuen Analysendaten ersetzt. Wurden die Analysendaten aufgrund von Verfahrensfehlern zurückgezogen, so wurden sie bei der Erstellung der Tabelle nicht berücksichtigt. Anschließend wurden alle Analysendaten erneut dem Grubbs-Test unterworfen (Signifikanzniveau 5%). Werte, die in diesem Fall als Ausreißer erkannt wurden, sind in der Tabelle als solche gekennzeichnet und wurden bei der Berechnung des zertifizierten Wertes nicht berücksichtigt.

Mit Hilfe des Cochran-Testes (Signifikanzniveau 1%) wurden die Varianzen auf Homogenität geprüft. Bei dem Datensatz für Ag wurde dabei ein Varianzenausreißer festgestellt, der ebenfalls bei der Berechnung der zertifizierten Werte nicht berücksichtigt wurde.

Da im Zertifizierungsringversuch sehr unterschiedliche Methoden eingesetzt werden, werden die zertifizierten Werte nicht durch Pooling sondern als Mittelwerte der Messreihen-Mittelwerte berechnet.

Die erhaltenen Analysendaten sowie die verwendeten Analysenverfahren mit möglichen Fehlerquellen und die erreichbare Präzision wurden auf der nachfolgenden Arbeitssitzung des Arbeitsausschusses „Kupfer“ des Chemikerausschusses der GDMB abschließend diskutiert und für die Zertifizierung akzeptiert.

Die zertifizierten Werte sind in Tabelle 27 dargestellt. Es handelt sich dabei um die Mittelwerte der Labormittelwerte.

Tabelle 27: Zertifizierte Werte der Probe BAM-374

Element	Massenanteil in %	Unsicherheit* in %
Cu	92,22	± 0,05
Sn	7,60	± 0,06 (0,13)
P	0,1697	± 0,0023 (0,008)

Element	Massenanteil in µg/g	Unsicherheit* in µg/g
Ag	12,4	± 1,3
Fe	40	± 4
Mn	4,3	± 0,3
Ni	32,7	± 1,3
Pb	8,3	± 0,9
Zn	40,4	± 1,9

Folgende Massenanteile werden als Richtwert gegeben:

Element	Massenanteil in µg/g	Unsicherheit* in µg/g
As	4,3	± 1,2
Bi	2,2	± 1,3
S	13	± 5
Sb	6,3	± 1,4
Al	< 1	
Cd	< 1	
Co	< 1	
Cr	< 1	
Mg	< 1	
Se	< 2	
Si	< 10	
Te	< 1	
Ti	< 1	
Zr	< 1	

*Vertrauensbereich (absolut) bei einem Vertrauensgrad von 95%, ermittelt aus den Standardabweichungen der Messreihenmittelwerte; die Werte in Klammern geben die erweiterten Unsicherheiten an, die den Beitrag der Flächeninhomogenität berücksichtigen.

Cu-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

Lab./Verf.	12/EG	5/EG	6/R	9/EG	8/EG	4/EG	11/EG	2/EG	1/EG	Ges.
EW[%]	92,12	92,17	92,15	92,19	92,24	92,22	92,26	92,28	92,31	N
	92,22	92,14	92,22	92,16	92,22	92,24	92,27	92,27	92,31	9
	92,14	92,21	92,16	92,22	92,24	92,21	92,29	92,31	92,31	
	92,18	92,20	92,20	92,20	92,19	92,34	92,23	92,32	92,31	
	92,02	92,14	92,20	92,18	92,21	92,22	92,23	92,27	92,28	
	92,22	92,16	92,13	92,18	92,23	92,24	92,21	92,27	92,31	
MW [%]	92,150	92,170	92,177	92,188	92,222	92,245	92,248	92,287	92,305	92,22
s[%]	0,0756	0,0297	0,0350	0,0204	0,0194	0,0481	0,0299	0,0225	0,0122	0,05
\bar{s} [%]										0,033
s _{rel}	0,0008	0,0003	0,0004	0,0002	0,0002	0,0005	0,0003	0,0002	0,0001	0,0006

Tabelle 28: Analysenergebnisse der Kupfer-Bestimmung

EW: Einzelwert

MW: Mittelwert der Messreihe

s: Standardabweichung der Einzelwerte

\bar{s} : arithmetisches Mittel der Standardabweichungen

s_{rel}: relative Standardabweichung

Cu-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

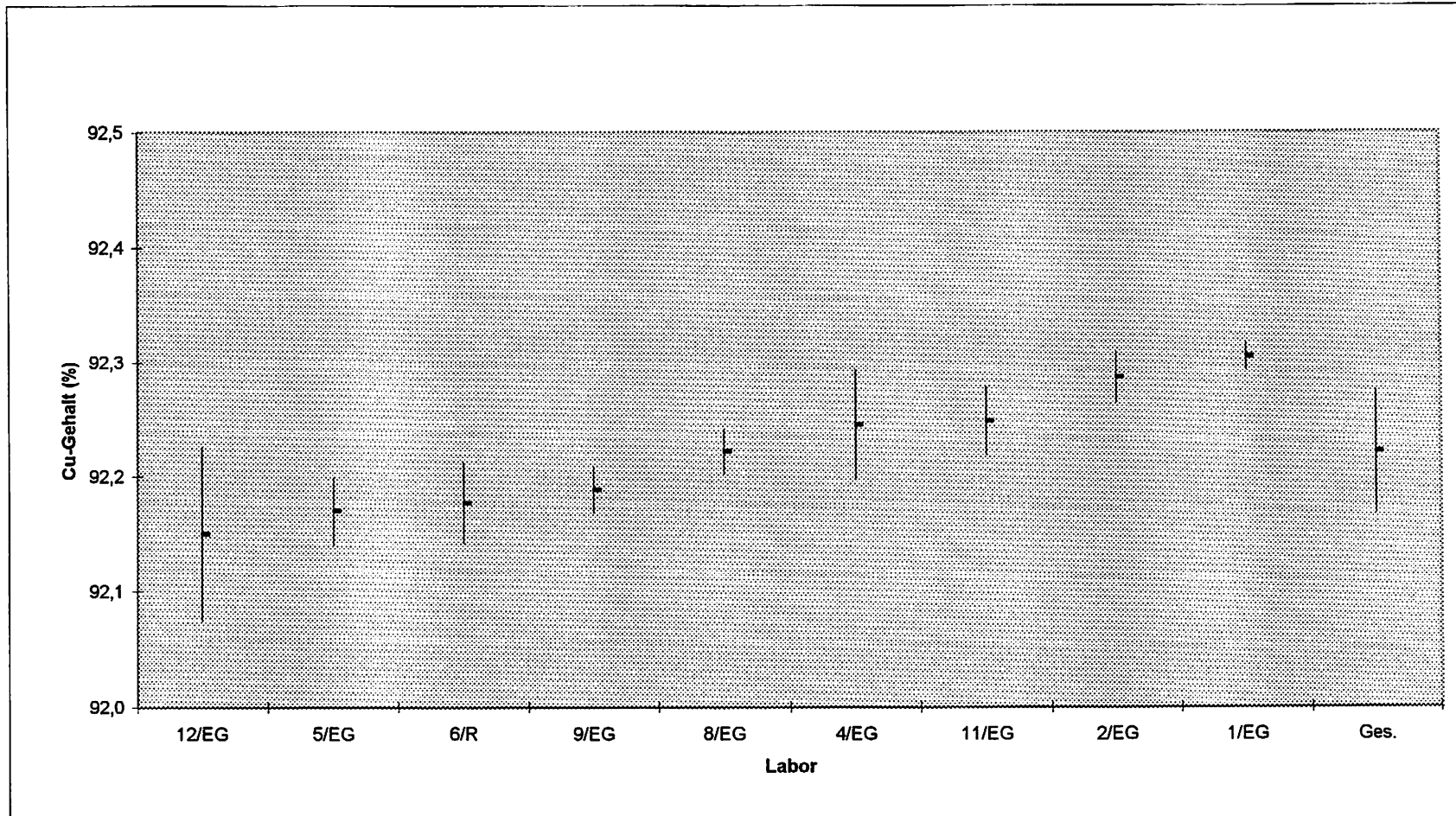


Abbildung 2: Analysenergebnisse der Kupfer-Bestimmung

Sn-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

Lab./Verf.	14/PAA	4/I	1/T	2/A	5/I	8/I	12/T	9/A	6/R	2/I	11/I	Ges.	
EW[%]	7,54	7,56	7,54	7,55	7,50	7,60	7,65	7,57	7,63	7,63	7,78	N 11	
	7,45	7,53	7,48	7,55	7,58	7,60	7,69	7,58	7,60	7,68	7,74		
	7,42	7,43	7,57	7,54	7,61	7,57	7,69	7,67	7,62	7,70	7,76		
	7,49	7,50	7,48	7,63	7,61	7,59	7,70	7,55	7,62	7,67	7,75		
	7,63	7,59	7,53	7,58	7,55	7,58	7,46	7,63	7,71	7,72	7,75		
	7,48	7,45	7,53	7,55	7,56	7,57	7,39	7,58	7,69	7,71	7,77		
			7,53						7,60				
			7,56						7,62				
									7,62				
MW [%]	7,502	7,510	7,528	7,567	7,568	7,585	7,597	7,602	7,645	7,685	7,758	7,60	
s[%]	0,0747	0,0623	0,0328	0,0339	0,0417	0,0138	0,1359	0,0367	0,0442	0,0327	0,0147	0,08	
\bar{s} [%]												0,05	
S _{rel}	0,0100	0,0083	0,0044	0,0045	0,0055	0,0018	0,0179	0,0048	0,0058	0,0043	0,0019	Sn374	

