

***BERICHT***

***zur  
Zertifizierung der Legierungsbestandteile und der  
Verunreinigungen in einer  
Kupfer-Zinn-Legierung  
(CuSn6)***

***Zertifiziertes Referenzmaterial***

***BAM-378***

***Oktober 2000***

Koordinator:

Dr. Klaus Meier  
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 (CuSn6) mit der Bezeichnung BAM- 378.

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:

<b>Element</b>	<b>Massenanteil in %</b>	<b>Unsicherheit* in %</b>
Cu	94,13	± 0,04
Sn	5,74	± 0,21
<hr/>		
	<b>in µg/g</b>	<b>in µg/g</b>
Ag	26,6	± 1,3
As	99,5	± 2,5
Cd	100,7	± 2,2
Co	89	± 5
Cr	311	± 5
Fe	182	± 7
Mg	28,7	± 0,8
Ni	18,3	± 0,9
P	602	± 23
Sb	86,1	± 2,6
Te	85,0	± 2,6

\*Vertrauensbereich (absolut) bei einem Vertrauensgrad von 95%, ermittelt aus den Standardabweichungen der Messreihenmittelwerte; der Wert für Zinn gibt den Vertrauensbereich an, der den hier signifikanten Beitrag der Flächeninhomogenität mitberücksichtigt.

Folgende Massenkonzentrationen werden als Richtwerte gegeben:

<b>Element</b>	<b>Massenanteil in µg/g</b>	<b>Unsicherheit* in µg/g</b>
Mn	0,74	± 0,24
Pb	4,2	± 0,7
S	9,1	± 1,9
Ti	29,4	± 4

Zn	7,3	± 1,0
Zr	1,7	± 0,09
Al	< 1	
Bi	< 1	
Se	< 2	
Si	< 10	

Details zur Herstellung des Referenzmaterials sowie zur Bestimmung der Homogenität und zu den analytischen Methoden sind im Bericht beschrieben.  
Am Zertifizierungs-Ringversuch beteiligten sich 15 Laboratorien.

## Inhaltsverzeichnis

	Seite
1 Einleitung	6
1.1 Anwendungsbereiche	6
1.2 Herstellung von Referenzmaterialien	6
2 Beteiligte Laboratorien	6
3 Probenpräparation	7
3.1 Ausgangsmaterial	7
3.2 Referenzmaterial	7
4 Homogenitätsuntersuchungen	7
4.1 Homogenitätsuntersuchung der Fläche	8
4.2 Homogenitätsuntersuchung der Länge	10
5 Zertifizierung	10
5.1 Verwendete Abkürzungen	10
5.2 Kurzbeschreibung der Analysenverfahren	10
5.3 Kalibrierung	11
5.4 Analyseergebnisse und statistische Betrachtung	32
6 Hinweise für den Benutzer	74
7 Literatur	74
8 Information und Probenvertrieb	74

# 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-378 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 erfolgt 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 Massenanteile der interessierenden Elemente in einem Zertifizierungsringversuch ermittelt. Für den Ringversuch werden Laboratorien ausgewählt, die ihre Befähigung durch die Mitarbeit an vorangegangenen Verfahrensentwicklungen 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-378.

## 2. Beteiligte Laboratorien

Herstellung des Materials:

- Wieland-Werke AG, Ulm (Herstellung der Legierung 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.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
- Tréfinmétaux SA, Sérifontaine
- CTIF, Sèvres
- Institut für Materialprüfung Glörfeld GmbH, Willich

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 378). 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**

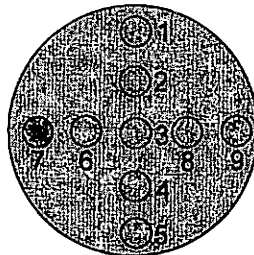
Die Homogenitätsuntersuchungen für das zu zertifizierende Material wurden sowohl über die Länge als auch über die Fläche durchgeführt. Die Messungen zur Längenhomogenität erfolgten bei den Wieland-Werken AG mit Hilfe der Röntgenfluoreszenzanalyse, die Flächenhomogenität wurde bei der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung mittels Emissionsspektralanalyse (OES) nach Funkenanregung (Funkenspektrometer OBLF QSL 1500) geprüft.

#### 4.1 Homogenitätsuntersuchung der Fläche (radial)

Bei der Herstellung von Bronzeproben muss grundsätzlich mit einer Flächeninhomogenität durch umgekehrte Blockseigerung beim Erstarren der Probe gerechnet werden. Für die Herstellung der Referenzprobe BAM-378 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.

Durch emissionsspektrometrische Untersuchungen einiger willkürlich ausgewählter Proben wurde untersucht, inwieweit bei dem Referenzmaterial BAM 378 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 von Äußeren zum Inneren der Probe unmittelbar feststellen zu können.

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



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

Tabelle 1: Sn-Massengehalt für Flächenhomogenitätstest

Abfunknr.	Massenanteil Sn [%]					
	P 1A/61	P 2A/6	P 2A/20	P 2A/71	P 3A/16	P 3A/50
1	6,042	5,574	5,662	5,726	5,543	5,750
2	5,810	5,543	5,485	5,507	5,451	5,616
3	5,552	5,443	5,408	5,399	5,373	5,469
4	5,834	5,540	5,480	5,584	5,431	5,658
5	5,603	5,540	5,630	5,724	5,522	5,782



6	5,797	5,509	5,503	5,525	5,443	5,621
7	6,028	5,555	5,670	5,724	5,539	5,751
8	5,752	5,525	5,460	5,567	5,440	5,608
9	6,027	5,538	5,593	5,715	5,526	5,748
MW	5,875	5,530	5,543	5,608	5,474	5,667
S <sub>rel</sub> [%]	3,10	0,67	1,74	2,14	1,09	1,80

Tabelle 2: P-Massengehalt für Flächenhomogenitätstest

Abfunknr.	Massenanteil P [%]					
	P 1A/61	P 2A/6	P 2A/20	P 2A/71	P 3A/16	P 3A/50
1	0,0701	0,0681	0,0695	0,0706	0,0678	0,0678
2	0,0680	0,0682	0,0663	0,0664	0,0654	0,0663
3	0,0641	0,0658	0,0647	0,0643	0,0635	0,0620
4	0,0682	0,0681	0,0661	0,0686	0,0649	0,0662
5	0,0710	0,0679	0,0692	0,0702	0,0672	0,0682
6	0,0659	0,0674	0,0666	0,0669	0,0655	0,0655
7	0,0697	0,0675	0,0699	0,0696	0,0670	0,0676
8	0,0685	0,0669	0,0661	0,0678	0,0652	0,0645
9	0,0704	0,0672	0,0682	0,0707	0,0672	0,0681
MW	0,0684	0,0675	0,0674	0,0683	0,0660	0,0662
S <sub>rel</sub> [%]	3,28	1,14	2,73	3,20	2,13	3,07

Die mittlere relative Standardabweichung der Massenanteile beim Flächenhomogenitätstest liegt für Zinn mit einem Wert von 1,8% deutlich über der relativen Standardabweichung der Messreihenmittelwerte des Zertifizierungsringsversuches von 0,6 %. Da insbesondere bei der Funkenemissionsspektrometrie der durch die Flächeninhomogenität gelieferte Beitrag nicht vernachlässigt werden kann, wird im Zertifikat 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 2,6%. Sie ist deutlich kleiner als der Vertrauensbereich bei einem Vertrauensniveau von 95% mit einem Wert von 3,7 %. Die auftretende Flächeninhomogenität ist in diesem Falle vernachlässigbar.

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 emissionsspektrometrischen Messungen deutlich unter den relativen Vertrauensbereichen (Vertrauensniveau von 95%), die über den Zertifizierungsringversuch ermittelt 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 Probenzylinder bei der Firma Wieland-Werke AG mittels Röntgenfluoreszenzanalyse die Massengehalte der Probenbestandteile bestimmt. Eine statistische Auswertung war aufgrund der niedrigen Gehalte der meisten Elemente auch hier nur für Sn möglich.

Die relative Standardabweichung über alle RFA-Messungen ergab für Sn 0,5%, was deutlich unter der relativen Standardabweichung für die Flächeninhomogenität liegt. Eine eventuelle Längeninhomogenität hat somit keinen signifikanten Einfluss auf die Unsicherheit der zertifizierten Werte.

### **5. Zertifizierung**

An der chemischen Analyse der Proben beteiligten sich 13 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-Zink-Legierungen 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)
E	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung (ET AAS)
EG	Elektrogravimetrie
I	Plasmaemissionsspektrometrie (ICP OES)
ID	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie mit Thermionenanregung (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 3 bis 25 aufgelistet.

Die Tabellen definieren für jede Methode die Abkürzung, die in den Ergebnistabellen (Tabelle 27 bis 45) gegeben sind und zeigen auf

- die Laboratorien, die nach diesem Verfahren analysiert haben,
- 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 Reinstzinn. Verzichtet wurde darauf in einigen Fällen, in denen eine Matrixabtrennung in den Probenlösungen erfolgte.

### Cu-Bestimmung

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

Tabelle 3: Analysenverfahren für die Bestimmung von Kupfer

### Sn - Bestimmung

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

Tabelle 4: Analysenverfahren für die Bestimmung von Zinn

### Ag - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	2	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	8 9	0,5 g 2 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	6	0,5 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HBF <sub>4</sub> (Mikrowellendruckaufschluss)	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	5	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
ID	10	ca. 1 g	Aufschluß mit H <sub>2</sub> O/Königswasser, Hochdruck-veraschung, Trennung an AG 50 Wx8	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie
NAA	14	20-40 mg	zerspante Probe in Quarzampulle einwiegen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse

Tabelle 5: 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 <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , Extraktion mit Toluol, Rückextraktion mit H <sub>2</sub> O	Photometrie, Bestimmung als Molybdänblau
A	9	10 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	0,5 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	2 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , mit Se als Spurenfänger und unterphosphoriger Säure gefällt, in HCl gelöst	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	8	1 g	Lösen in HCl/ HNO <sub>3</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11	1	Lösen in HNO <sub>3</sub> , mit NH <sub>3</sub> in Gegenwart von Fe fällen, Niederschlag in HCl lösen, Abtrennung durch Destillation	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 6: Analysenverfahren für die Bestimmung von Arsen

### Cd - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	1, 12	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Cu-Abtrennung elektrolytisch	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	4 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	2	1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	8	0,4 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	0,5 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	4 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
ID	10	ca. 1 g	Aufschluß mit H <sub>2</sub> O/Königswasser, Hochdruckveraschung, Trennung an AG 1x8	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie

Tabelle 7: Analysenverfahren für die Bestimmung von Cadmium



Co - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	1 12	2 g 1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Cu-Abtrennung elektrolytisch	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	4 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2 8	0,5 g 1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	4 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4, 12	1 g	Lösen in HCl/ HNO <sub>3</sub> , 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 <sub>3</sub> /HBF <sub>4</sub> (Mikrowellendruckaufschluss)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , 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

Tabelle 8: Analysenverfahren für die Bestimmung von Cobalt

### Cr - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
T	1	2-3 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abrauchen mit H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , Oxidation zu Cr(VI) mit AgNO <sub>3</sub> /(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> .	voltametrisch indizierte Redox-Titration mit Eisen(II)ammoniumsulfatlsg.
A	1, 14	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch; Lab 14: Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , Abrauchen mit H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2, 3, 6, 7, 8, 12, 13, 15	0,5-1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ; Lab. 8 HCl/HNO <sub>3</sub> ; Lab. 12 HNO <sub>3</sub> /HBr, Abrauchen mit H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ,	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
PAA	1	1,5-2 g	aus Probematerial Ronden fertigen (Durchmesser 20 mm, Dicke ca. 0,6-0,8 mm)	Photonenaktivierungsanalyse
NAA	1	20-40 mg	zerspante Probe in Quarzampulle einwiegen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse
ID	1	ca. 1 g	Aufschluß mit H <sub>2</sub> O/HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , Hochdruckveraschung,	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie

Tabelle 9: Analysenverfahren für die Bestimmung von Chrom

### Fe - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	1,5-2 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , Extraktion mit Methylisobutylketon, Rückextraktion in wässrige Phase	Photometrie, Bestimmung mit 1,10-Phenanthrolin
A	1, 12	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Cu-Abtrennung elektrolytisch	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	4 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	8	1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2, 13, 15	0,5 g 1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	4 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	7	1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , Abrauchen mit H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HBF <sub>4</sub> (Mikrowellendruckaufschluss)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
ID	10	ca. 1 g	Aufschluß mit H <sub>2</sub> O/Königswasser, Hochdruck-veraschung, Trennung an AG 1x8	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie

Tabelle 10 Analysenverfahren für die Bestimmung von Eisen

### Mg - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	1	1 g	Lösen in HCl/HNO <sub>3</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	2, 8	1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	4 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> unter Zusatz von CsCl und LaCl <sub>3</sub> als Ionisationspuffer	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2, 7	1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO <sub>3</sub> , 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 <sub>3</sub> /HBF <sub>4</sub> (Mikrowellendruckaufschluss)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 11: Analysenverfahren für die Bestimmung von Magnesium

Ni - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Photometrie, Bestimmung als Diacetyldioximkomplex, Extraktion mit Chloroform
A	2	1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	10 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , 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 <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2 7, 8	0,5 g 1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	4 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO <sub>3</sub> , 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 <sub>3</sub> /HBF <sub>4</sub> (Mikrowellendruckaufschluss)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11, 12	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
ID	10	ca. 1 g	Aufschluß mit H <sub>2</sub> O/Königswasser, Hochdruck-veraschung, Trennung an AG 50 Wx8	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie
PAA	14	1,5-2 g	aus Probematerial Ronden fertigen (Durchmesser 20 mm, Dicke ca. 0,6-0,8 mm)	Photonenaktivierungsanalyse

Tabelle 12: Analysenverfahren für die Bestimmung von Nickel

P - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1, 14	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Entfernen der störenden Elemente durch Abrauchen mit HClO <sub>4</sub> , HF und HBr, Extraktion als Vanadomolybdatophosphorsäure	Photometrie, Bestimmung als Vanadomolybdatophosphorsäure
P	9	0,4	Lösen in HCl/ HNO <sub>3</sub>	Photometrie, Bestimmung als Vanadomolybdatophosphorsäure
I	2, 6, 7, 13 8 15	0,5 g 2 g 1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , Abrauchen mit H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HF, Abrauchen mit H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 13: Analysenverfahren für die Bestimmung von Phosphor

### Sb - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , Extraktion mit Diisopropylether	Photometrie, Bestimmung mit Rhodamin B
A	3	2 g	Lösen in HCl/HNO <sub>3</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	10 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
E	6	0,5 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HBF <sub>4</sub> (Mikrowellendruckaufschluss)	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ET AAS
I	2	1 g	Lösen in HCl/ H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	2 8	0,5 g 1 g	Lösen in HCl/HNO <sub>3</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	12	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	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 14: Analysenverfahren für die Bestimmung von Antimon

