

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)

in Zusammenarbeit mit dem Chemikerausschuss der GDMB
Gesellschaft der Metallurgen und Bergleute e.V.

Zertifiziertes Referenzmaterial

BAM-M397a

CuSn4Zn2PS

Zertifizierte Werte

Element	Massenanteil ¹⁾ in %	Unsicherheit ²⁾ in %
Zn	1,87	0,06
Pb	0,227	0,008
Sn	3,98	0,10
Ni	0,337	0,007
Sb	0,097	0,004
S	0,45	0,04

¹⁾ Mittelwerte der akzeptierten Messreihenmittelwerte (gebildet aus mind. 5, im Normalfall 6 Einzelwerten), wobei die Datensätze entweder von unterschiedlichen Laboratorien stammen oder mit unterschiedlichen Methoden ermittelt wurden.

²⁾ Geschätzte erweiterte Unsicherheit U mit einem Erweiterungsfaktor von $k = 2$, entsprechend einem Vertrauensniveau von etwa 95 %, wie im ISO/IEC Guide 98-3: 2008 definiert [Uncertainty of measurement -- Part 3: Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM:1995)].

Dieses Zertifikat ist gültig bis 08/2049.

Informative Werte

Element	Massenanteil ¹⁾ in mg/kg	Unsicherheit ²⁾ in mg/kg
As	2,9	0,2
Se	< 1	---
Te	< 1	---

¹⁾ Mittelwerte der akzeptierten Messreihenmittelwerte (gebildet aus mind. 5, im Normalfall 6 Einzelwerten), wobei die Datensätze entweder von unterschiedlichen Laboratorien stammen oder mit unterschiedlichen Methoden ermittelt wurden. Die Werte wurden nicht zertifiziert, sondern nur zur Information angegeben, da die Unsicherheit aus dem Zertifizierungsringversuch deutlich größer als erwartet war.

²⁾ Geschätzte erweiterte Unsicherheit U mit einem Erweiterungsfaktor von $k = 2$, entsprechend einem Vertrauensniveau von etwa 95 %, wie im ISO/IEC Guide 98-3: 2008 definiert [Uncertainty of measurement -- Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)].

Beschreibung des Materials

Das Referenzmaterial ist erhältlich in Form von Zylindern (ca. 40 mm Durchmesser und ca. 30 mm hoch).

Empfohlener Einsatzbereich

Das Referenzmaterial ist zur Erstellung und Überprüfung von Kalibrationen für die Röntgenfluoreszenz- und Funken-Emissionsspektralanalyse von Proben ähnlicher Zusammensetzung vorgesehen. Die Mindesteinwaage für nasschemische Analysen beträgt 0,2 g.

Handhabung

Die zu analysierende Oberfläche der Probe muss vor der Analyse durch Drehen oder Fräsen vorbehandelt werden. Für nasschemische Analysen müssen Späne von der Probenoberfläche durch Drehen oder Fräsen gewonnen werden.

Transport und Lagerung

Das Material ist in trockener und sauberer Umgebung bei Raumtemperatur zu lagern. Der Transport hat unter normalen Umgebungsbedingungen zu erfolgen.

Mittelwerte der akzeptierten Datensätze

Zertifizierte Werte
Massenanteil in %

Werte zur Information
Massenanteil in mg/kg

Lfd. Nr.	Zn	Pb	Sn	Ni	Sb	S	As	Te	Se
1	1,79	---	3,80	0,320	0,087	0,394	2,82	< 0,10	0,34
2	1,80	0,217	3,88	0,329	0,088	0,404	2,83	0,12	0,49
3	1,81	0,219	3,94	0,330	0,094	0,452	2,85	< 1	< 1
4	1,85	0,223	3,95	0,334	0,096	0,470	3,11	< 10	< 10
5	1,85	0,227	3,97	0,338	0,096	0,479	< 10		
6	1,87	0,227	4,01	0,341	0,097	0,497			
7	1,88	0,231	4,09	0,341	0,097				
8	1,92	0,233	4,16	0,342	0,100				
9	1,93	0,233		0,349	0,101				
10	1,99	0,237		0,352	0,102				
11					0,105				
<i>M</i>	1,87	0,227	3,98	0,337	0,097	0,449	2,87	< 1	< 1
<i>s_M</i>	0,07	0,007	0,12	0,010	0,006	0,042	0,20		
\bar{s}_i	0,02	0,004	0,04	0,003	0,002	0,009	0,29		

Die durch "---" gekennzeichneten Plätze vertreten Messreihenmittelwerte, die nach einem statistischen Test (Nalimov-Test, 95 %) als Ausreißer erkannt und nicht berücksichtigt wurden. Ein Datensatz umfasst die jeweiligen Einzelwerte eines Laboratoriums (mindestens 5, im Normalfall 6 Einzelwerte).