Tabelle 29: Analysenergebnisse der Zinn-Bestimmung

Sn-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

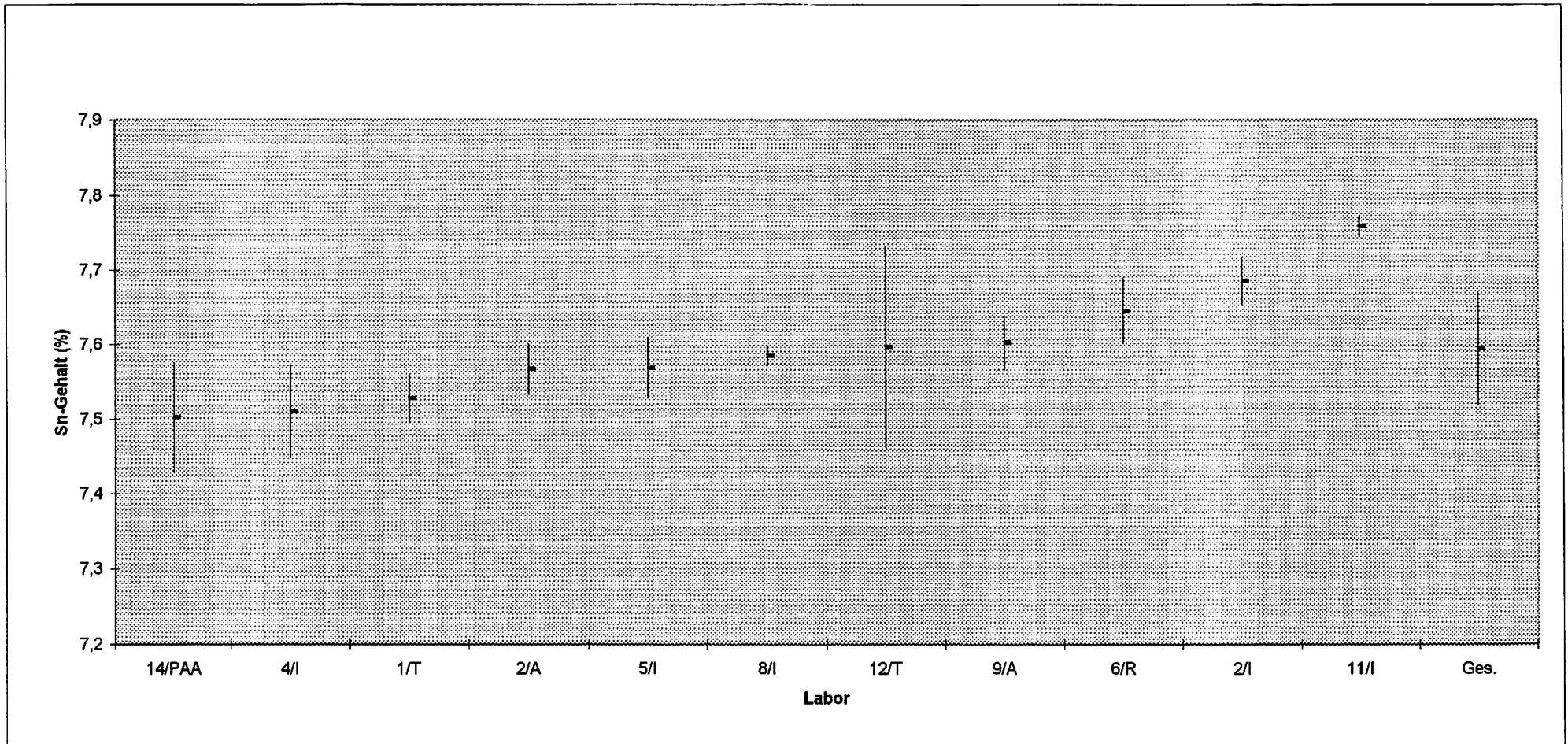


Abbildung 3: Analysenergebnisse der Zinn-Bestimmung

Ag-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

Lab./Verf.	5/l	6/l	1a/A	1b/l	14/PAA	10/ID	2/A	14/NAA	9/A	4/l	Ges.
EW[$\mu\text{g/g}$]	9,5	11,1	12,1	10,6	12,9	12,28	12,4	13,08	14	11,0	N 9
	10,0	11,0	11,9	[7.7]	11,8	12,39	12,4	12,19	15	15,0	
	8,5	10,8	11,1	12,6	12,5	12,36	12,6	12,55	15	18,0	
	10,0	11,1	11,5	12,3	11,9	12,29	12,4	13,15	16	14,0	
	8,6	11,3	12,1	13,1	12,3	12,30	12,2	12,20	16	15,0	
	9,0	11,2	11,8	11,3	12,0	12,36	12,4	12,16	14	19,0	
									17		
MW [$\mu\text{g/g}$]	9,27	11,08	11,75	11,98	12,23	12,33	12,40	12,56	15,29	15,33	12,1
s[$\mu\text{g/g}$]	0,668	0,172	0,389	1,013	0,418	0,046	0,126	0,457	1,113	2,875	1,6
\bar{s} [$\mu\text{g/g}$]											0,5
s_{rel}	0,072	0,016	0,033	0,085	0,034	0,004	0,010	0,036	0,073	0,188	0,13

 = nicht berücksichtigt (95% Cochran-Ausreißer)