Te - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	1	5 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , mit unterphosphoriger Säure und As als Spurenfänger Te ausfällen, Niederschlag in HNO <sub>3</sub> lösen	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	8	1 g	Lösen in HCl/ H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	10 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
E	6	0,5 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HBF <sub>4</sub> (Mikrowellendruckaufschluss)	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ET AAS
I	2 7	0,5 g 1 g	Lösen in HCl/ H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	2g	Lösen in HCl/ H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , mit unterphosphoriger Säure unter Zusatz von Se Te ausfällen, Niederschlag in HNO <sub>3</sub> lösen	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	12	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 15: Analysenverfahren für die Bestimmung von Tellur



### Al - Bestimmung

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

Tabelle 16: Analysenverfahren für die Bestimmung von Aluminium

### Bi - Bestimmung

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

Tabelle 17: Analysenverfahren für die Bestimmung von Bismut

Mn - Bestimmung				
Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	9	10 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	0,5 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	4 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO <sub>3</sub> , 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	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HBF <sub>4</sub> (Mikrowellendruckaufschluss)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	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 18: Analysenverfahren für die Bestimmung von Mangan

Pb - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	3	2 g	Lösen in HCl/HNO <sub>3</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	6	0,5 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HBF <sub>4</sub> (Mikrowellendruckaufschluss)	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	10 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , 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 <sub>3</sub> , La(OH) <sub>3</sub> -Fällung, lösen des Niederschlages in HNO <sub>3</sub> /HF	Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Atomisierung ET AAS
I	2	0,5 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
ID	10	1 g	Aufschluß mit H <sub>2</sub> O/Königswasser, Hochdruck-veraschung, zweimalige Trennung an AG 1x8	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie
PAA	14	1,5-2 g	aus Probematerial Ronden fertigen (Durchmesser 20 mm, Dicke ca. 0,6-0,8 mm)	Photonenaktivierungsanalyse

Tabelle 19: Analysenverfahren für die Bestimmung von Blei

### S - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	1 g	Lösen in einem Gemisch aus HI, HCOOH, NaH <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> O und Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , entstehendes H <sub>2</sub> S im N <sub>2</sub> -Trägergasstrom abtrennen	Photometrie, Bestimmung des H <sub>2</sub> S als Methylenblau nach Umsetzen des Sulfidschwefels mit N,N-Dimethyl-p-phenylendiamin
T	6	0,5 g	Lösen in einem Gemisch aus HI, HCOOH, NaH <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> O und Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , entstehendes H <sub>2</sub> S im N <sub>2</sub> -Trägergasstrom abtrennen	Mikrotitrimetrische Sulfidbestimmung
IR	5, 8	1 g, 3,4 g		Verbrennung mit IR-Detektion

Tabelle 20: Analysenverfahren für die Bestimmung von Schwefel

### Se - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	9	10 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Zinnsäure abtrennen, Kupferabtrennung elektrolytisch, Vereinigung der in HCl gelösten Zinnsäure mit dem Elektrolysat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	0,5 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	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 21: Analysenverfahren für die Bestimmung von Selen

### Si - Bestimmung

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

Tabelle 22: Analysenverfahren für die Bestimmung von Silicium

### Ti - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
I	2	0,5 g	Lösen in HCl/ H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	1g	Lösen in HCl/HNO <sub>3</sub> , Rückstand mit K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>7</sub> aufschließen, mit Filtrat vereinigen	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HBF <sub>4</sub> (Mikrowellendruckaufschluss)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	8	1 g	Lösen in HCl/ HNO <sub>3</sub>	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 23: Analysenverfahren für die Bestimmung von Titan

### Zn - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	1, 2	1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	3	1 g	Lösen in HCl/HNO <sub>3</sub>	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	6	0,5 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HBF <sub>4</sub> (Mikrowellendruckaufschluss)	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9 12	4 g 1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2 7	0,5 g 1 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	4 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/ HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g	Lösen in Königswasser, Bestimmung aus dem Elektrolysat der Cu-Bestimmung	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	11	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> , Abtrennen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Kupferabtrennung elektrolytisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
ID	10	ca. 1 g	Aufschluß mit H <sub>2</sub> O/HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , Hochdruck- veraschung, Trennung an AG 1x8	Isotopenverdünnungsmassenspektrometrie
NAA	14	20-40 mg	zerspannte Probe in Quarzampulle einwiegen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse NAA

Tabelle 24: Analysenverfahren für die Bestimmung von Zink

### Zr - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HF	Photometrie, Bestimmung mit Brenzcatechinviolett
I	2	0,5 g	Lösen in HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3	1 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HCl	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	6	0,5 g	Lösen in HNO <sub>3</sub> /HBF <sub>4</sub> (Mikrowellendruckaufschluss)	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 Zirconium

## 5.4 Analysenergebnisse und statistische Betrachtung

Die Ergebnisse des Zertifizierungs-Ringversuches sind in den Tabellen 27 bis 38 aufgelistet. Diese Tabellen zeigen neben den Einzelwerten der Laboratorien die jeweiligen Mittelwerte sowie die dazugehörigen Standardabweichungen für die Elemente, deren Gehalte zertifiziert wurden. In den Tabellen 39 bis 45 sind die entsprechenden Daten für die Elemente angegeben, die aufgrund eines zu geringen Datenmaterials oder einer zu großen Standardabweichung der Messreihenmittelwerte nur als Richtwerte angegeben sind. In Tabelle 46 sind die Elemente angeführt, die als "kleiner als" Werte ebenfalls nur Richtwerte sein können. In den Abbildungen 2 bis 20 sind in entsprechenden Diagrammen die Mittelwerte mit ihren Standardabweichungen graphisch dargestellt.

Die Mittelwerte der Meßreihen aller Laboratorien wurden dem Grubbs-Test unterworfen (Signifikanzniveau 95%). 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 95%). 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.

Hinsichtlich der Varianzenhomogenität lagen keine ausreißerverdächtigen Werte vor, so dass hier kein statistischer Test ( Cochran-Test) notwendig war.

Die erhaltenen Analysendaten sowie die verwendeten Analyseverfahren 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 26 dargestellt. Es handelt sich dabei um die Mittelwerte der Labormittelwerte.

Tabelle 26: Zertifizierte Werte der Probe BAM - 378

Element	Massenanteil	Unsicherheit*
	in %	in %
Cu	94,13	± 0,04
Sn	5,74	± 0,21
	<hr/>	
	in µg/g	in µg/g
Ag	26,6	± 1,3
As	99,5	± 2,5
Cd	100,7	± 2,2
Co	89	± 5
Cr	311	± 5



Fe	182	± 7
Mg	28,7	± 0,8
Ni	18,3	± 0,9
P	602	± 23
Sb	86,1	± 2,6
Te	85,0	± 2,6

\*Vertrauensbereich (absolut) bei einem Vertrauensgrad von 95%, ermittelt aus den Standardabweichungen der Messreihenmittelwerte; der Wert für Zinn gibt den Vertrauensbereich an, der den hier signifikanten Beitrag der Flächeninhomogenität mitberücksichtigt.

Folgende Massenkonzentrationen werden als Richtwerte gegeben:

<b>Element</b>	<b>Massenanteil</b> in µg/g	<b>Unsicherheit*</b> in µg/g
Mn	0,74	± 0,24
Pb	4,2	± 0,7
S	9,1	± 1,9
Ti	29,4	± 4
Zn	7,3	± 1,0
Zr	1,7	± 0,09
Al	< 1	
Bi	< 1	
Se	< 2	
Si	< 10	

Für die nachfolgenden Tabellen 27-45 und die Abbildungen 2-20 werden folgende Abkürzungen verwendet:

EW: Einzelwert

MW: Mittelwert der Messreihe

s: Standardabweichung der Einzelwerte

$\bar{s}$  : arithmetisches Mittel der Messreihenstandardabweichungen unter Wiederholbedingungen

$s_{rel}$ : relative Standardabweichung

### Cu-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	6/R	1/EG	1/EG	2/EG	11/EG	8/EG	5/EG	9/EG	4/EG	12/EG	Ges.
EW[%]	94,19	94,108	94,11	94,05	94,14	94,13	94,09	94,16	94,20	94,18	N
	93,86	94,080	94,10	94,11	94,11	94,17	94,15	94,11	94,18	94,28	10
	94,06	94,089	94,09	94,12	94,10	94,13	94,17	94,19	94,19	94,17	
	94,10	94,072	94,08	94,17	94,13	94,09	94,14	94,15	94,18	94,32	
	94,09	94,100	94,11	94,06	94,13	94,09	94,15	94,16	94,16	94,08	
	94,00	94,059	94,07	94,06	94,11	94,12	94,14	94,18	94,17	94,20	
<b>MW [%]</b>	<b>94,05</b>	<b>94,085</b>	<b>94,093</b>	<b>94,10</b>	<b>94,120</b>	<b>94,12</b>	<b>94,140</b>	<b>94,158</b>	<b>94,180</b>	<b>94,21</b>	<b>94,12</b>
s[%]	0,11	0,018	0,016	0,05	0,015	0,03	0,027	0,028	0,014	0,09	0,05
$\bar{s}$ [%]											0,04
$s_{rel}$	0,0012	0,00019	0,00017	0,0005	0,00016	0,0003	0,00029	0,00030	0,00015	0,0009	0,0005

Verfahren:

EG: Elektrogravimetrie

R: RFA

**Tabelle 27: Analysenergebnisse der Kupfer-Bestimmung**

### Cu-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

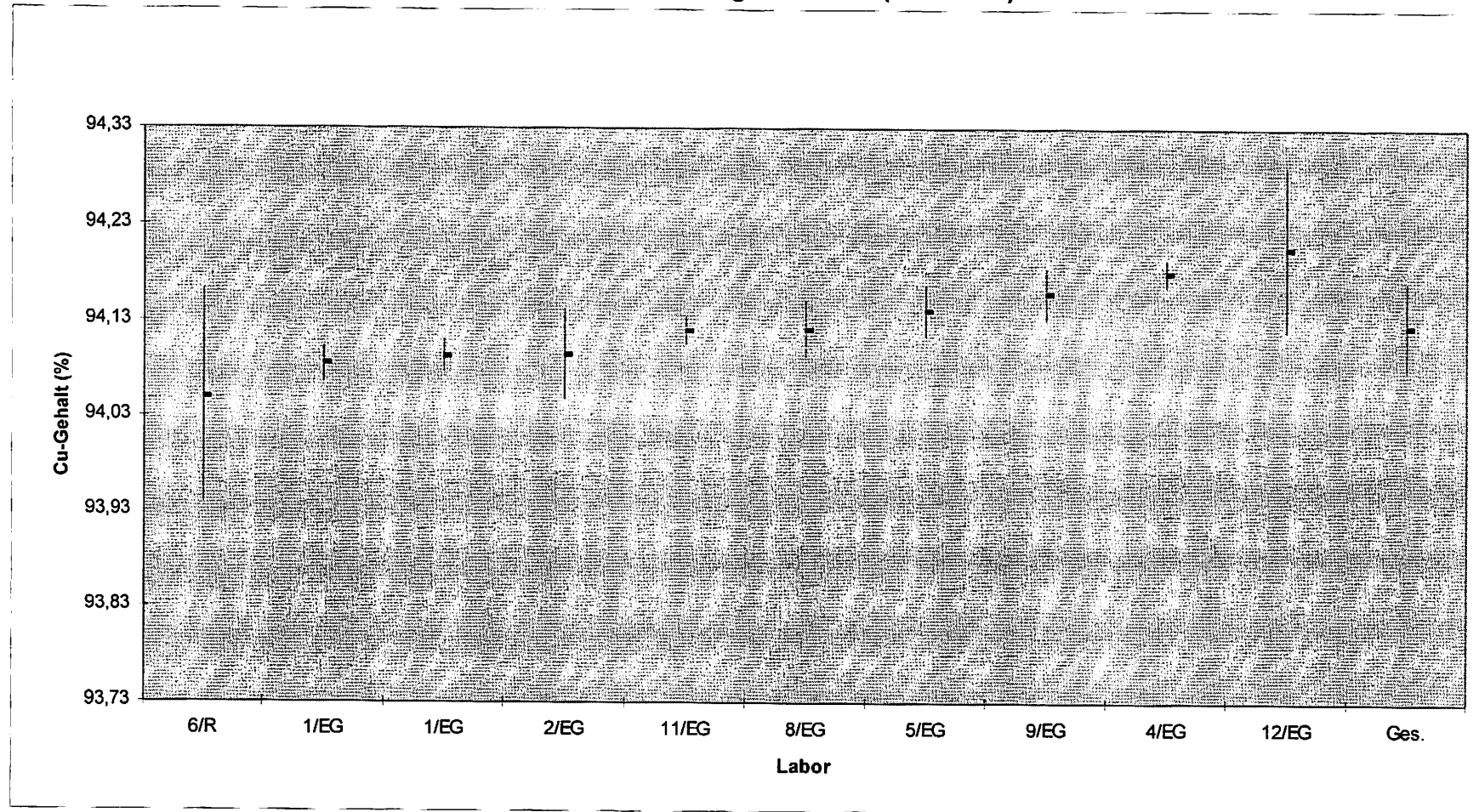


Abbildung 2: Analysenergebnisse der Kupfer-Bestimmung

### Sn-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	5/I	9/A	8/I	4/I	1/T	2/I	6/R	11/I	2/A	Ges.
EW[%]	5,64	5,70	5,73	5,73	5,713	5,75	5,77	5,77	5,75	N
	5,66	5,76	5,68	5,72	5,715	5,76	5,80	5,83	5,86	9
	5,77	5,71	5,72	5,71	5,719	5,73	5,74	5,77	5,83	
	5,61	5,73	5,76	5,69	5,719	5,74	5,80	5,79	5,79	
	5,81	5,68	5,68	5,71	5,717	5,74	5,80	5,76	5,78	
	5,70	5,66	5,70	5,74	5,718	5,76	5,72	5,76	5,73	
<b>MW [%]</b>	<b>5,70</b>	<b>5,71</b>	<b>5,71</b>	<b>5,717</b>	<b>5,717</b>	<b>5,747</b>	<b>5,77</b>	<b>5,780</b>	<b>5,79</b>	<b>5,74</b>
s[%]	0,08	0,04	0,03	0,018	0,0024	0,012	0,03	0,027	0,05	0,04
$\bar{s}$ [%]										0,03
s <sub>rel</sub>	0,014	0,006	0,005	0,003	0,0004	0,0021	0,006	0,005	0,008	0,006

Verfahren:

A: F AAS  
 I: ICP OES  
 R: RFA  
 T: jodometr. Titration

**Tabelle 28: Analysenergebnisse der Zinn-Bestimmung**

### Sn-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

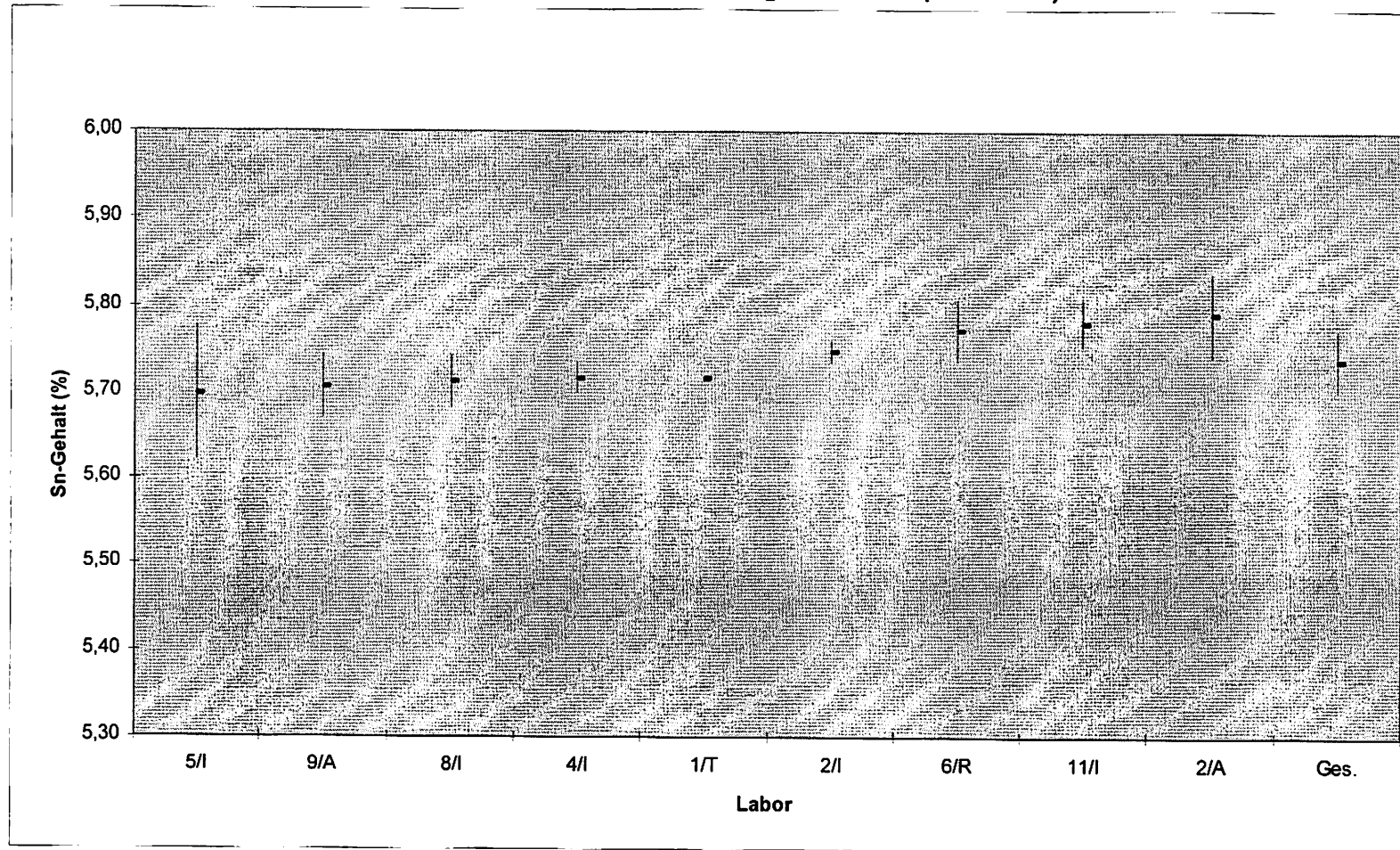


Abbildung 3: Analysenergebnisse der Zinn-Bestimmung

### Ag-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	5/I	2/A	1/ID	1/NAA	8/A	9/A	6/A	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	23	25,0	26,30	26,52	27,8	30	28,1	N
	25	25,4	26,39	26,67	26,8	28	28,3	7
	26	25,7	26,33	26,75	26,6	28	28,4	
	27	25,8	26,23	26,87	26,3	29	27,9	
	24	25,0	26,11	26,23	26,4	27	28,8	
		25,5	26,12	26,46	26,8	27	28,3	
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>25,0</b>	<b>25,4</b>	<b>26,25</b>	<b>26,58</b>	<b>26,8</b>	<b>28,2</b>	<b>28,3</b>	<b>26,6</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	1,6	0,3	0,11	0,23	0,5	1,2	0,3	1,3
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]								0,6
S <sub>rel</sub>	0,06	0,013	0,004	0,009	0,020	0,04	0,011	0,05

Verfahren:

I: ICP OES  
 ID: IDMS  
 NAA: Neutronenaktivierungsanalyse  
 A: F AAS

**Tabelle 29: Analyseergebnisse der Silber-Bestimmung**

### Ag-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

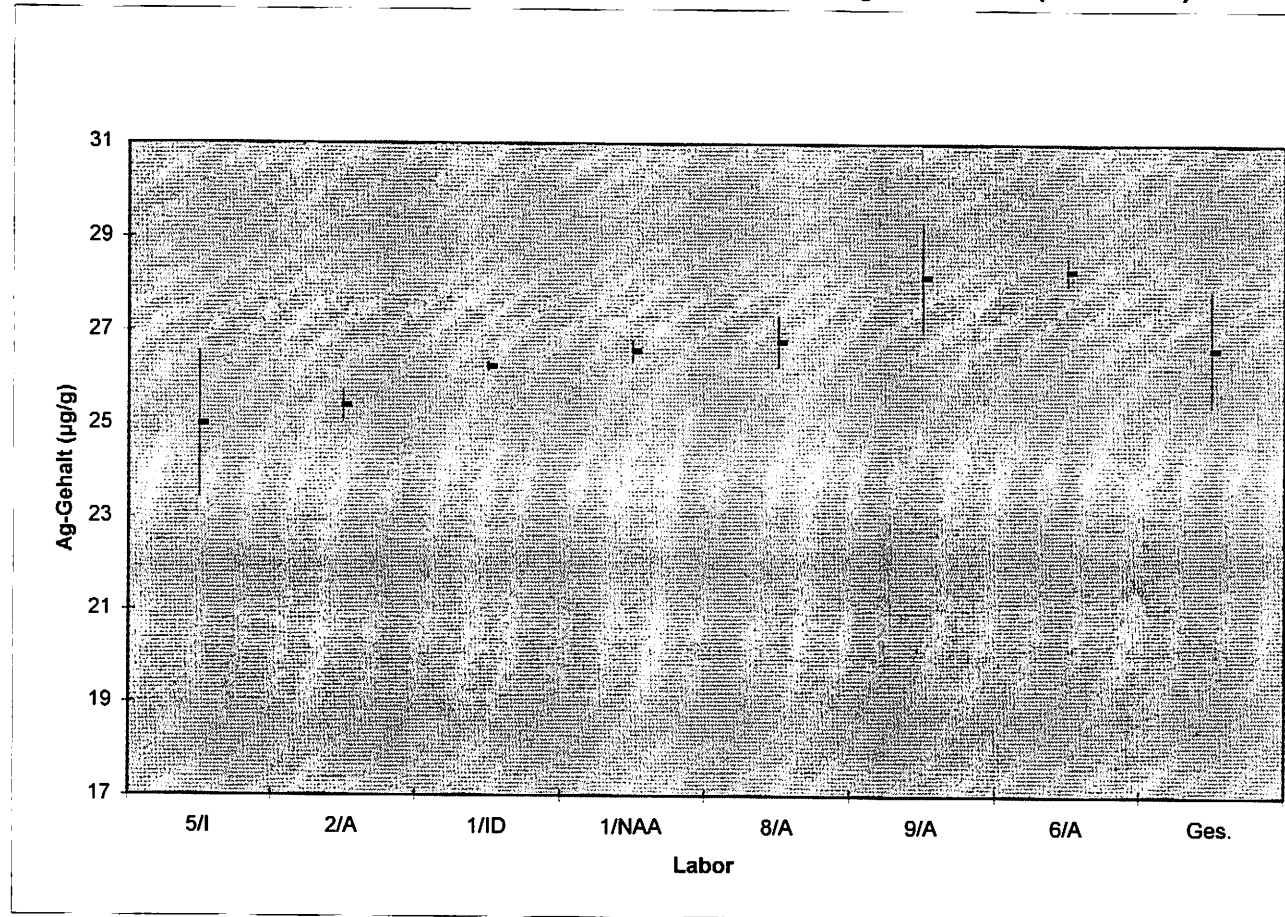


Abbildung 4: Analysenergebnisse der Silber-Bestimmung



### As-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	3/I	9/A	1/NAA	8/A	2/I	1/PAA	1/P	11/I	4/I	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	83	85	95,2	95,8	98,0	108	101,4	99,9	103	N 7
	89	90	94,8	95,7	97,9	106	101,0	104,1	105	
	84	86	95,2	96,3	99,3	96	101,1	100,3	100	
	87	92	93,3	97,1	99,0	91	101,4	97,6	98	
	86	90	98,0	97,1	99,5	97	101,1	104,2	105	
	86	91	97,9	96,6	99,8	100	101,0	107,0	103	
							101,1			
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>85,8</b>	<b>89,0</b>	<b>95,7</b>	<b>96,4</b>	<b>98,9</b>	<b>99,7</b>	<b>101,16</b>	<b>102,2</b>	<b>102,3</b>	<b>99,5</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	2,1	2,8	1,9	0,6	0,8	6,4	0,17	3,5	2,8	2,6
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]										2,3
$s_{\text{rel}}$	0,025	0,03	0,019	0,006	0,008	0,06	0,0017	0,03	0,027	0,027

Verfahren: 85,8 und 89,0 sind Ausreißer nach Grubbs (99 %)

- I: ICP OES
- NAA: Neutronenaktivierungsanalyse
- PAA: Photonenaktivierungsanalyse
- A: F AAS
- = nicht berücksichtigt

**Tabelle 30: Analysenergebnisse der Arsen-Bestimmung**

### As-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

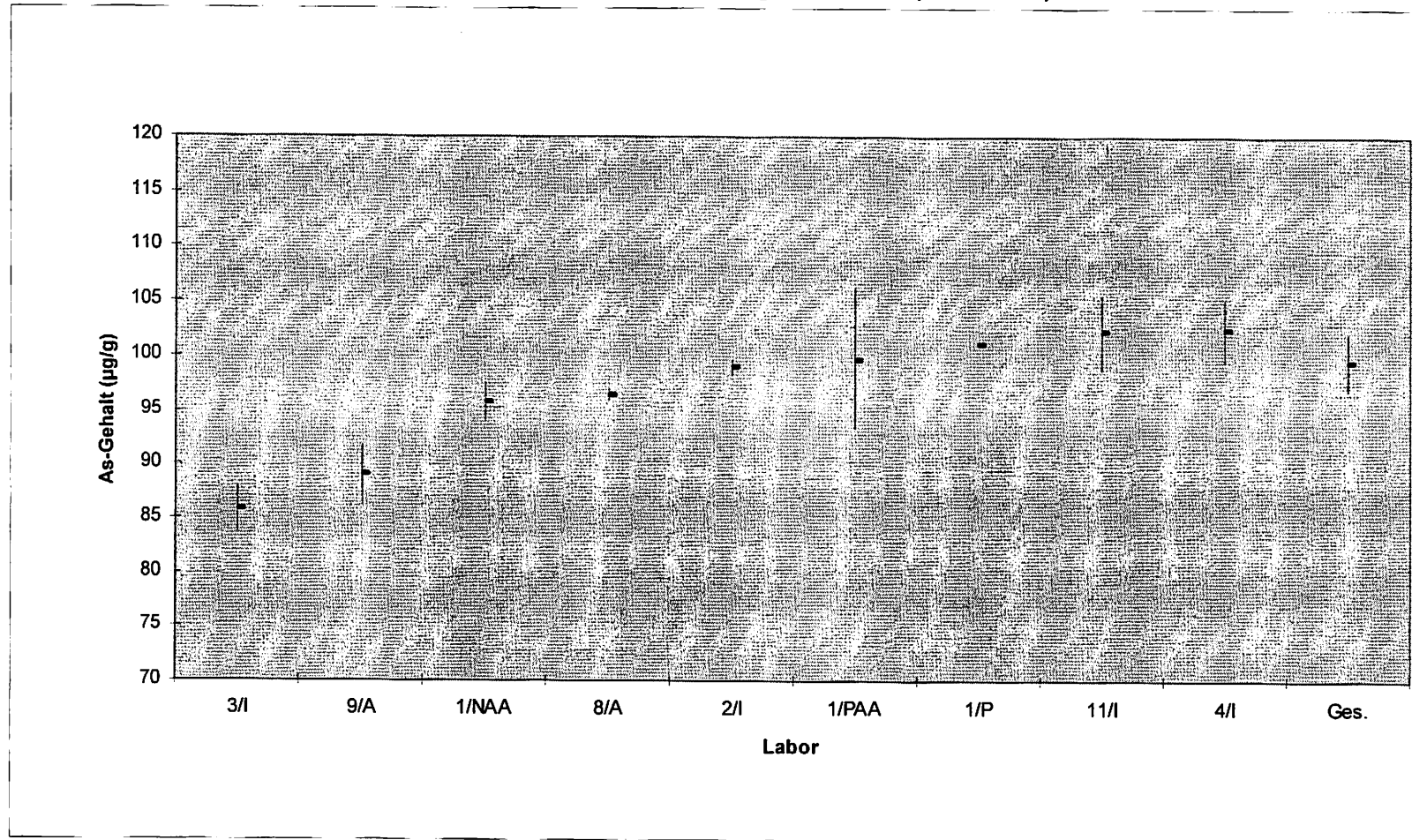


Abbildung 5: Analysenergebnisse der Arsen-Bestimmung

### Cd-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	12/I	1/A	12/A	3/I	4/I	5/I	2/A	9/A	8/A	11/I	2/I	1/ID	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	99,0	97,2	97,3	99	98	99	102,5	101	103,0	102	103,7	108,2	N
	97,6	96,2	96,5	98	97	102	99,8	102	102,3	104	103,1	108,3	12
	94,4	97,1	90,9	98	100	103	102,3	102	101,0	104	103,4	108,6	
	92,8	96,8	102,6	99	95	98	101,4	103	102,5	102	103,5	108,6	
	[87,3]	[93,9]	100,0	97	97	100	101,9	100	102,7	103	103,0	108,4	
		96,5	99,9	99	105		101,7	102	101,2	102	103,5	108,5	
	96,7												
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>96,0</b>	<b>96,8</b>	<b>97,9</b>	<b>98,3</b>	<b>98,7</b>	<b>100,4</b>	<b>101,6</b>	<b>101,7</b>	<b>102,1</b>	<b>102,9</b>	<b>103,37</b>	<b>108,44</b>	<b>101</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	2,8	0,4	4,0	0,8	3,5	2,1	1,0	1,0	0,8	0,8	0,27	0,14	3
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]													1,5
$s_{\text{rel}}$	0,03	0,004	0,04	0,008	0,04	0,021	0,010	0,010	0,008	0,007	0,003	0,0013	0,03