M : Arithmetisches Mittel der Messreihenmittelwerte

s_M : Standardabweichung der Messreihenmittelwerte

\bar{s}_i : Mittel der Messreihenstandardabweichungen unter Wiederholbedingungen (Quadratwurzel der Mittelwerte der Laborvarianzen)

Analysenmethoden

Element	laufende Nummer	Methode
Zn	1, 3, 8, 10	ICP-OES, lösen in HCl/HNO ₃ (3:1)
	2	ICP-OES, lösen in HCl/HNO ₃ /H ₃ BO ₃ /HF
	4	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HCl (3:1)
	5	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HF
	6	ICP-OES, lösen in HCl/H ₂ O ₂
	7	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HF/HCl
	9	FAAS, lösen in HCl/HNO ₃ (2:1)
Pb	2, 8, 9	ICP-OES, lösen in HCl/HNO ₃ (3:1)
	3	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HCl (3:1)
	4	ICP-OES, lösen in HCl/HNO ₃ /H ₃ BO ₃ /HF
	5	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HF/HCl
	6	ICP-OES, lösen in HCl/H ₂ O ₂
	7	FAAS, lösen in HCl/HNO ₃ (2:1)
	10	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HF
Sn	1, 2, 4, 6	ICP-OES, lösen in HCl/HNO ₃ (3:1)
	3	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HF
	5	ICP-OES, lösen in HCl/HNO ₃ /H ₃ BO ₃ /HF
	7	ICP-OES, lösen in HCl/H ₂ O ₂
	8	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HF/HCl
Ni	1	ICP-OES, lösen in HCl/HNO ₃ /H ₃ BO ₃ /HF
	2, 8, 9, 10	ICP-OES, lösen in HCl/HNO ₃ (3:1)
	3	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HF
	4	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HCl (3:1)
	5	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HF/HCl
	6	FAAS, lösen in HCl/HNO ₃ (2:1)
	7	ICP-OES, lösen in HCl/H ₂ O ₂
Sb	1	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HCl (3:1)
	2, 3, 9, 11	ICP-OES, lösen in HCl/HNO ₃ (3:1)
	4	ICP-MS, lösen in HCl/HNO ₃ (3:1)
	5	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HF
	6	ICP-OES, lösen in HCl/HNO ₃ /H ₃ BO ₃ /HF
	7	Photometrie, lösen in HCl/H ₂ O ₂
	8	ICP-OES, lösen in HCl/H ₂ O ₂
10	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HF/HCl	
S	1, 6	ICP-OES, lösen in HCl/HNO ₃ (3:1)
	2	Titration nach Verbrennung
	3	ICP-OES, lösen in HCl/HNO ₃ /H ₃ BO ₃ /HF
	4	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HF/HCl
	5	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HCl (3:1)
As	1, 5	ICP-OES, lösen in HCl/HNO ₃ (3:1)
	2	GD-MS
	3	ETAAS, lösen in HNO ₃
	4	ICP-OES, lösen in HNO ₃ /HCl (3:1)

Element	laufende Nummer	Methode
<i>Te</i>	1	<i>GD-MS</i>
	2, 4	<i>ICP-OES, lösen in HCl/HNO₃ (3:1)</i>
	3	<i>ETAAS, lösen in HNO₃</i>
<i>Se</i>	1	<i>GD-MS</i>
	2, 4	<i>ICP-OES, lösen in HCl/HNO₃ (3:1)</i>
	3	<i>ETAAS, lösen in HNO₃</i>

Abkürzungen: ETAAS – Elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie
 FAAS – Flammenatomabsorptionsspektrometrie
 ICP-OES – Induktiv gekoppeltes Plasma – optische Emissionsspektrometrie
 ICP-MS – Induktiv gekoppeltes Plasma – Massenspektrometrie
 GD-MS – Glimmentladungs-Massenspektrometrie

Metrologische Rückführung

Die Analysenwerte sind rückgeführt auf das SI (Système International d'Unités) über die Kalibrierung mit reinen Metallen oder Substanzen mit bekannter Stöchiometrie oder mit kontrollierten kommerziellen Elementstandards.

Beteiligte Laboratorien

Allgemeine Gold- und Silberscheideanstalt AG, Pforzheim, Deutschland
 Aurubis AG, Hamburg, Deutschland
 Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin, Deutschland
 Diehl Metall Stiftung & Co KG, Röthenbach, Deutschland
 Institut für Materialprüfung Glörfeld GmbH, Willich, Deutschland
 KME Germany GmbH & Co. KG, Osnabrück, Deutschland
 Montanwerke Brixlegg AG, Brixlegg, Österreich
 VDM-Metals GmbH, Werdohl, Deutschland
 Wieland-Werke AG, Vöhringen, Deutschland

Zertifizierungsbericht

Ein ausführlicher Bericht, der die Zertifizierung des Referenzmaterials BAM-M397a beschreibt, ist auf Anfrage erhältlich oder kann auf der BAM-Webseite heruntergeladen werden (www.bam.de).

Akzeptiert als BAM-Referenzmaterial am
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)



Dr. S. Richter
Zertifizierungskomitee

Dr. S. Recknagel
Projektkoordinator

Die BAM ist eine durch die DAkkS nach ISO 17034 akkreditierte Referenzmaterialherstellerin.
Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-RM-11075-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.
Die DAkkS ist Unterzeichnerin der Multilateralen Abkommen von EA, ILAC und IAF zur gegenseitigen Anerkennung.



Verkauf dieses Referenzmaterials:

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
Richard-Willstätter-Straße 11, 12489 Berlin

Telefon: +49 30 8104 2061
Fax: +49 30 8104 72061

Email: sales.crm@bam.de
Internet: www.webshop.bam.de