Tabelle 30: Analysenergebnisse der Silber-Bestimmung

Ag-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

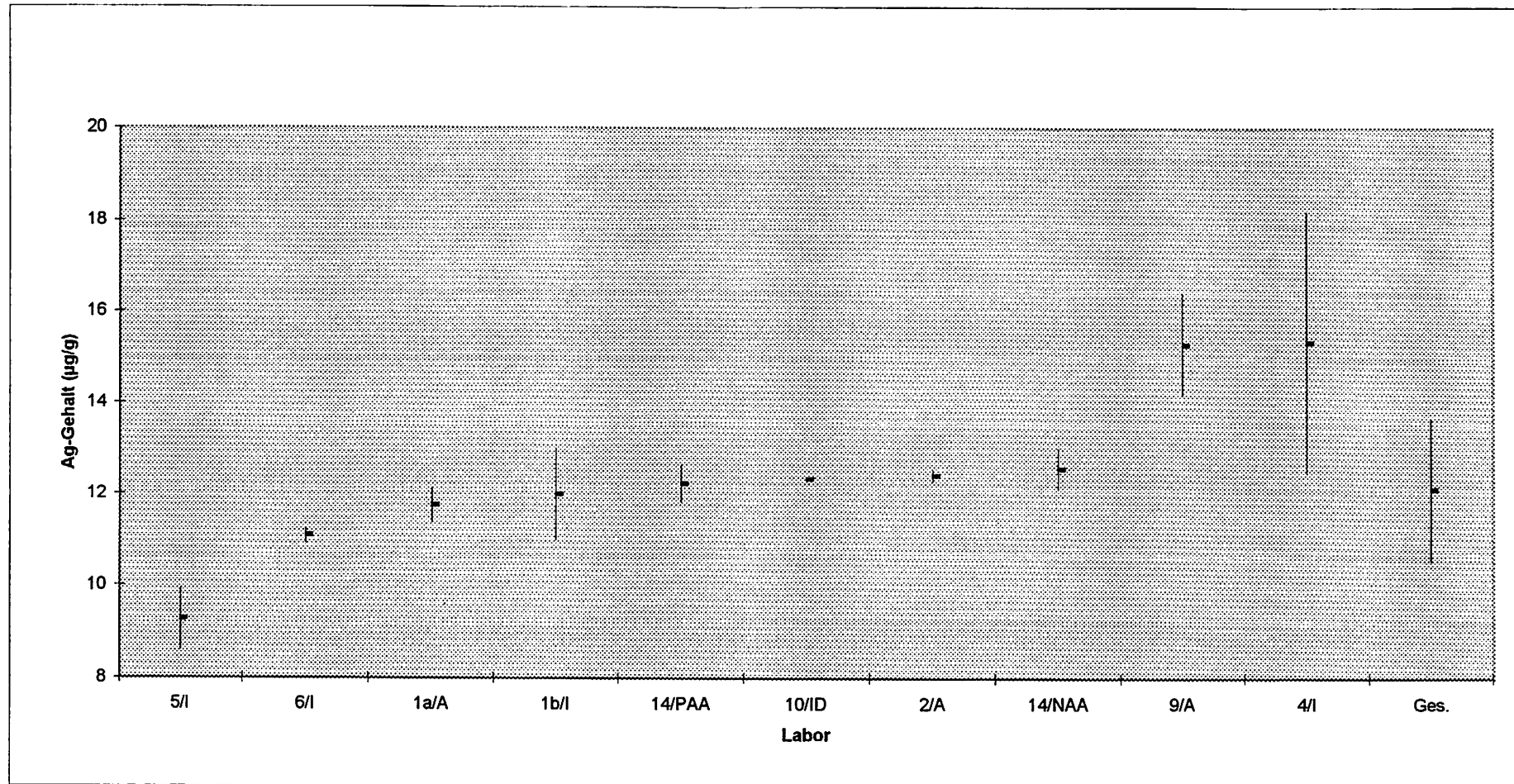


Abbildung 4: Analysenergebnisse der Silber-Bestimmung

Fe-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

Lab./Verf.	7/I	5/I	3/I	9/A	1/P	6/I	8/A	2/I	12/I	13/I	10/ID	2/A	11/I	4/I	Ges.
EW[μg/g]	32,6	31	33	36	37,5	39,8	40,6	41,2	42,2	43,9	42,73	43,9	44,4	50	N
	29,5	34	32	33	39,7	39,5	40,7	41,2	[52,1]	43,4	43,80	46,1	54,6	52	14
	30,3	34	34	35	38,0	39,2	40,0	42,7	45,7	41,2	43,45	45,5	51,4	48	
	30,7	35	35	37	39,1	39,5	39,0	[46,8]	42,2	43,3	45,66	46,2	46,8	45	
	30,4	32	35	35	39,0	39,9	40,6	41,3	42,0	44,0	42,81	48,3	44,7	52	
	30,7	34	34	35	39,1	40,2	40,9	41,3	42,1	[49,2]	44,39	45,4	46,3	50	
MW [μg/g]	30,700	33,333	33,833	35,167	38,733	39,683	40,300	41,540	42,840	43,160	43,807	45,900	48,033	49,500	40
s[μg/g]	1,0296	1,5055	1,1690	1,3292	0,8165	0,3545	0,7043	0,6504	1,6009	1,1371	1,1004	1,4353	4,0815	2,6646	6
\bar{s} [μg/g]															1,4
s _{rel}	0,0335	0,0452	0,0346	0,0378	0,0211	0,0089	0,0175	0,0157	0,0374	0,0263	0,0251	0,0313	0,0850	0,0538	0,14

Tabelle 31: Analysenergebnisse der Eisen-Bestimmung

Fe-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

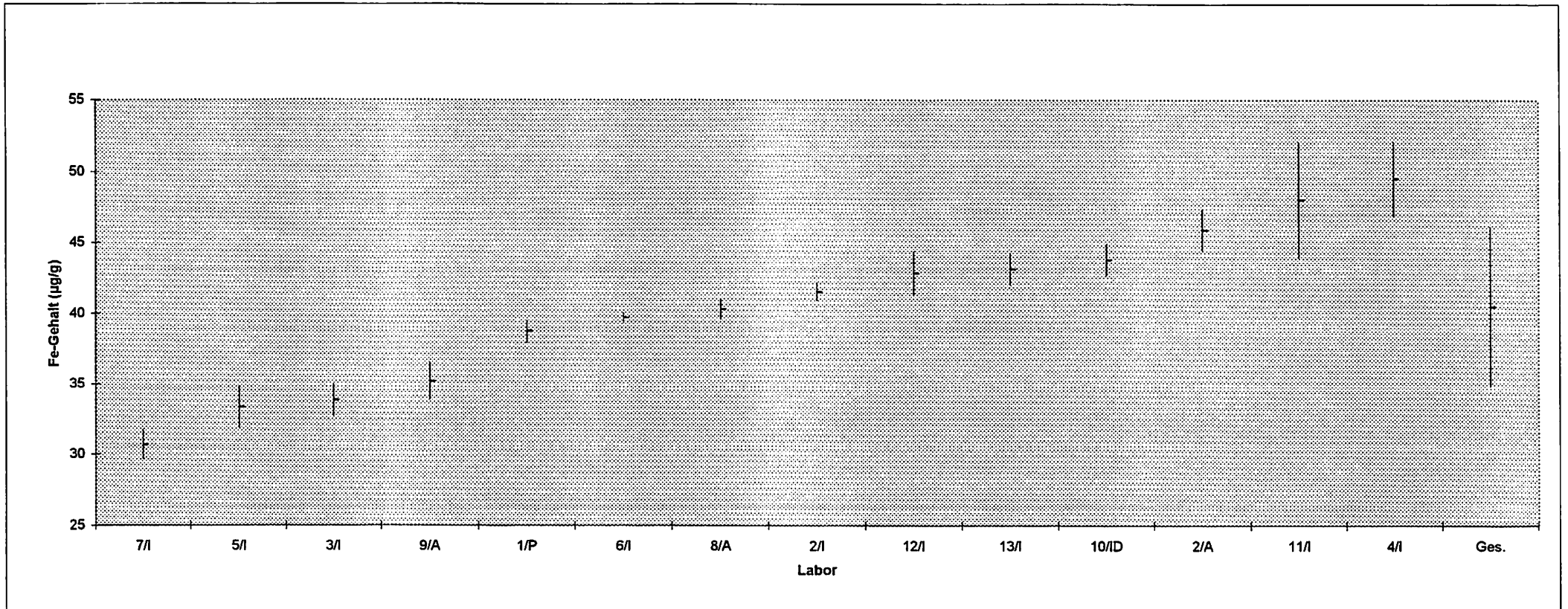


Abbildung 5: Analysenergebnisse der Eisen-Bestimmung

Mn-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

Lab./Verf.	12/A	9/A	1a/E	1/A	6/I	12/I	7/I	5/I	2/A	3/A	1/I	2/I	11/I	4/I	Ges.
EW[$\mu\text{g/g}$]	3,8	3	3,4	4,2	4,1	4,51	4,5	4,3	4,5	4,4	4,5	4,7	4,6	5	N
	3,8	4	3,8	4,1	4,2	4,53	4,5	4,5	4,6	4,5	4,6	4,7	4,8	7	13
	3,8	3	3,6	4,1	4,2	4,38	4,5	4,6	4,7	4,3	4,5	[5,7]	5,4	7	
	2,9	4	4,3	3,9	4,3	4,25	4,4	4,4	4,4	4,6	4,6	4,9	5,1	6	
	2,8	4	4,0		4,3	4,23	4,1	4,6	4,3	4,9	4,6	4,8	4,8	5	
		4	3,6		4,4	4,21	4,4	4,5	4,5	4,6	4,5	4,7	4,8	5	
MW [$\mu\text{g/g}$]	3,42	3,67	3,78	4,08	4,25	4,35	4,40	4,48	4,50	4,55	4,55	4,76	4,92	5,83	4,3
s[$\mu\text{g/g}$]	0,522	0,516	0,325	0,126	0,105	0,143	0,155	0,117	0,141	0,207	0,055	0,089	0,286	0,983	0,4
\bar{s} [$\mu\text{g/g}$]															0,21
s_{rel}	0,152	0,141	0,086	0,031	0,025	0,033	0,035	0,026	0,031	0,046	0,012	0,019	0,058	0,169	0,10

 = nicht berücksichtigt (95% Grubbs-Ausreißer)