Verfahren:

I: ICP OES

ID: IDMS

A: F AAS

**Tabelle 31: Analyseenergebnisse der Cadmium-Bestimmung**

### Cd-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

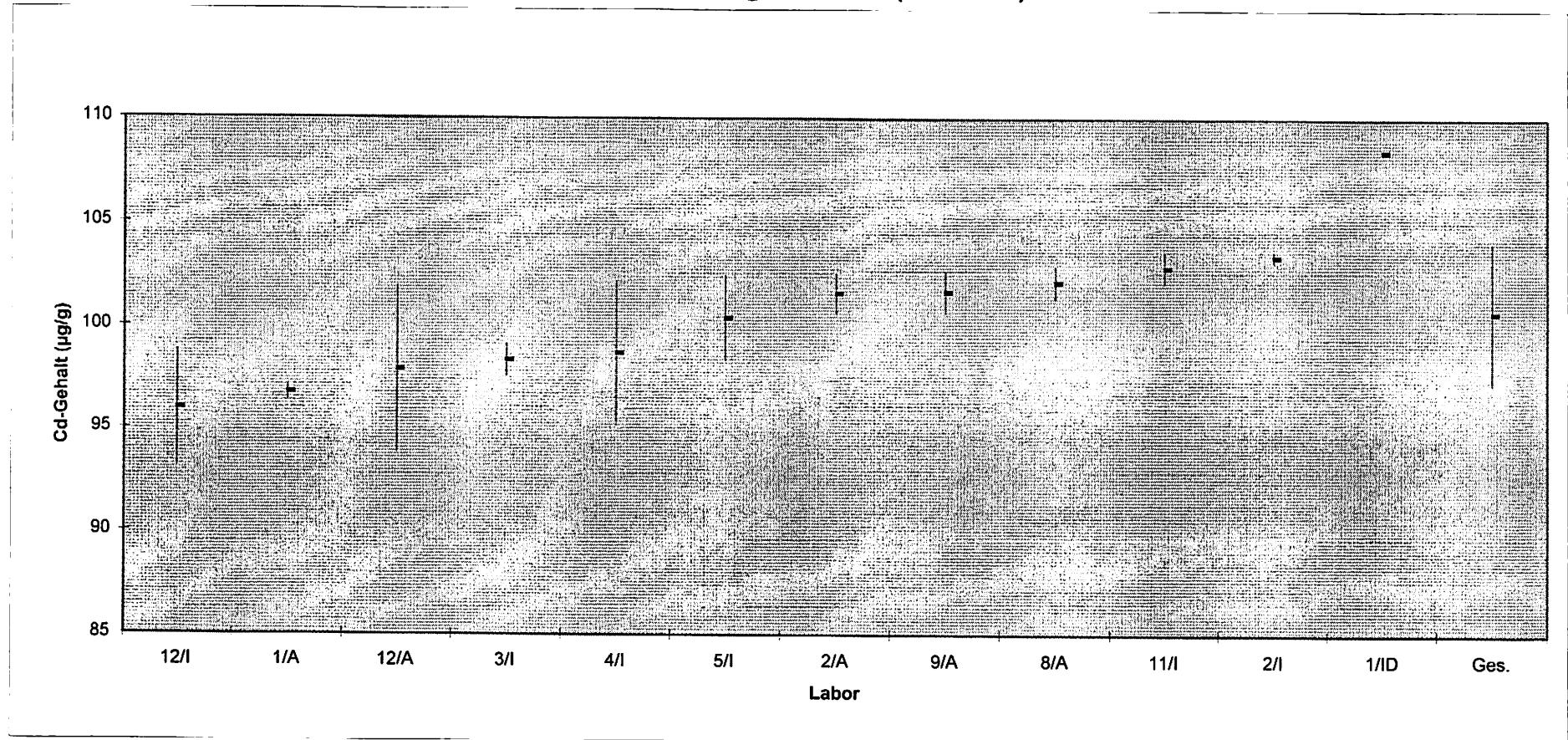


Abbildung 6: Analysenergebnisse der Cadmium-Bestimmung

### Co-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	12/A	4/I	1/A	5/I	8/A	11/I	3/I	12/I	6/I	9/A	1/NAA	2/I	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	85,8	78	86,4	88,0	88,5	84,3	92	92,60	89,1	93	98,58	99,3	N
	70,1	85	83,77	81,0	90,7	87,9	90	90,60	89,4	93	100,42	99,1	12
	84,9	79	81,91	85,0	87,2	91,5	88	92,30	93,2	98	97,05	99,2	
	62,1	80	83,5	88,0	87,9	90,5	90	90,80	92,0	94	96,25	99,8	
	63,3	78	87,6	82,0	89,0	87,8	90	87,90	93,3	94	97,08	100,0	
	72,3	72	83,62	87,0	89,8	92,3	87		94,0	94	97,79	99,7	
			87,29										
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>73</b>	<b>79</b>	<b>85</b>	<b>85</b>	<b>88,9</b>	<b>89</b>	<b>89,5</b>	<b>90,8</b>	<b>91,8</b>	<b>94,3</b>	<b>97,9</b>	<b>99,5</b>	<b>89</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	10	4	2	3	1,3	3	1,8	1,9	2,1	1,9	1,5	0,4	8
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]													2,8
S <sub>rel</sub>	0,14	0,05	0,026	0,04	0,014	0,03	0,020	0,021	0,023	0,020	0,015	0,0037	0,08

Verfahren:

NAA: Neutronenaktivierungsanalyse

I: ICP OES

A: F AAS

**Tabelle 32: Analysenergebnisse der Cobalt-Bestimmung**

### Co-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

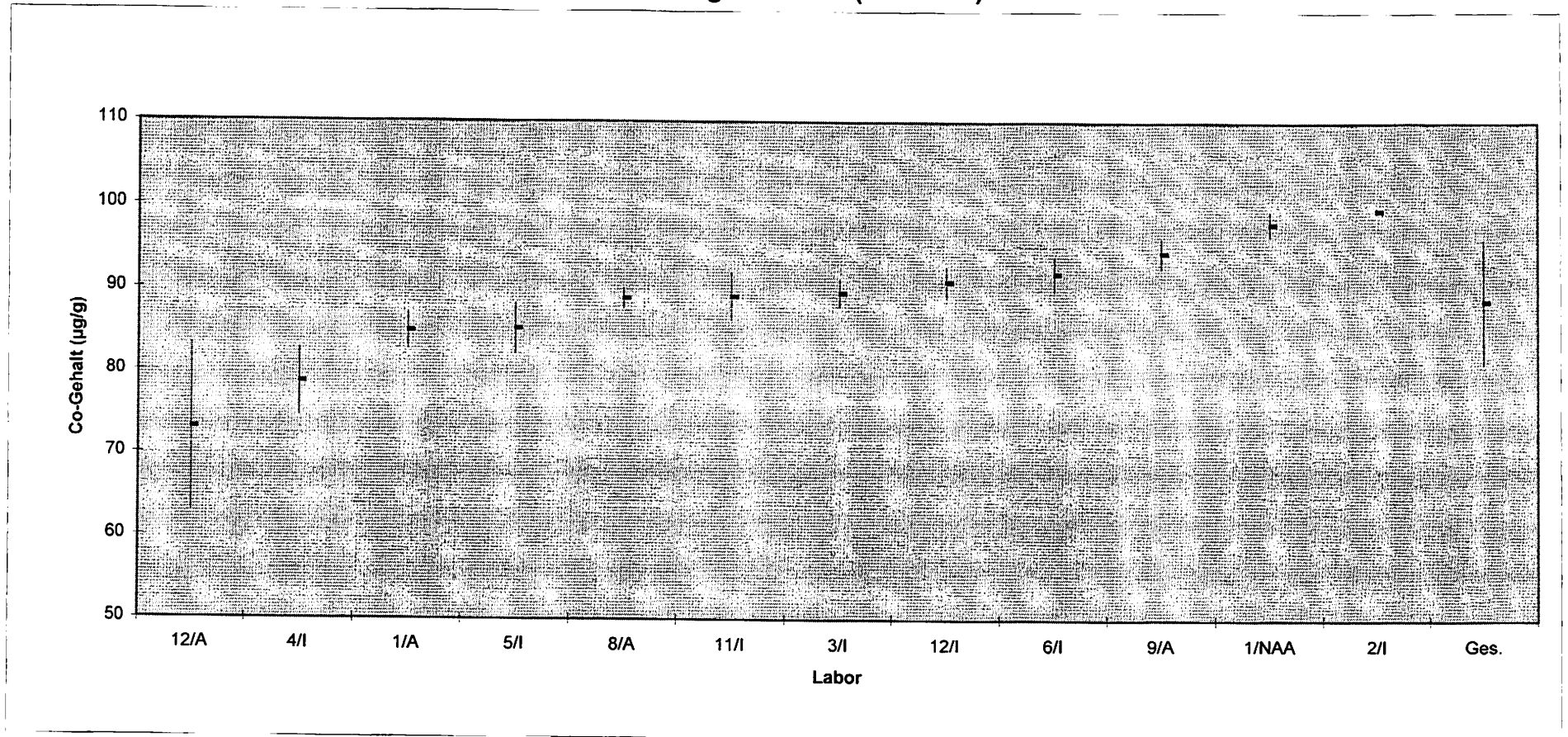


Abbildung 7: Analysenergebnisse der Cobalt-Bestimmung

### Cr-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	13/I	1/PAA	2/I	8/I	1/ID	7/I	1/NAA	15/I	1/A	6/I	1/T	3/I	14/A	Ges.	
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	311	295	303,8	303,7	306,7	308	312	316	300,4	309,8	311,3	321	364	N 12	
	298	305	303,4	305,8	307,1	308	322	311	332,3	322,3	329,8	317	341		
	293	311	305,6	307,7	307,5	301	310	317	314,3	316,4	336,2	328	337		
	293	301	305,6	303,3	307,4	307	313	312	293,7	321,2	311,1	327	359		
	301	309	303,9	306,9	306,6	309	308	317	338,8	321,8	314,2	320	361		
	302	302	304,0	304,4	306,6	311	311	318	327,2	324,8	313,8	320	357		
							307								
							309								
							311								
							304								
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>300</b>	<b>304</b>	<b>304,4</b>	<b>305,3</b>	<b>307,0</b>	<b>308</b>	<b>313</b>	<b>315</b>	<b>318</b>	<b>319</b>	<b>319</b>	<b>322</b>	<b>353</b>	<b>311</b>	
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	7	6	1,0	1,8	0,4	3	5	3	18	5	11	4	11	7	
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]														5	
$s_{\text{rel}}$	0,023	0,019	0,003	0,006	0,0013	0,010	0,015	0,009	0,06	0,02	0,03	0,01	0,03	0,02	

Verfahren:

353 ist Ausreißer nach Grubbs (99 %)

- T: Titrimetrie
- NAA: Neutronenaktivierungsanalyse
- PAA: Photonenaktivierungsanalyse
- I: ICP OES
- ID: Isotopenverdünnungs-Massenspektrometrie
- A: F AAS
- = nicht berücksichtigt