Tabelle 32: Analysenergebnisse der Mangan-Bestimmung

Mn-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

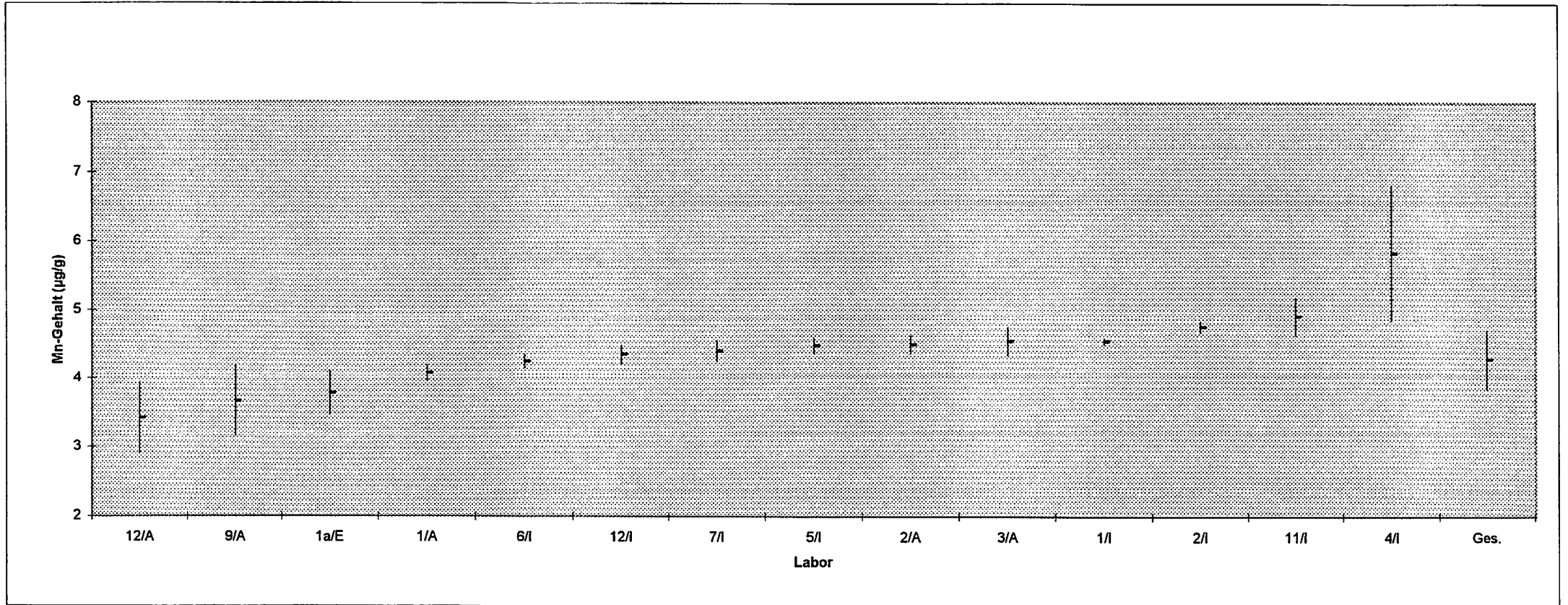


Abbildung 6: Analysenergebnisse der Mangan-Bestimmung

Ni-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

Lab./Verf.	9/A	3/I	3/A	4/I	7/I	8/A	6/I	2/I	13/I	10/ID	1/P	12/A	2/A	11/I	5/I	14/PAA	Ges.
EW[$\mu\text{g/g}$]	27	25	29	37	32,6	33,1	33,6	32,9	33,0	33,18	34,2	34,6	34,1	34,3	33	35,4	N 16
	26	27	29	30	33,1	32,8	33,0	32,9	33,8	33,07	32,9	34,8	34,1	35,3	36	35,4	
	27	29	31	32	32,0	30,7	32,2	33,4	33,3	33,52	33,2	35,4	34,4	35,3	35	36,6	
	29	30	33	29	32,1	33,4	32,2	33,1	33,0	33,29	32,7	33,9	35,0	36,0	36	35,4	
	27	31	30	33	29,9	34,5	32,9	33,1	32,6	[34,3]	34,1	32,4	34,5	36,4	39	35,8	
	26	30	29	30	31,9	31,9	33,9	33,0	33,5	33,20	32,9	31,9	35,0	34,9	35		
MW [$\mu\text{g/g}$]	27,00	28,67	30,17	31,83	31,93	32,73	32,97	33,07	33,20	33,25	33,33	33,83	34,52	35,37	35,67	35,72	32,7
s[$\mu\text{g/g}$]	1,095	2,251	1,602	2,927	1,093	1,306	0,700	0,186	0,424	0,169	0,653	1,398	0,407	0,753	1,966	0,522	2,4
\bar{s} [$\mu\text{g/g}$]																	1,1
s_{rel}	0,041	0,079	0,053	0,092	0,034	0,040	0,021	0,006	0,013	0,005	0,020	0,041	0,012	0,021	0,055	0,015	0,07

Tabelle 33: Analysenergebnisse der Nickel-Bestimmung

Ni-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

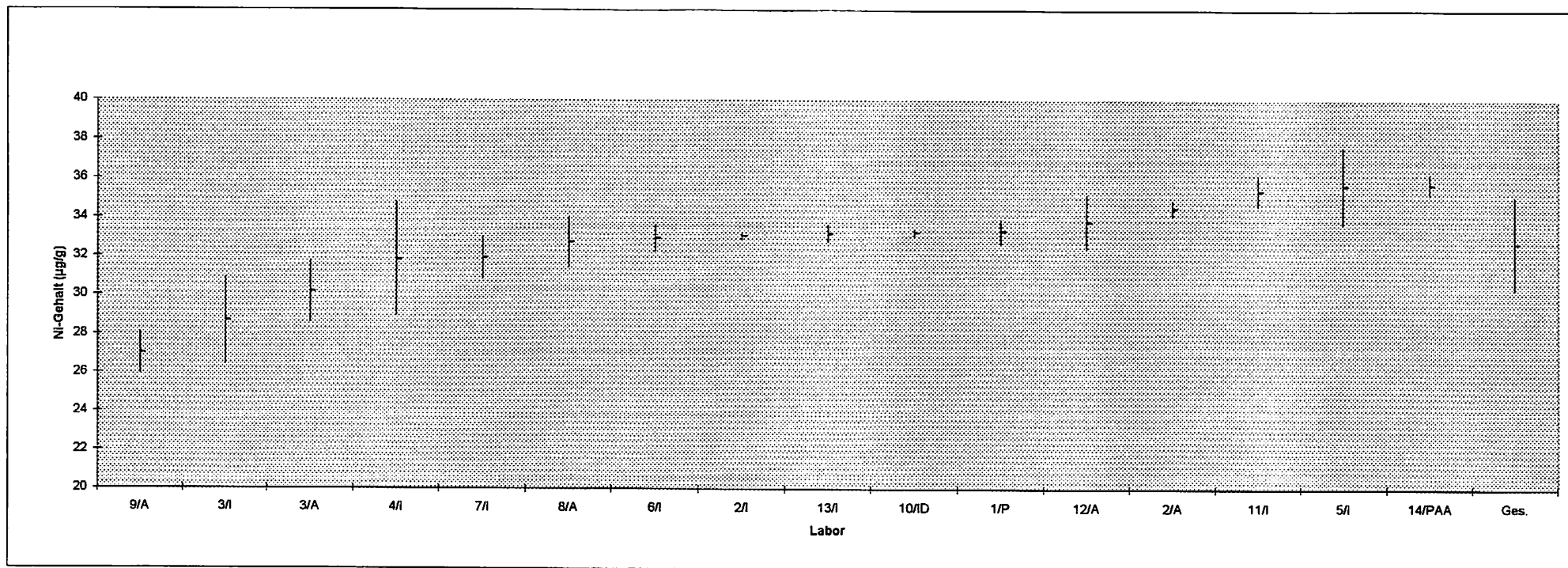


Abbildung 7: Analysenergebnisse der Nickel-Bestimmung

P-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

Lab./Verf.	2/P	8/P	8/I	9/P	6/I	1/P	5/I	2/I	Ges.
EW[μg/g]	0,153	0,163	0,165	0,172	0,172	0,170	0,176	0,172	N 7
	0,157	0,165	0,162	0,173	0,169	0,170	0,169	0,172	
	0,153	0,167	0,169	0,167	0,170	0,173	0,180	0,173	
	0,156	0,168	0,166	0,165	0,168	0,171	0,170	0,174	
	0,157	0,168	0,169	0,170	0,170	[0,164]	0,168	0,174	
	0,162	0,168	0,169	0,173	0,169	0,170	0,171	0,173	
				0,165		0,168			
MW [%]	0,1563	0,1665	0,1666	0,1693	0,1697	0,1703	0,1724	0,1730	0,1697
s[%]	0,003	0,002	0,003	0,004	0,001	0,002	0,005	0,001	0,00254
\bar{s} [%]									0,0024
S _{rel}	0,021	0,013	0,017	0,021	0,007	0,010	0,027	0,005	0,015

 = nicht berücksichtigt (95% Grubbs-Ausreißer)

Tabelle 34: Analysenergebnisse der Phosphor-Bestimmung

P-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

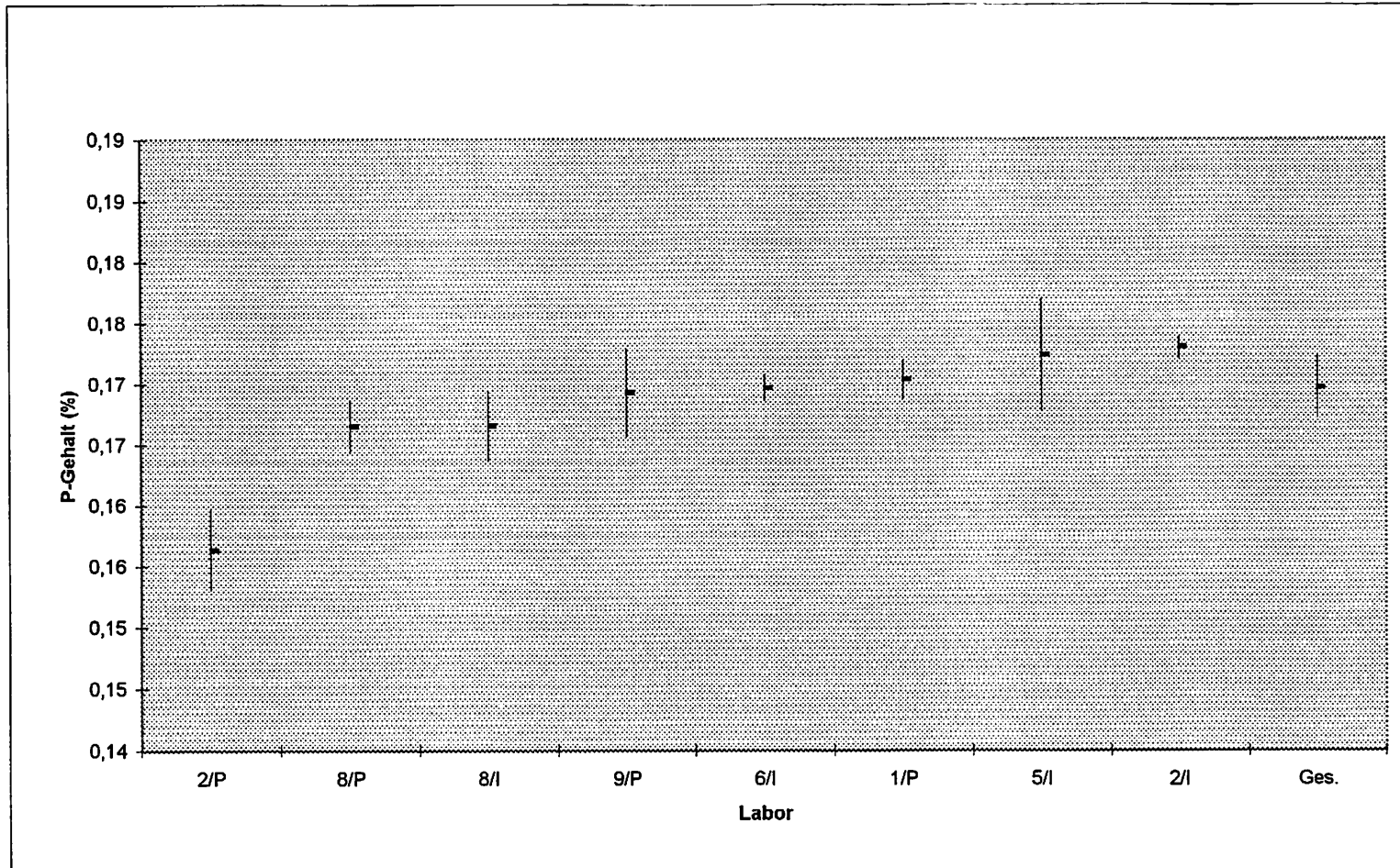


Abbildung 8: Analysenergebnisse der Phosphor-Bestimmung

Pb-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

Lab./Verf.	7/I	2/I	3/E	10/ID	3/A	9/A	8/E	1/E	12/A	6/A	5/I	Ges.
EW[$\mu\text{g/g}$]	6,3	7,7	8,6	5,53	7,3	8	9,3	10,10	20,4		< 5	N 8
	7,1	7,6	8,5	8,52	8,6	9	9,7	8,50	19,9		< 5	
	7,6	7,8	8,0	8,52	7,9	8	9,7	10,10	13,1		< 5	
	6,1	8,0	7,3	8,53	9,2	8	9,6	[14,1]	25,4		< 5	
	5,8	8,1	7,7	8,54	8,5	9	9,9	9,80	17,0		< 5	
	6,6	7,7	8,0	8,53	8,4	8	9,9	11,80 9,60	24,2		< 5	
MW [$\mu\text{g/g}$]	6,583	7,817	8,017	8,028	8,317	8,333	9,683	9,983	20,000	< 10	< 5	8,3
s[$\mu\text{g/g}$]	0,668	0,194	0,488	1,224	0,649	0,516	0,223	1,068	4,551			1,1
\bar{s} [$\mu\text{g/g}$]												0,6
S _{rel}	0,101	0,025	0,061	0,152	0,078	0,062	0,023	0,107	0,228			0,13

= nicht berücksichtigt (95% Grubbs-Ausreißer)