**Tabelle 33: Analyseergebnisse der Chrom-Bestimmung**

### Cr-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

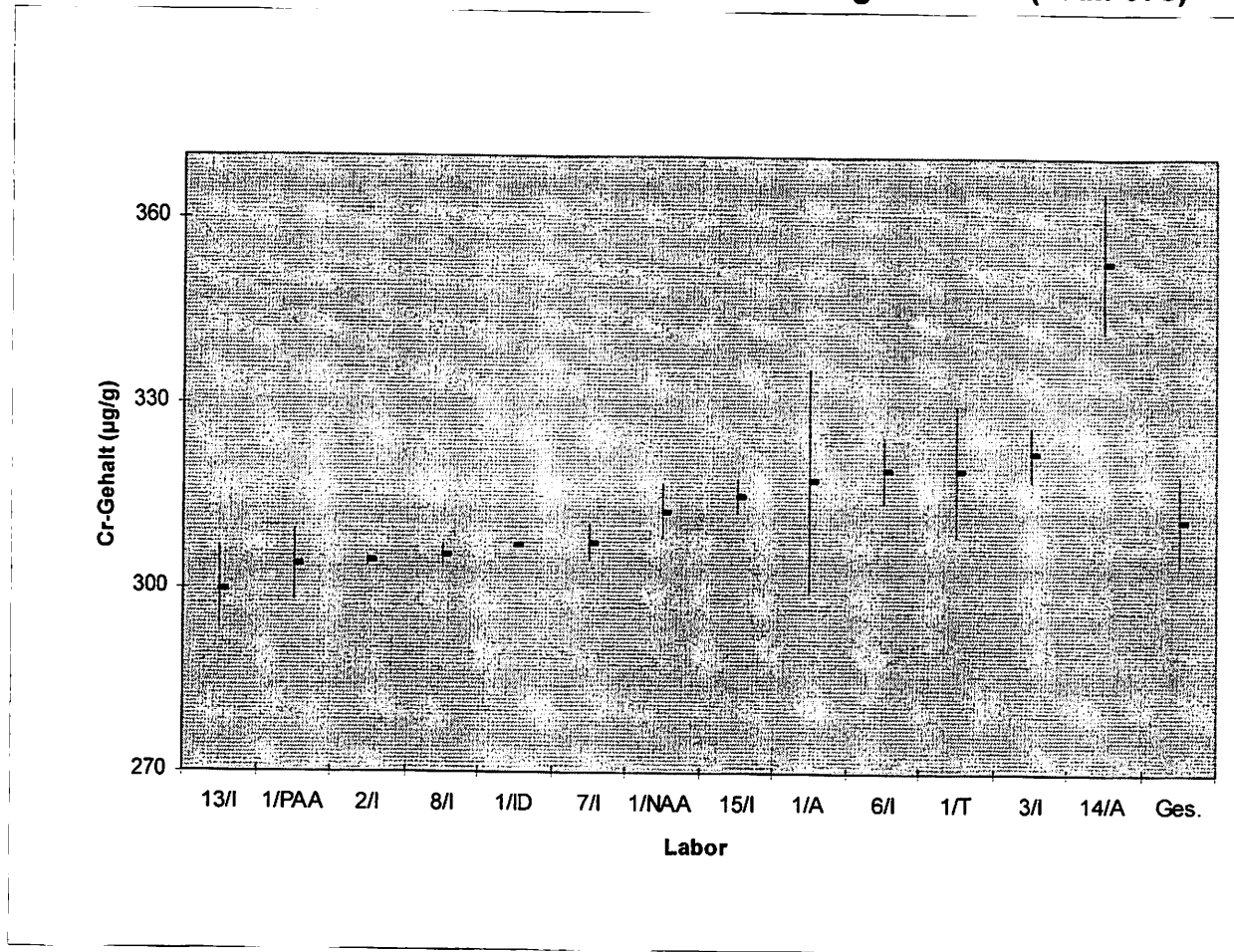


Abbildung 8: Analysenergebnisse der Chrom-Bestimmung



### Fe-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	14/A	1/ID	13/I	9/A	6/I	8/A	4/I	3/I	3/I	1/A	1/P	15/I	11/I	12/A	2/I	5/I	7/I	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	115	166,05	171	166	164,7	170,7	176	175	179	181,2	185,4	190	180	167,9	195,9	218	218	N 16
	107	157,66	165	162	169,9	173,5	170	176	182	199,6	185,9	182	188	186,6	195,5	189	212	
	108	162,66	166	166	169,3	172,3	180	180	178	206,8	186,2	193	188	188,0	197,2	213	202	
	116	166,93	157	170	165,0	170,5	175	176	185	170,0	[166,2]	178	198	200,5	197,4	193	203	
	104	156,85	167	165	166,5	173,3	174	175	185	172,0	178,9	194	192	222,8	197,8	188	192	
	100	162,24		166	167,5	169,0	182	180	178	167,4	186,3	192	197	199,8	194,5		189	
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>108</b>	<b>162</b>	<b>165</b>	<b>165,8</b>	<b>167,2</b>	<b>171,6</b>	<b>176</b>	<b>177,0</b>	<b>181,2</b>	<b>182</b>	<b>185</b>	<b>188</b>	<b>191</b>	<b>194</b>	<b>196,4</b>	<b>200</b>	<b>203</b>	<b>182</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	6	4	5	2,6	2,2	1,8	4	2,4	3,3	15	3	7	7	18	1,3	14	11	13
$\frac{s}{\mu\text{g/g}}$																		6
s <sub>rel</sub>	0,06	0,026	0,03	0,015	0,013	0,010	0,024	0,013	0,018	0,08	0,017	0,03	0,04	0,09	0,007	0,07	0,06	0,07

Verfahren:

108 ist Ausreißer nach Grubbs (99 %)

I: ICP OES

ID: IDMS

P: Photometrie

A: F AAS

= nicht berücksichtigt

**Tabelle 34: Analysenergebnisse der Eisen-Bestimmung**

### Fe-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

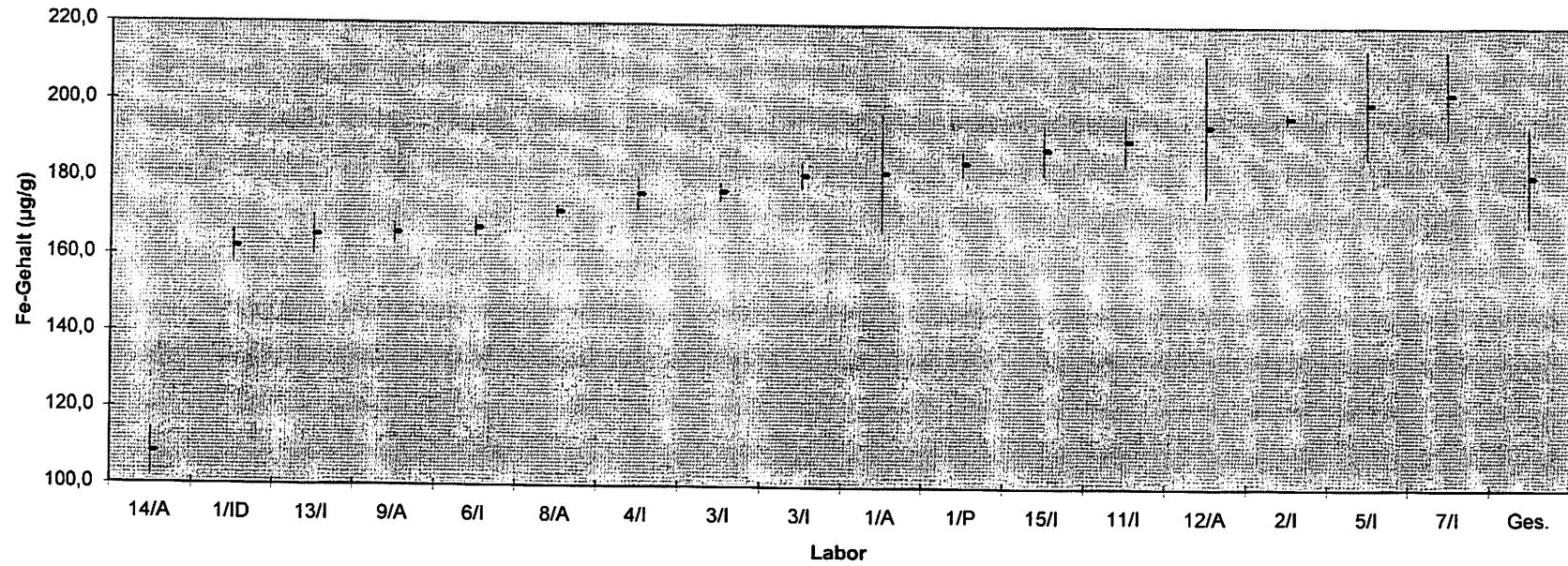


Abbildung 9: Analysenergebnisse der Eisen-Bestimmung

### Mg-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	3/I	2/A	1/A	6/I	11/I	9/A	2/I	8/A	5/I	7/I	4/I	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	27,6	28,2	28,8	28,6	27,2	28	29,0	30,4	30	30,0	27	N
	27,7	28,2	27,6	26,9	29,0	29	29,4	29,5	29	30,2	30	11
	27,5	27,4	27,7	28,5	28,0	29	29,1	30,2	31	29,6	28	
	27,3	27,1	27,2	27,0	27,3	30	29,2	30,4	30	29,9	32	
	26,6	27,3	26,8	26,9	27,2	29	29,4	29,2	29	29,7	30	
	27,1	25,9	27,0	28,0	27,8	30	29,5	28,7	30	29,9	35	
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>27,3</b>	<b>27,4</b>	<b>27,5</b>	<b>27,7</b>	<b>27,8</b>	<b>29,2</b>	<b>29,27</b>	<b>29,7</b>	<b>29,8</b>	<b>29,88</b>	<b>30,3</b>	<b>28,7</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	0,4	0,9	0,7	0,8	0,7	0,8	0,20	0,7	0,8	0,21	2,9	1,2
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]												0,8
s <sub>rel</sub>	0,015	0,03	0,026	0,029	0,025	0,026	0,007	0,024	0,025	0,007	0,09	0,04

Verfahren:

I: ICP OES

A: F AAS

**Tabelle 35: Analysenergebnisse der Magnesium-Bestimmung**

### Mg-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

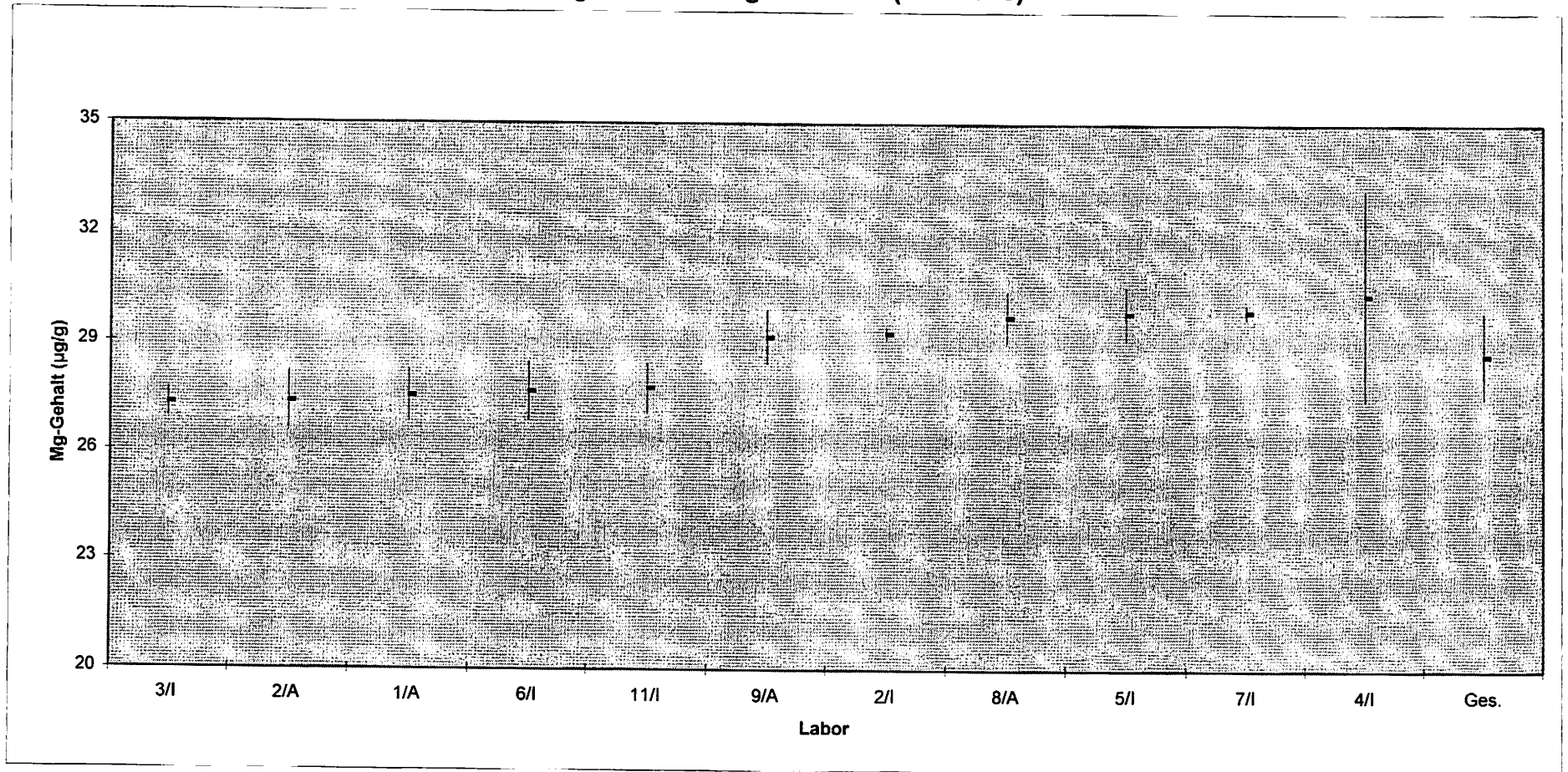


Abbildung 10: Analysenergebnisse der Magnesium-Bestimmung

### Ni-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	6/I	9/A	4/I	1/P	2/A	8/A	12/I	7/I	2/I	1/ID	12/A	11/I	1/PAA	3/I	5/I	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	13,4	14	16	17,02	18,4	18,2	20,7	18,8	18,8	18,91	20,2	19,1	17,8	20	21	N
	14,5	17	16	16,51	17,1	18,8	20,6	19,3	19,0	19,40	19,7	19,5	18,5	21	19	15
	15,0	15	18	16,51	18,6	17,5	18,3	18,2	18,9	19,26	21,4	19,7	21,4	19	21	
	15,8	16	15	16,76	18,0	17,8	17,4	19,2	18,9	18,93	17,5	19,3	20,3	20	20	
	15,7	17	15	17,68	18,7	17,8	16,7	18,4	18,9	19,81	17,5	20,1	20,2	19	22	
	16,4	15	18	17,41	17,3	18,6		18,8	18,9	19,04	19,2	18,8	19,9	20	21	
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>15,1</b>	<b>15,7</b>	<b>16,3</b>	<b>17,0</b>	<b>18,0</b>	<b>18,1</b>	<b>18,7</b>	<b>18,8</b>	<b>18,90</b>	<b>19,2</b>	<b>19,3</b>	<b>19,4</b>	<b>19,7</b>	<b>19,8</b>	<b>20,7</b>	<b>18,3</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	1,1	1,2	1,4	0,5	0,7	0,5	1,8	0,4	0,06	0,3	1,5	0,5	1,3	0,8	1,0	1,6
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]																0,9
S <sub>rel</sub>	0,07	0,08	0,08	0,028	0,04	0,028	0,10	0,023	0,003	0,018	0,08	0,024	0,07	0,04	0,05	0,09

Verfahren:

I: ICP OES

ID: IDMS

PAA: Photonenaktivierungsanalyse

A: F AAS

P: Photometrie

**Tabelle 36: Analysenergebnisse der Nickel-Bestimmung**

### Ni-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

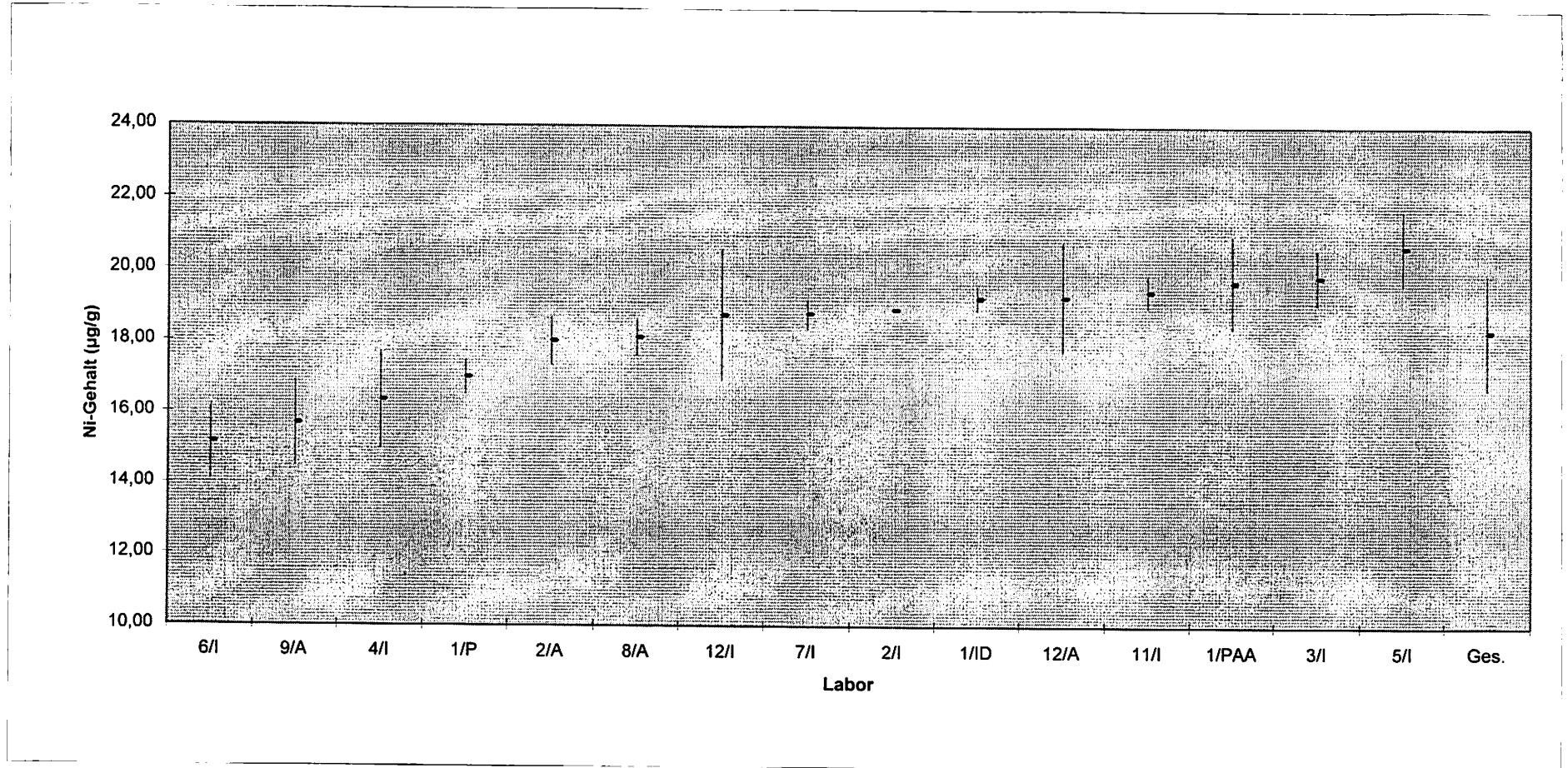


Abbildung 11: Analysenergebnisse der Nickel-Bestimmung

**P-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)**

Lab./Verf.	14/P	1/P	15/I	3/I	7/I	9/P	2/I	13/I	8/I	6/I	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	537	569	561	595	614	620	608,7	629	629,5	696,9	N
	550	570	[645]	593	596	600	608,3	611	626,6	664,9	10
	558	567	597	590	574	580	613,6	600	627,4	660,8	
	565	568	592	580	605	640	612,7	637	628,9	652,4	
	537	571	572	585	616	580	609,9	624	630,2	642,1	
	532	571	590	591	621	600	612,2		623,0	669,4	
					597						
				597							
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>547</b>	<b>569,3</b>	<b>582</b>	<b>589</b>	<b>603</b>	<b>603</b>	<b>610,9</b>	<b>620</b>	<b>627,6</b>	<b>664</b>	<b>602</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	13	1,6	15	6	15	23	2,2	15	2,6	19	33
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]											11
s <sub>rel</sub>	0,024	0,003	0,026	0,009	0,025	0,04	0,004	0,024	0,004	0,028	0,05

Verfahren:

I: ICP OES  
A: F AAS  
P: Photometrie

**Tabelle 36: Analysenergebnisse der Phosphor-Bestimmung**

### P-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

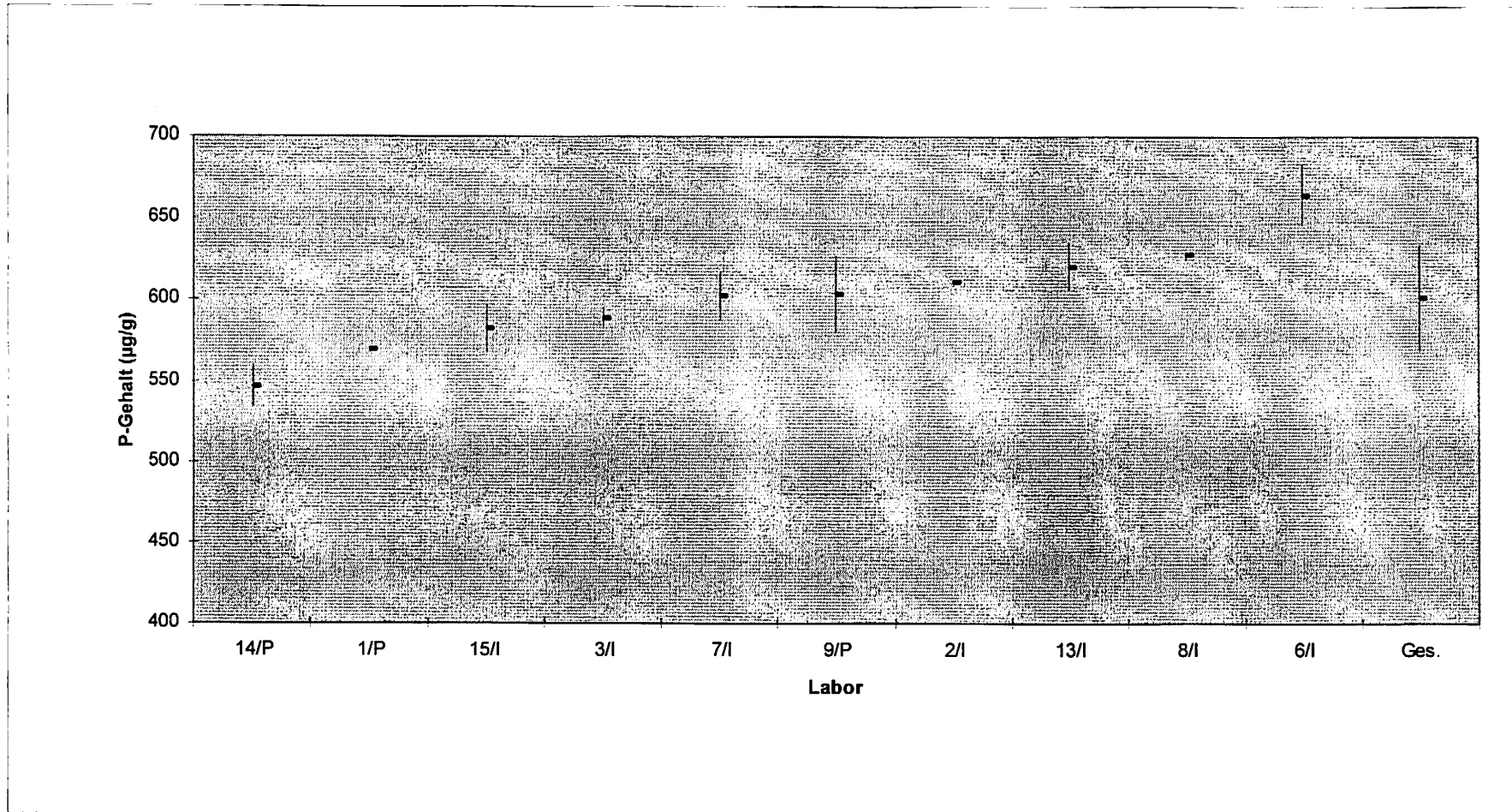


Abbildung 12: Analysenergebnisse der Phosphor-Bestimmung



### Sb-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	12/I	9/A	3/A	6/ET	8/I	2/I*	2/I**	1/PAA	1/NAA	1/P	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	80,1	83	82	86,0	87,4	87,53	91,05	88,0	88,77	89,2	N 10
	80,0	84	83	81,8	84,8	86,29	86,64	91,8	91,09	89,4	
	77,9	81	82	79,5	85,5	88,06	88,70	87,2	89,91	89,7	
	78,8	82	82	83,3	86,6	87,48	88,59	89,0	89,92	90,1	
	78,3	84	85	87,5	85,3	87,44	87,47	88,1	89,06	91,2	
		85	87	86,7	86,5	88,73	86,73	88,6	91,58	90,9	
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>79,0</b>	<b>83,2</b>	<b>83,5</b>	<b>84</b>	<b>86,0</b>	<b>87,6</b>	<b>88,2</b>	<b>88,8</b>	<b>90,1</b>	<b>90,1</b>	<b>86</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	1,0	1,5	2,1	3	1,0	0,8	1,7	1,6	1,1	0,8	4
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]											1,5
S <sub>rel</sub>	0,013	0,018	0,025	0,04	0,011	0,009	0,019	0,018	0,012	0,009	0,04

Verfahren:

I: ICP OES

A: F AAS

NAA: Neutronenaktivierungsanalyse

PAA: Photonenaktivierungsanalyse

P: Photometrie

ET: ET AAS

\*gelöst in HCl/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>    \*\*gelöst in HCl/HNO<sub>3</sub>

**Tabelle 38: Analyseergebnisse der Antimon-Bestimmung**

### Sb-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

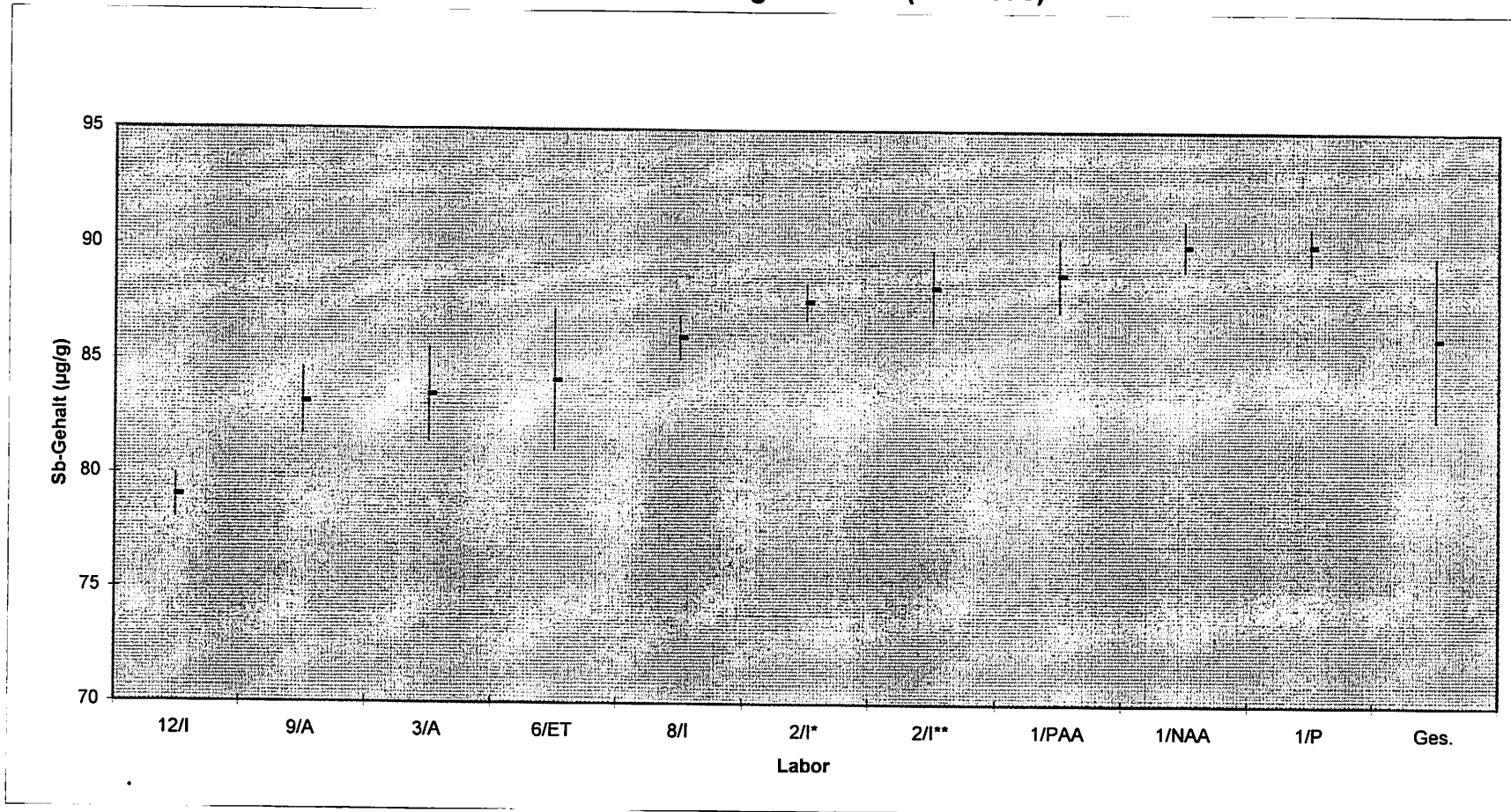


Abbildung 13: Analysenergebnisse der Antimon-Bestimmung

### Te-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	6/E	9/A	2/I	7/I	1/A	3/I	8/A	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	72,4	80	83,2	83,7	84,8	85	86,4	N
	69,7	83	83,5	84,2	84,7	88	90,2	6
	70,2	84	84,2	86,0	85,4	88	87,9	
	70,7	78	83,7	83,1	85,6	85	88,0	
	72,4	81	84,6	85,5	85,1	87	86,1	
	72,6	83	83,7	84,5	85,4	91	87,1	
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>71,3</b>	<b>81,5</b>	<b>83,8</b>	<b>84,5</b>	<b>85,2</b>	<b>87,3</b>	<b>87,6</b>	<b>85,0</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	1,3	2,3	0,5	1,1	0,4	2,3	1,5	2,3
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]								1,3
$s_{\text{rel}}$	0,018	0,028	0,006	0,013	0,004	0,026	0,017	0,027

Verfahren: 71,3 ist ein Ausreißer nach Grubbs (99 %)