Tabelle 35: Analysenergebnisse der Blei-Bestimmung

Pb-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

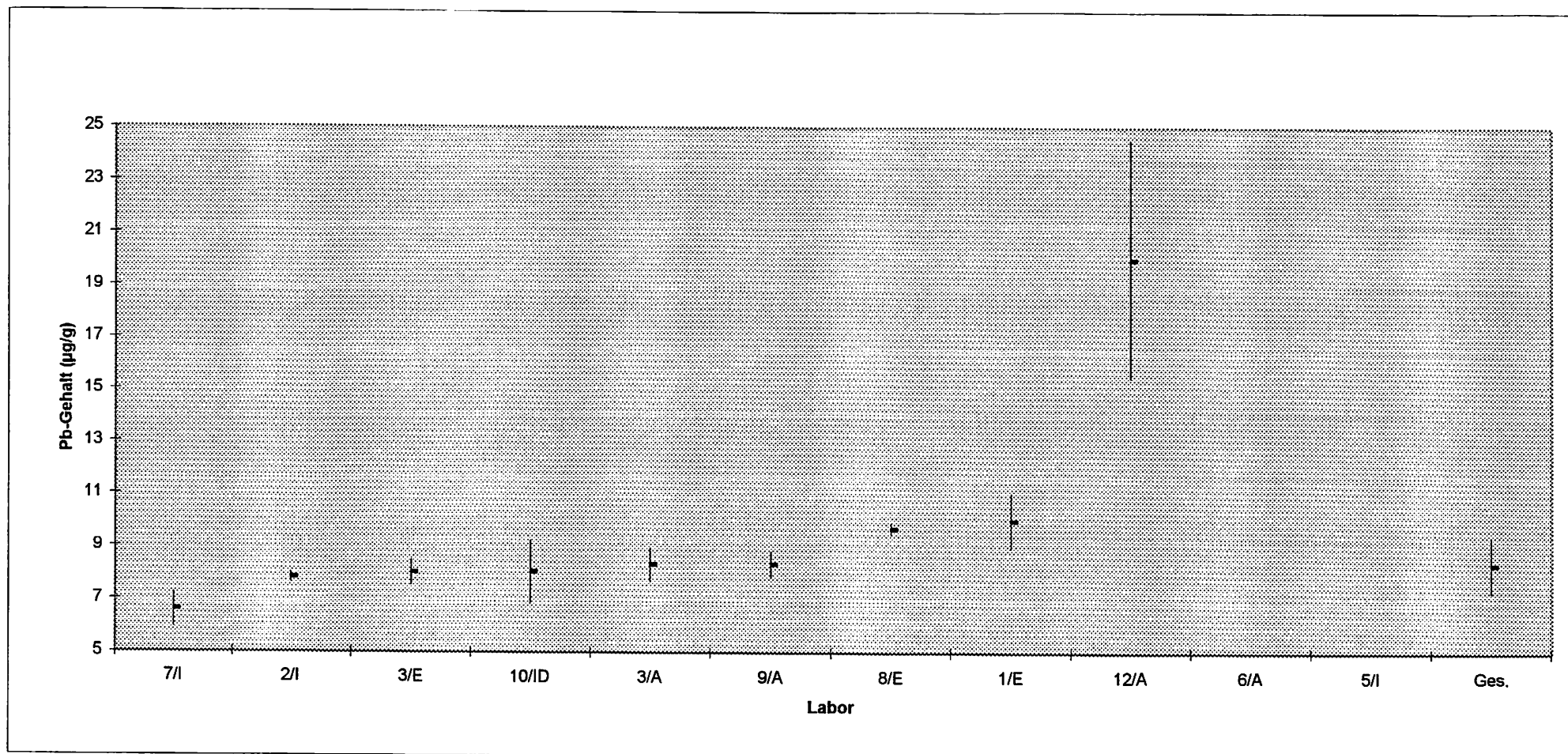


Abbildung 9: Analysenergebnisse der Blei-Bestimmung

Zn-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

Lab./Verf.	14/NAA	3/l	7/l	1/A	2/l	5/l	13/l	2/A	10/ID	8/A	4/l	8/l	11/l	12/A	9/A	6/A	Ges.
EW[$\mu\text{g/g}$]	36,4	35	36,9	37,3	38,3	40	41,8	40,1	41,57	39,2	39	40,4	43,2	42,9	46	46	N 16
	34,0	34	38,0	36,6	38,4	36	37,3	38,7	40,62	41,9	45	46,0	44,8	47,4	47	46	
	36,4	37	36,4	37,7	38,8	41	38,0	38,6	40,80	41,5	38	40,6	42,6	40,0	44	46	
	37,5	39	36,8	37,9	38,3	38	37,8	40,1	40,14	40,2	42	36,1	45,7	49,6	47	47	
	36,4	35	34,4	37,5	38,2	40	38,0	39,3	40,10	39,8	45	43,1	45,0	44,6	47	47	
	34,7	37	36,5	37,4	38,5	37	39,4	40,2	40,01	42,0	37	40,0	45,1	49,4	44	46	
MW [$\mu\text{g/g}$]	35,90	36,17	36,50	37,40	38,42	38,67	38,72	39,50	40,54	40,77	41,00	41,03	44,40	45,65	45,83	46,33	40,4
s[$\mu\text{g/g}$]	1,293	1,835	1,176	0,447	0,214	1,966	1,664	0,735	0,595	1,188	3,521	3,315	1,215	3,829	1,472	0,516	3,5
\bar{s} [$\mu\text{g/g}$]																	1,5
s_{rel}	0,036	0,051	0,032	0,012	0,006	0,051	0,043	0,019	0,015	0,029	0,086	0,081	0,027	0,084	0,032	0,011	0,09

Tabelle 36: Analysenergebnisse der Zink-Bestimmung

Zn-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

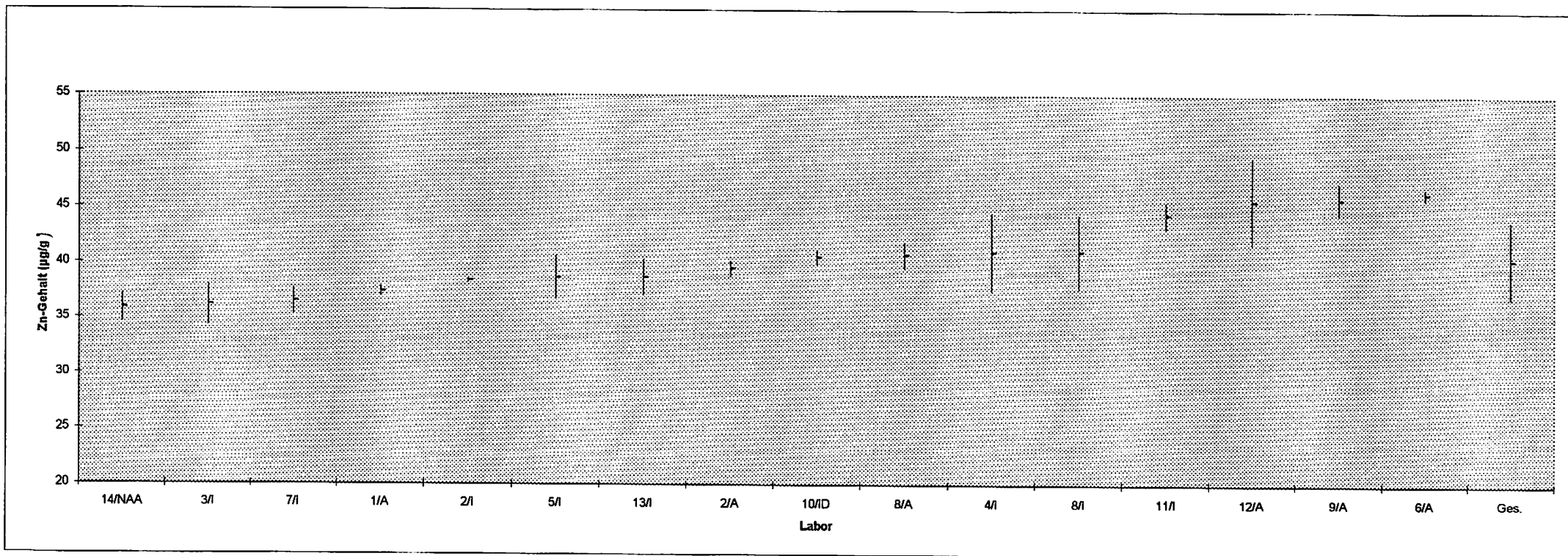


Abbildung 10: Analysenergebnisse der Zink-Bestimmung

As-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

Lab./Verf.	1/P	2/I	3/E	9/A	14/PAA	14/NAA	4/I	Ges.
EW[$\mu\text{g/g}$]	3,30	3,8	3,8	4	5,4	5,60	< 10	N
	3,18	3,6	3,3	5	5,0	6,04	< 10	6
	2,95	2,7	3,8	4	5,1	5,95	< 10	
	3,25	3,7	3,7	4	5,5	6,42	< 10	
	3,08	2,7	4,0	4	5,3	5,04	< 10	
	3,31	4,5	3,5	5	5,3	6,58	< 10	
MW [$\mu\text{g/g}$]	3,18	3,50	3,68	4,33	5,27	5,94	< 10	4,3
s[$\mu\text{g/g}$]	0,141	0,696	0,248	0,516	0,186	0,561		1,1
\bar{s} [$\mu\text{g/g}$]								0,4
S _{rel}	0,044	0,199	0,067	0,119	0,035	0,095		0,25

Tabelle 37: Analyseergebnisse der Arsen-Bestimmung

As-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

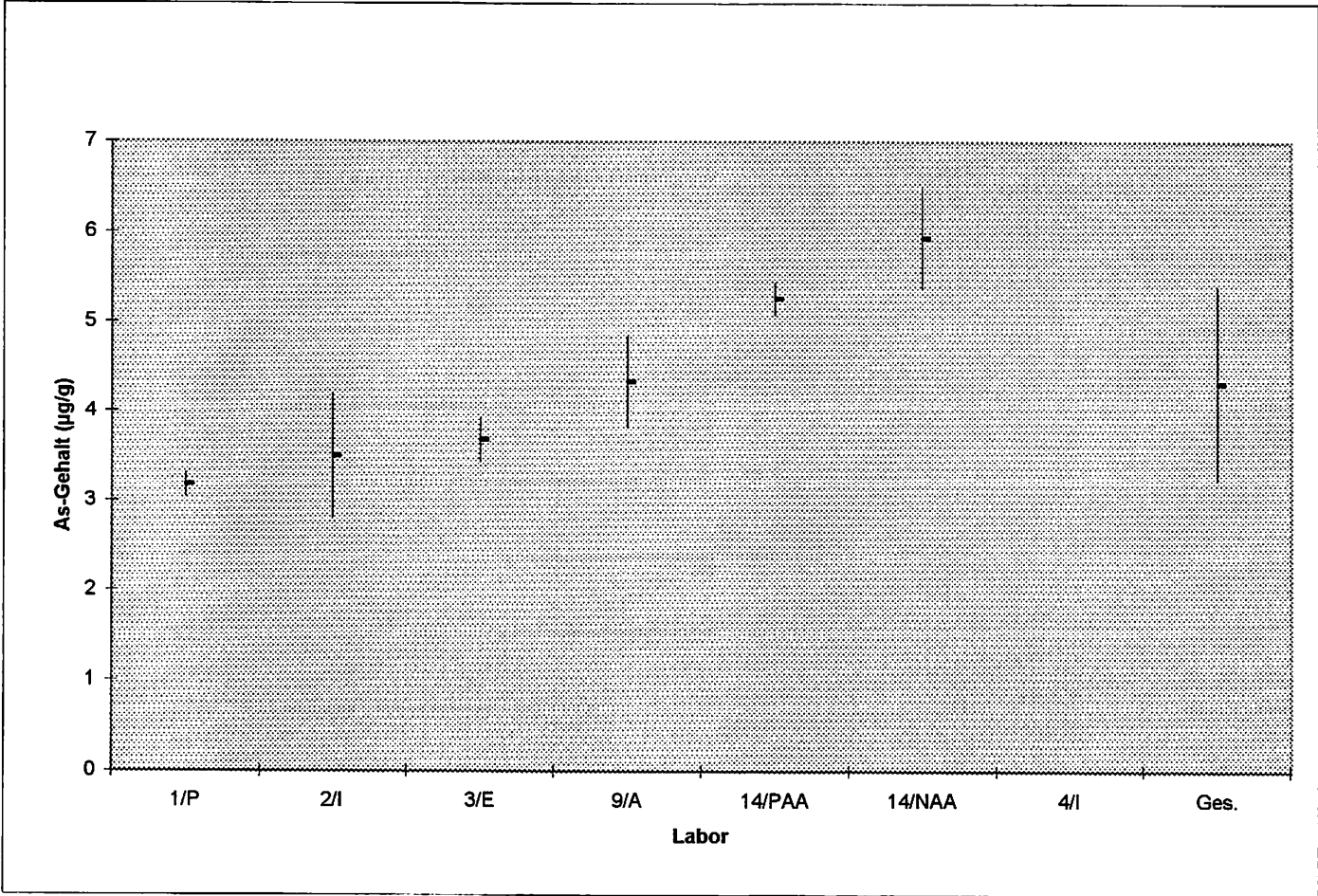


Abbildung 11: Analysenergebnisse der Arsen-Bestimmung

Bi-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

Lab./Verf.	3/E	6/E	9/A	Ges.
EW[$\mu\text{g/g}$]	2,1	2,4	2	N
	1,6	2,5	3	3
	1,6	2,2	3	
	1,7	2,1	2	
	1,8	2,2	3	
	1,3	2,2	3	
MW [$\mu\text{g/g}$]	1,68	2,27	2,67	2,2
s[$\mu\text{g/g}$]	0,264	0,151	0,516	0,5
\bar{s} [$\mu\text{g/g}$]				0,4
s _{rel}	0,157	0,066	0,194	0,22

Tabelle 38: Analysenergebnisse der Bismut-Bestimmung

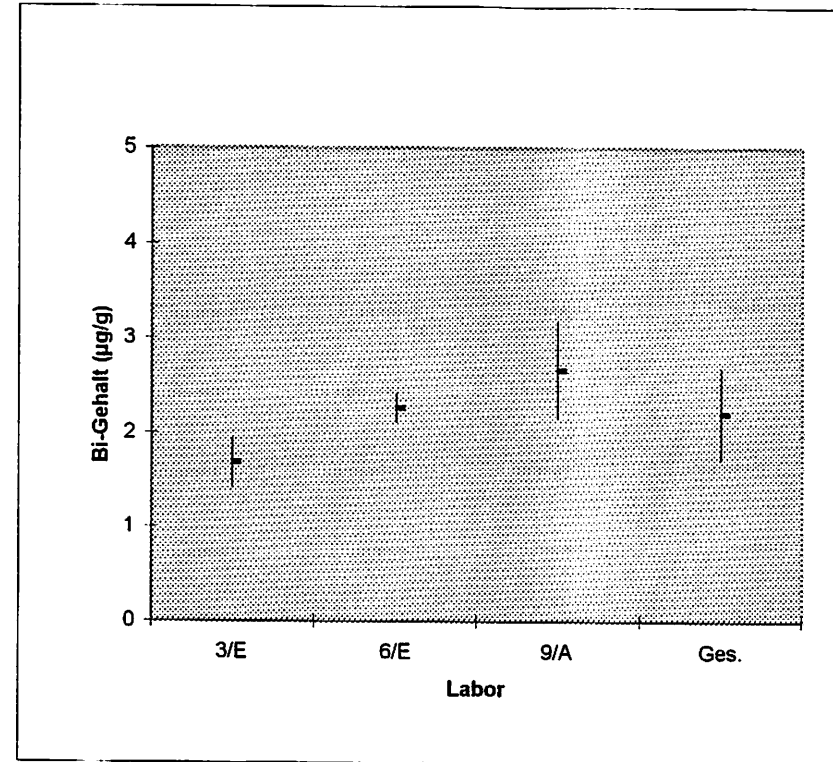


Abbildung 12: Analysenergebnisse der Bismut-Bestimmung

S-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

Lab./Verf.	5/IR	6/T	2/I	8/CS	1/P	Ges.
EW[$\mu\text{g/g}$]	< 5	8,9	14,2	13,5	14,9	N 4
	< 5	9,5	12,1	13,7	15,0	
	< 5	8,1	12,0	14,3	15,6	
	< 5	9,2	12,2	14,9	16,3	
	< 5	9,3	11,7	14,5	15,1	
	< 5	9,7	12,7	13,9	14,5	
					14,8	
				15,3		
				15,4		
				15,6		
				15,0		
MW [$\mu\text{g/g}$]		9,12	12,48	14,13	15,19	12,7
s[$\mu\text{g/g}$]		0,567	0,902	0,528	0,557	2,7
\bar{s} [$\mu\text{g/g}$]						0,7
S _{rel}		0,062	0,072	0,037	0,037	0,21

Tabelle 39: Analysenergebnisse der Schwefel-Bestimmung

S-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

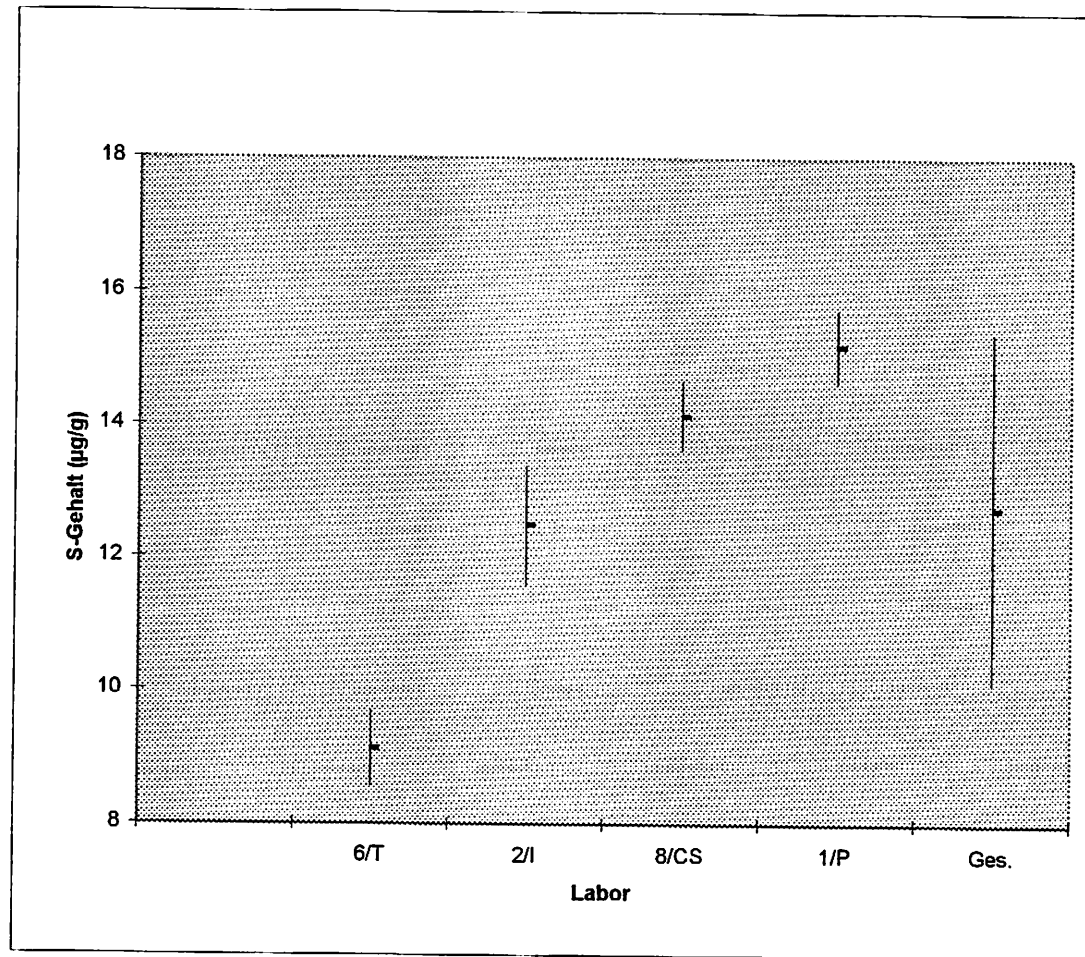


Abbildung 13: Analysenergebnisse der Schwefel-Bestimmung

Sb-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

Lab./Verf.	6/E	3/E	9/A	14/NAA	2/I	1/P	Ges.
EW[$\mu\text{g/g}$]	4,5	5,0	6	6,72	7,7	7,77	N 6
	4,5	4,3	6	6,42	8,0	7,21	
	4,3	6,1	7	6,77	8,4	7,71	
	4,1	5,8	6	6,89	8,4	7,61	
	4,2	4,9	7	6,34	6,1	7,76	
	4,3	5,1	6	6,62	7,1	7,82	
MW [$\mu\text{g/g}$]	4,32	5,20	6,33	6,63	7,62	7,65	6,3
s[$\mu\text{g/g}$]	0,160	0,651	0,516	0,211	0,889	0,225	1,3
\bar{s} [$\mu\text{g/g}$]							0,4
s_{rel}	0,037	0,125	0,082	0,032	0,117	0,029	0,21