I: ICP OES

A: F AAS

E: ET AAS

= nicht berücksichtigt

**Tabelle 39: Analyseergebnisse der Tellur-Bestimmung**

### Te-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

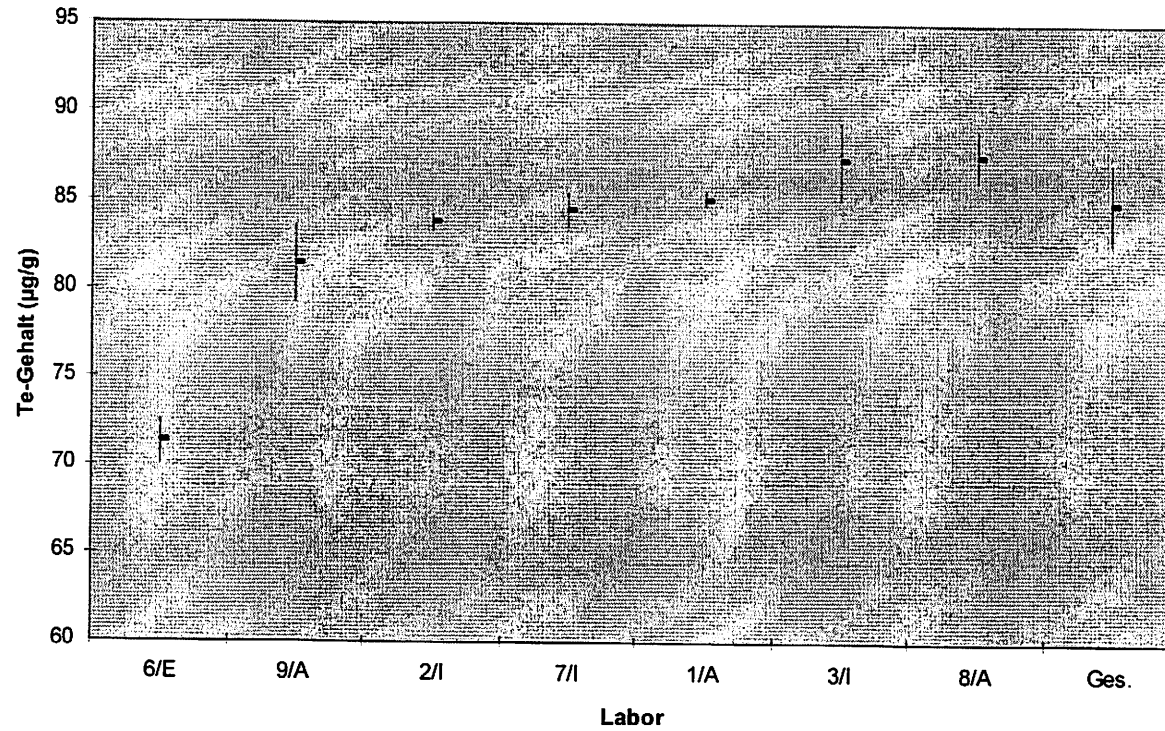


Abbildung 14: Analysenergebnisse der Tellur-Bestimmung

### Mn-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	5/I	11/I	2/I	6/I	3/I	9/A	4/I	1/PAA	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	0,9	0,7	0,78	0,90	2,2	< 1	< 1		N
	0,5	0,6	0,79	0,81	2,3	< 1	< 1		5
	0,6	0,7	0,79	0,89	2,0	< 1	< 1		
	0,6	0,7	0,81		2,3	< 1	< 1		
	0,5	0,7	0,80		1,9	< 1	< 1		
	0,7	0,6	0,77		2,4	< 1	< 1		
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>0,63</b>	<b>0,678</b>	<b>0,79</b>	<b>0,867</b>	<b>2,2</b>	<b>&lt; 1</b>	<b>&lt; 1</b>	<b>&lt; 3</b>	<b>0,7</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	0,15	0,038	0,014	0,049	0,19				0,11
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]									0,06
S <sub>rel</sub>	0,24	0,06	0,018	0,06	0,09				0,14

Verfahren:

2,2 ist ein Ausreißer nach Grubbs (99 %)

I: ICP OES

A: F AAS

PAA: Photonenaktivierungsanalyse

= nicht berücksichtigt

**Tabelle 40: Analysenergebnisse der Mangan-Bestimmung**

### Mn-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

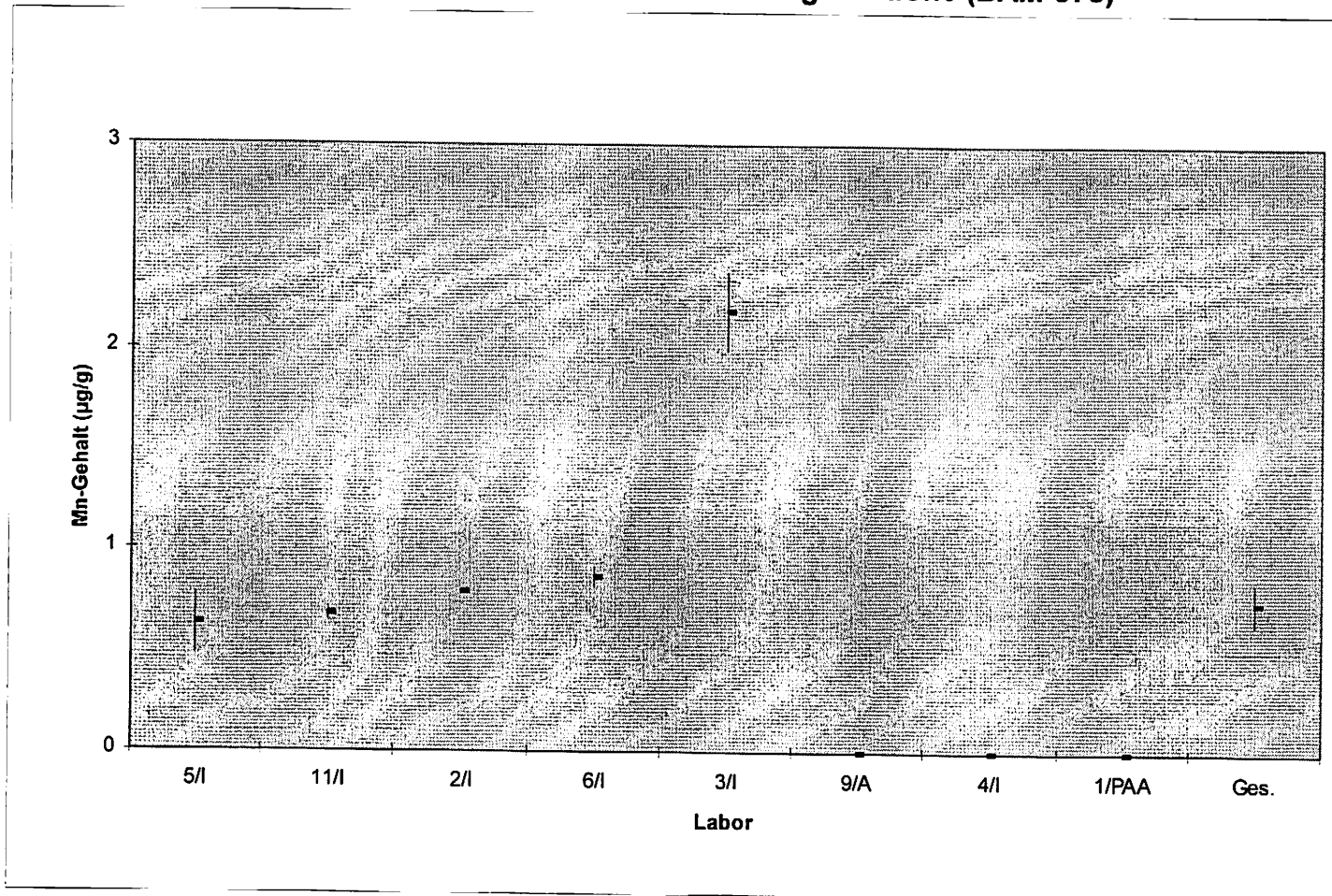


Abbildung 15: Analysenergebnisse der Mangan-Bestimmung

Pb-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	2/I	3/E	9/A	3/A	1/ID	5/I	6/A	1/PAA	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	4,0	3,5	4	4,4	4,826	8,5			N
	3,0	4,2	4	5,0	4,833	7,0			5
	3,0	4,1	5	4,4	4,853	8,0			
	3,1	4,1	4	4,3	4,893	8,2			
	3,5	3,8	5	4,6	4,824	7,5			
	3,7	4,5	4	4,1	4,822	9,5			
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>3,4</b>	<b>4,0</b>	<b>4,3</b>	<b>4,5</b>	<b>4,842</b>	<b>8,1</b>	<b>&lt; 10</b>	<b>&lt; 10</b>	<b>4,9</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	0,4	0,3	0,5	0,3	0,028	0,9			1,7
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]									0,4
$s_{\text{rel}}$	0,12	0,09	0,12	0,07	0,006	0,11			0,3

Verfahren:

I: ICP OES

8,12 ist ein 99% Ausreißer (Grubbs)

A: F AAS

ID: IDMS

E: ET AAS

= nicht berücksichtigt

Tabelle 41: Analyseergebnisse der Blei-Bestimmung

### Pb-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

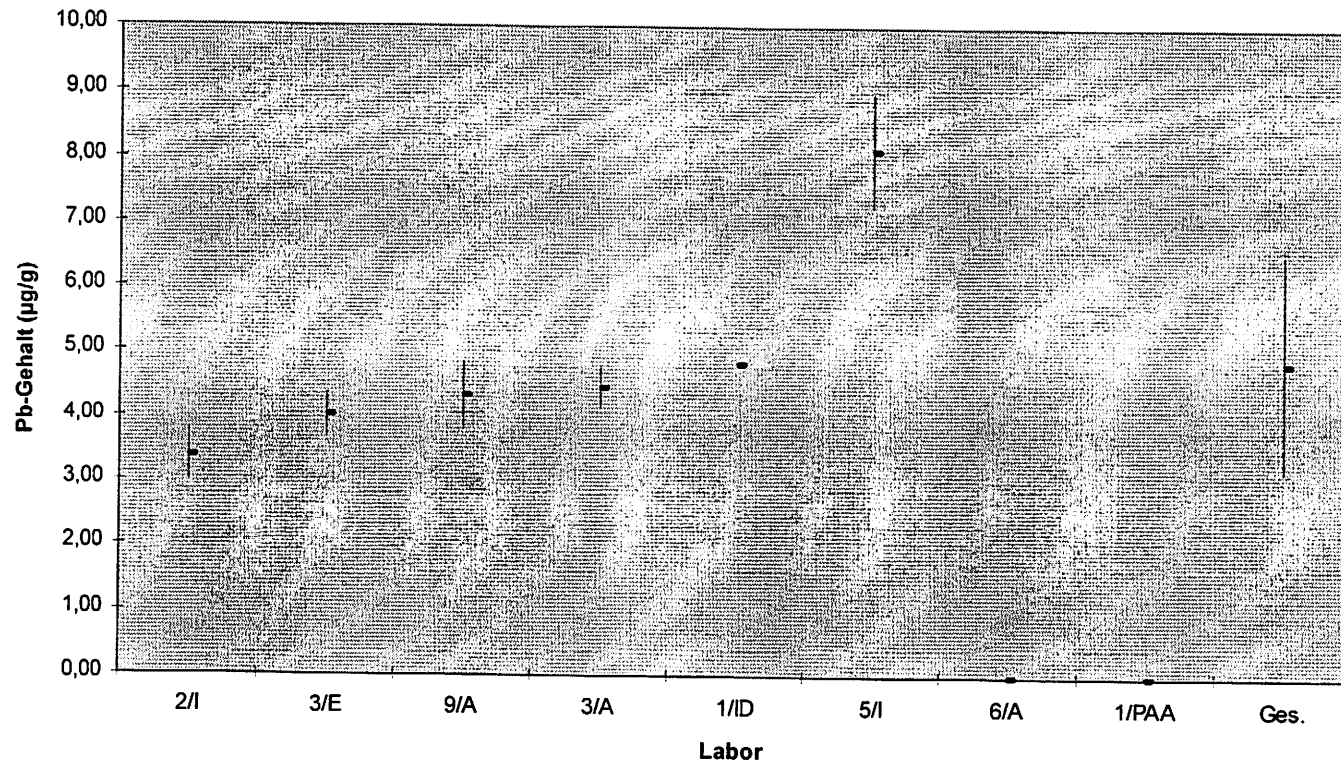


Abbildung 16: Analysenergebnisse der Blei-Bestimmung



### S-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	5/IR	1/P	6/T	8/IR	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	< 5	8,9	8,9	8,7	N
	< 5	8,8	9,2	10,2	3
	< 5	9,1	8,3	9,2	
	< 5	8,2	9,5	9,9	
	< 5	8,8	9,3	10,1	
	< 5	8,5	9,6	8,9	
			8,1		
			[7,3]		
		9,3			
		8,5			
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>&lt; 5</b>	<b>8,6</b>	<b>9,1</b>	<b>9,5</b>	<b>9,32</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]		0,4	0,5	0,6	0,26
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]					0,56
S <sub>rel</sub>		0,04	0,05	0,07	0,028

Verfahren:

IR           Verbrennungsanalyse, IR-Detektion

P:           Photometrie

T:           Mikrotitration

= nicht berücksichtigt

**Tabelle 42: Analysenergebnisse der Schwefel-Bestimmung**

### S-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

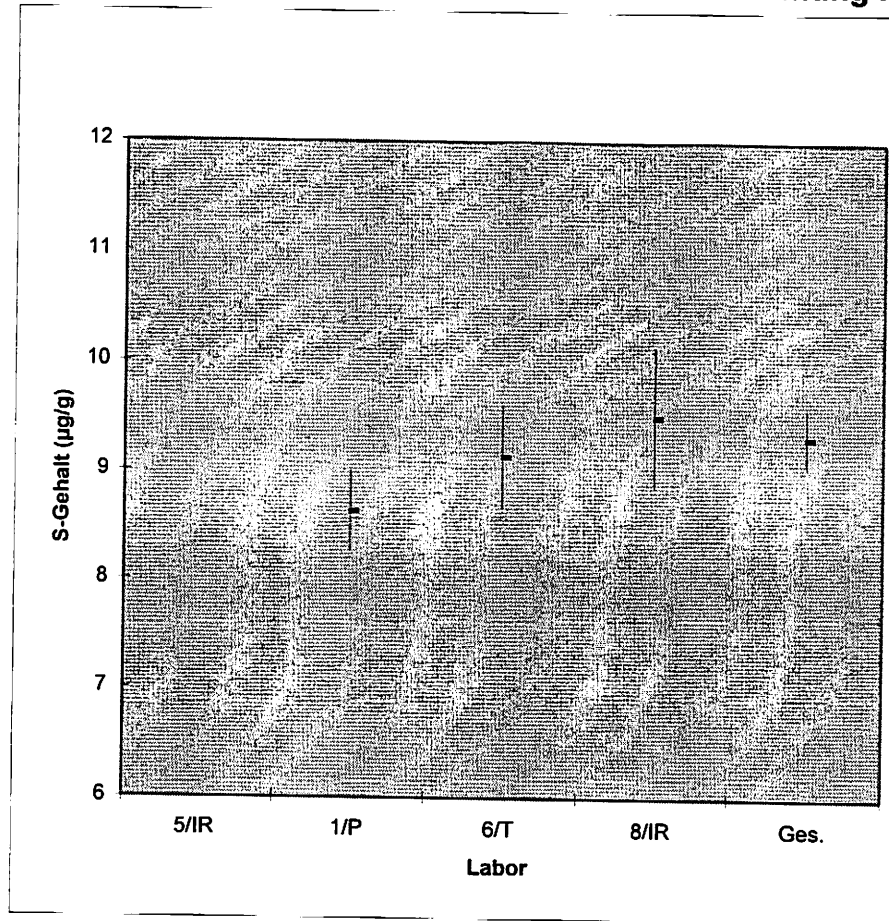


Abbildung 17: Analysenergebnisse der Schwefel-Bestimmung

### Ti-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	6/I	3/I	2/I	8/I	1/PAA	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	24,8	28,7	28,4	32,5	31,8	N
	26,2	27,9	28,1	28,7	26,5	5
	28,9	26,3	28,4	31,5	36,2	
	26,4	27,1	28,6	33,3	40,1	
	26,6	27,5	28,5	25,8	38,0	
	27,0	27,6	28,1	34,4	29,0	
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>26,7</b>	<b>27,5</b>	<b>28,35</b>	<b>31</b>	<b>34</b>	<b>29,4</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	1,3	0,8	0,21	3	5	2,9
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]						2,2
$s_{\text{rel}}$	0,05	0,029	0,007	0,10	0,16	0,10