Tabelle 40: Analysenergebnisse der Antimon-Bestimmung

Sb-Bestimmung in CuSn8 (BAM 374)

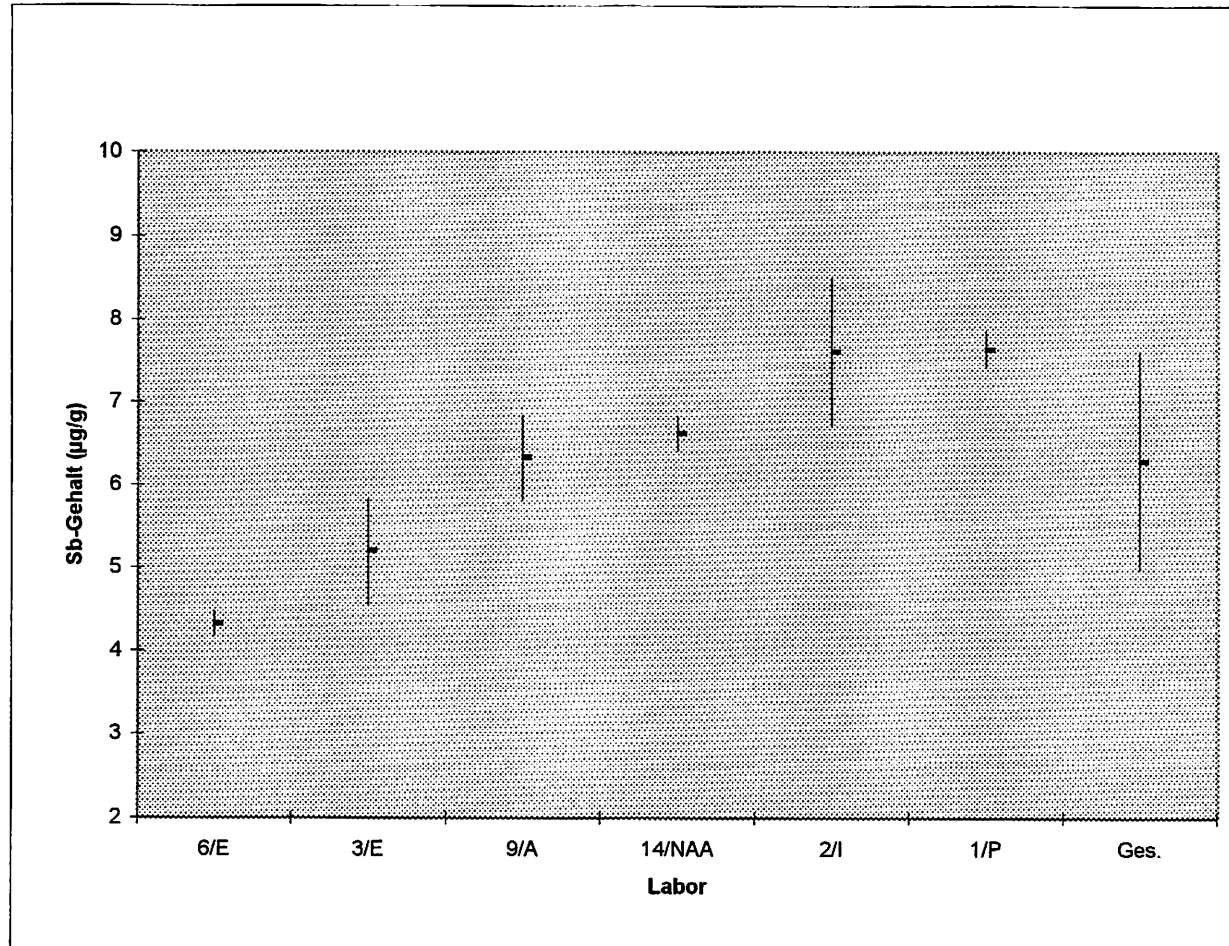


Abbildung 14: Analysenergebnisse der Antimon-Bestimmung

Tabelle 41: BAM-374, Werte zur Information

Al:

< 1 µg/g	Lab. 13
< 4 µg/g	Lab. 5
< 1 µg/g	Lab. 6
< 10 µg/g	Lab. 11
0,93 µg/g	Lab. 3

⇒ < 1 µg/g

Cd:

< 1 µg/g	Lab. 13
< 1 µg/g	Lab. 3
< 1 µg/g	Lab. 4
< 1 µg/g	Lab. 5
< 1,5 µg/g	Lab. 6
< 1 µg/g	Lab. 9
< 1 µg/g	Lab. 11
0,19 µg/g	Lab. 2

⇒ < 1 µg/g

Cr:

< 0,5 µg/g	Lab. 13
< 1 µg/g	Lab. 14
< 2 µg/g	Lab. 14
< 1 µg/g	Lab. 4
< 0,5 µg/g	Lab. 6
< 1 µg/g	Lab. 9
< 1 µg/g	Lab. 11
1 µg/g	Lab. 3

⇒ < 1 µg/g

Co:

< 0,5 µg/g	Lab. 13
< 1 µg/g	Lab. 3
< 5 µg/g	Lab. 4
< 1,5 µg/g	Lab. 6
< 1 µg/g	Lab. 9
< 1 µg/g	Lab. 11
0,23 µg/g	Lab. 12
0,9 µg/g	Lab. 5
0,38 µg/g	Lab. 2
0,38 µg/g	Lab. 14

⇒ < 1 µg/g

Mg:

< 5 µg/g	Lab. 11
< 1 µg/g	Lab. 9
< 0,3 µg/g	Lab. 6
< 2 µg/g	Lab. 4
< 1 µg/g	Lab. 13
0,85 µg/g	Lab. 3

⇒ < 1 µg/g

Se:

< 20 µg/g	Lab. 14
< 1 µg/g	Lab. 9
1,48 µg/g	Lab. 14
0,98 µg/g	Lab. 2
1,5 µg/g	Lab. 3

⇒ < 2 µg/g

Si:

< 10 µg/g	Lab. 3
< 10 µg/g	Lab. 6

⇒ < 10 µg/g

Ti:

< 0,5 µg/g	Lab. 13
< 10 µg/g	Lab. 14
< 1 µg/g	Lab. 3
< 0,7 µg/g	Lab. 6
0,18 µg/g	Lab. 2

⇒ < 1 µg/g

Te:

< 0,5 µg/g	Lab. 6
< 1 µg/g	Lab. 9
0,32 µg/g	Lab. 3

⇒ < 1 µg/g

Zr:

< 2 µg/g	Lab. 14
< 0,5 µg/g	Lab. 1
< 0,5 µg/g	Lab. 6
1 µg/g	Lab. 3

⇒ ≤ 1 µg/g

6 Hinweise für den Benutzer

Dieses zertifizierte Referenzmaterial ist gedacht für die Überprüfung der Kalibrierung von optischen Emissions- und Röntgenfluoreszenzspektrometern bei der Analyse von Material ähnlicher Zusammensetzung.

Vor der Analyse ist die Oberfläche durch Abdrehen oder durch Abschleifen zu reinigen. Beim Abfunken ist in der Mitte der Probe eine Fläche mit einem Durchmesser von 0,5 cm auszusparen. Bei der Verwendung als Spanmaterial für die naßchemische Analyse ist eine Mindesteinwaage von 0,5 g einzuhalten.

Die Probe ist stabil, solange sie keiner übermäßigen Erhitzung ausgesetzt ist (z.B. bei der Behandlung der Oberfläche oder beim Zerspanen).

7 Literatur

[1] ISO Guide 31, Contents of certificates of reference materials, 1981

[2] ISO Guide 34, General Requirements for the Competence of Reference Material Producers, (draft, April 1999)

[3] ISO Guide 35, Certification of reference materials - General and statistical principles. Second edition, 1989

[4] Guidelines for the production and certification of BAM reference materials, 1997

[5] DIN, Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, 1995

8 Information und Probenvertrieb

Information und Probenvertrieb erfolgen durch die

Bundesanstalt für Materialforschung und -Prüfung (BAM)
Fachgruppe I.1: Anorganisch-chemische Analytik, Referenzmaterialien

Unter den Eichen 87
12205 Berlin

Telefon 030 - 8104 2061

Fax: 030 - 8104 1117

Jede Probe wird zusammen mit einem Zeugnis verschickt, in dem die zertifizierten Gehalte sowie Richtwerte, deren 95%-Vertrauensbereiche, die Mittelwerte der akzeptierten Datensätze, mittlere sowie Laborstandardabweichungen, die verwendeten analytischen Verfahren und die an den Zertifizierungen beteiligten Laboratorien angegeben sind.

Auskünfte und Beratung zu den zertifizierten Referenzmaterialien können unter (030) 8104 1111 oder (030) 8104 1112 eingeholt werden.