Verfahren:

I: ICP OES

PAA: Photonenaktivierung

**Tabelle 43: Analysenergebnisse der Titan-Bestimmung**

### Ti-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

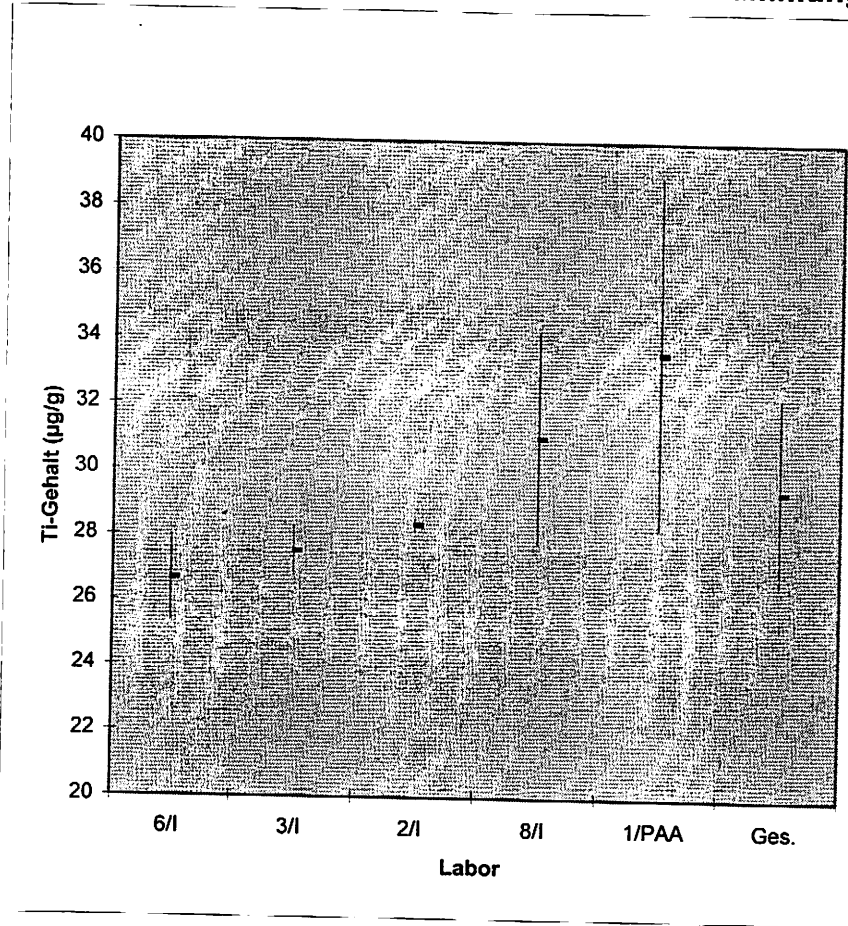


Abbildung 18: Analysenergebnisse der Titan-Bestimmung

**Zn-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)**

Lab./Verf.	2/I	3/A	2/A	1/A	7/I	1/ID	1/NAA	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	6,0	7,1	8,1	7,5	7,2	6,86	7,7	N
	5,9	6,3	7,2	7,6	7,2	8,50	8,9	7
	6,0	6,7	6,7	7,3	6,8	7,67	11,3	
	6,5	6,6	6,5	7,4	9,0	7,59	6,3	
	6,1	6,4	6,8	7,1	6,9	6,94	9,3	
	6,1	6,7	6,6	7,4	7,4	7,61	12,8	
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>6,10</b>	<b>6,63</b>	<b>7,0</b>	<b>7,38</b>	<b>7,4</b>	<b>7,5</b>	<b>9,4</b>	<b>7,3</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	0,21	0,28	0,6	0,17	0,8	0,6	2,4	1,0
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]								0,7
$S_{\text{rel}}$	0,03	0,04	0,09	0,023	0,11	0,08	0,25	0,14

Verfahren:

I: ICP OES  
 ID: IDMS  
 NAA: Neutronenaktivierungsanalyse  
 A: F AAS

**Tabelle 44: Analysenergebnisse der Zink-Bestimmung**

### Zn-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

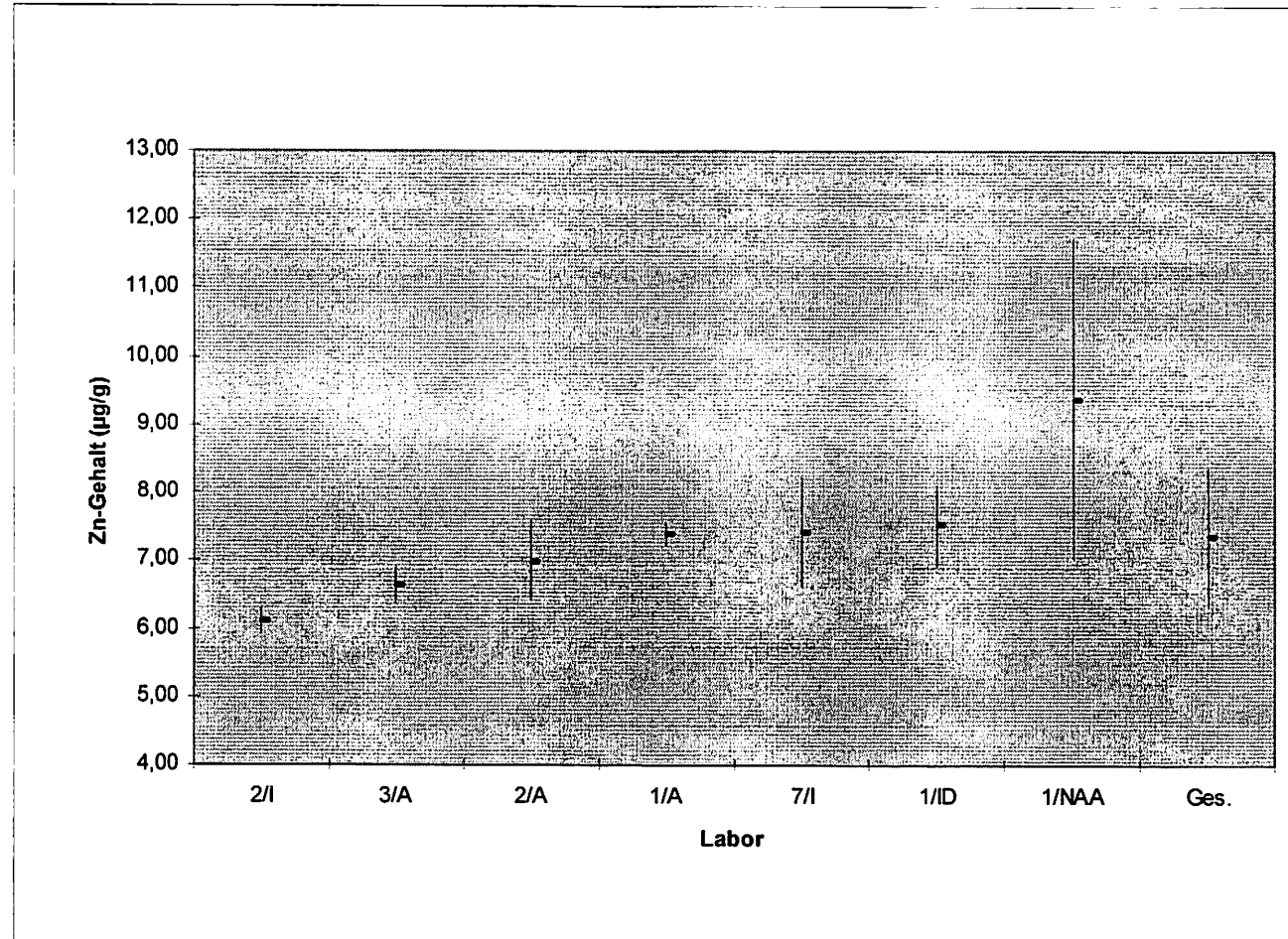


Abbildung 19: Analysenergebnisse der Zink-Bestimmung

### Zr-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

Lab./Verf.	3/I	2/I	1/PAA	6/I	1/P	Ges.
EW[ $\mu\text{g/g}$ ]	1,1	1,4	2,1	1,1	1,6	N
	1,2	1,5	1,9	1,5	2,0	4
	1,4	1,7	1,4	1,9	1,5	
	1,2	1,5	1,8	1,8	1,8	
	1,3	1,8	1,2	1,9	1,5	
	1,3	1,8	1,7	1,9	1,9	
<b>MW [<math>\mu\text{g/g}</math>]</b>	<b>1,25</b>	<b>1,62</b>	<b>1,7</b>	<b>1,7</b>	<b>1,72</b>	<b>1,68</b>
s[ $\mu\text{g/g}$ ]	0,10	0,17	0,3	0,3	0,21	0,04
$\bar{s}$ [ $\mu\text{g/g}$ ]						0,26
s <sub>rel</sub>	0,08	0,11	0,20	0,19	0,12	0,03

Verfahren:

1,25 ist 99%-Ausreißer (Grubbs)

I: ICP OES

A: F AAS

P: Photometrie

 = nicht berücksichtigt

Tabelle 45: Analysenergebnisse der Zirkon-Bestimmung

### Zr-Bestimmung in CuSn6 (BAM-378)

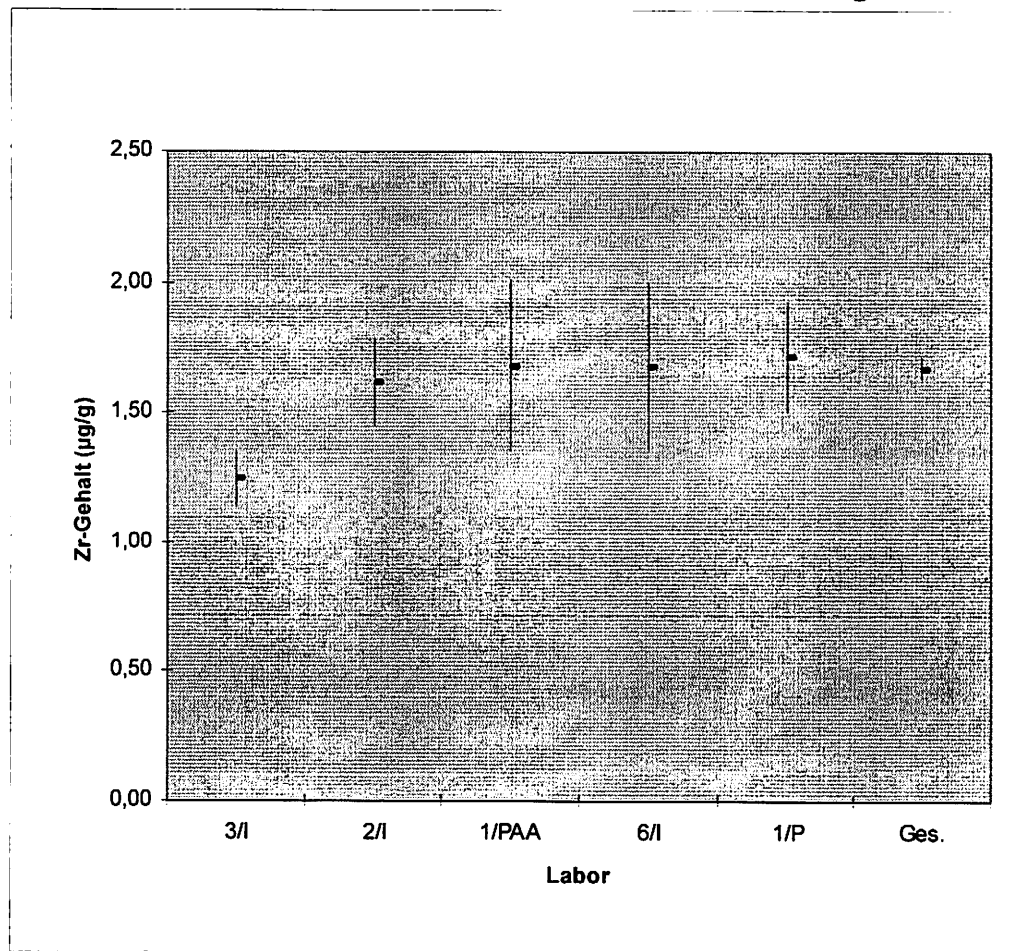


Abbildung 20: Analysenergebnisse der Zirkon-Bestimmung



Tabelle 46: BAM 378, Richtwerte

**Al:**

0,75 µg/g	Lab. 3
< 1	Lab. 6
< 5	Lab. 4
< 10	Lab. 11

⇒ < 1 µg/g

**Si:**

< 10	Lab. 3
< 10	Lab. 6

⇒ < 10 µg/g

**Bi:**

< 1	Lab. 3
< 1	Lab. 9

⇒ < 1 µg/g

**Se:**

1,3 µg/g	Lab. 9
1,8 µg/g	Lab. 2
< 2	Lab. 1a (NAA)
< 20	Lab. 1a (PAA)

⇒ < 2 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. Da es über die Fläche der Probe zu leichten Segregationserscheinungen kommt, sollte beim Abfunken in der Mitte der Proben eine Fläche von ca. 0,5 cm Durchmesser ausgespart werden.

Bei der Verwendung als Spanmaterial für die naßchemische Analyse ist eine Mindestwaage 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] ASTM Designation E 826-90, Standard Practice for Testing Homogeneity of Materials for the Development of Reference Materials

[6] S. Noack, Anleitung zum Programm HOMEX 1.0 für EXEL 5.0, BAM 1994

## 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  
8104 1119

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 1112 oder (030) 8104 1111 eingeholt werden.