

## Reinststoffanalytik und Reinheitscharakterisierung

### Schlagwörter

Reinheitsbestimmung, Reinstmetalle, Reinststoffe, Hauptkomponente, metrologische Rückführung

### Prüfgrößen und -objekte

Massenanteil der Hauptkomponente in

- a) Reinstmetallen wie Kupfer, Eisen, Blei, Zinn, Silizium, Gallium, Wolfram und Bismut
- b) Reinststoffen (definierte anorganische Verbindungen) wie Natriumchlorid und Kaliumchlorid

### Prüfbereich

a) 0,99 kg/kg bis 0,999999 kg/kg

b) 0,1 kg/kg bis 0,9 kg/kg

### Ergebnisunsicherheit

von 0,0005 kg/kg bis 0,000001 kg/kg

von 0,001 kg/kg bis 0,000005 kg/kg

### Einsatzgebiete

Zertifizierung von Reinststoffen, insbesondere von primären Kalibriersubstanzen als nationale Normale der Elementanalytik, und von primären Backspikes für die Isotopenverdünnungs-Massenspektrometrie (IDMS).

### Prüfmethodik und Gerätetechnik

Bestimmung aller relevanten (ca. 75) Spurengehalte, die zur Summe der Verunreinigungen maßgeblich beitragen, mit Hilfe spurenanalytischer Methoden der Atomspektrometrie:

Hochauflösende ICP Massenspektrometrie (HR ICP-MS)

Atomabsorptionsspektrometrie mit elektrothermischer Verdampfung (ET AAS)

Glimmentladungs-Massenspektrometrie (GDMS)

Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES) und mit der

Trägergas-Heißextraktion/Verbrennungsmethode mit verschiedenen Detektionsmethoden.

Ermittlung des Massenanteils der Hauptkomponente durch Subtraktion der Summe der Massenanteile aller relevanten Elementspuren von 1 kg/kg. Hierbei werden auch als unterhalb der Bestimmungsgrenze ermittelte Gehalte rechnerisch berücksichtigt.

### Qualifikation und Qualitätssicherung

Charakterisierung des Gehaltes der Hauptkomponente von Reinststoffen mit einer durch Direktbestimmung unerreicht hohen Genauigkeit. Die mit diesem "Differenzverfahren" charakterisierten Reinststoffe können als primäre Substanzen für die Herstellung primärer Kalibrierlösungen verwendet werden.

Dadurch ist die metrologische Rückführung auf die SI-Einheit bei allen kalibrierbedürftigen Analyseverfahren der Elementanalytik auf höchstem metrologischen Niveau möglich.

### Ansprechpartner

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Dr. Silke Richter, Telefon +49 30 8104 5477, Fax +49 30 8104 75477

Dr. Heinrich Kipphardt, Telefon +49 30 8104 1116, Fax +49 30 8104 71116

[Fachbereich 1.1 Anorganische Spurenanalytik](#)

[Referenzverfahren auf www.rrr.bam.de](http://www.rrr.bam.de)

### Ergänzende Angaben

Der Einsatz des kombinierten Referenzverfahrens wird am Beispiel der Reinheitscharakterisierung eines Reinstkupfermaterials erklärt. In der Abbildung 1 sind die unter Einsatz verschiedener Analysenverfahren ermittelten Massenanteile der Elementspuren in Reinstkupfer dargestellt. Als nicht relevant wird hier die Bestimmung der radioaktiven Elemente angesehen. Für alle übrigen Elemente liegen Angaben vor, entweder oberhalb der Bestimmungsgrenze oder unterhalb eines Grenzwertes, der größer oder gleich der Bestimmungsgrenze ist.

	oberhalb der Bestimmungsgrenze		Bestimmung nicht relevant
	unterhalb eines "Grenzwertes" (LV)		Bestimmung nicht relevant ?

BAM "A- Primary- Cu 1"																							
H																			He				
<2,1																			<0,001				
Li	Be	Alle Massenanteile in mg/kg																B	C	N	O	F	Ne
<0,31	<0,2	Summe "oberhalb" = 22,32 +- 3,84 mg/kg																<3,2	0,04	0,2	1,0	<3	<0,001
Na	Mg	Summe/2 "unterhalb" = 7,88 +- 2,81 mg/kg																Al	Si	P	S	Cl	Ar
0,002	0,004																	<0,30	<0,002	<2,0	5,4	<0,6	<0,001
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr						
<0,002	0,06	<0,06	<0,32	<0,04	0,05	0,01	<0,8	<0,11	1,64	0,057	<0,11	<0,12	0,5	0,22	<0,014	<0,001							
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe						
<0,050	<0,014	<0,030	<0,015	<0,02	<0,06		<0,03	<1,6	<0,014	11,3	<0,015	<0,05	0,14	1,0	<0,22	<0,09	<0,001						
Cs	Ba	La-Lu	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn						
<0,006	<0,017		<0,003	<0,003	<0,12	<0,009	<0,004	<0,007	<0,007	<0,008	<0,03	<0,005	47	0,23									
Fr	Ra	Ac-Lr	Gesamter Spuren-Massenanteil: (0,002232 + 0,000788)% = 0,00302%; Unsicherheit: 0,00048%																				
Zertifizierter Cu-Massenanteil: 99,9970% ±0,0005%			La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu						
			<0,002	<0,006	<0,002	<0,21	<0,007	<0,003	<0,001	<0,001	<0,003	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,002						
			Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr						
				<0,020		<0,001																	

Abbildung 1: Zusammenfassung aller bestimmten Spurengehalte mit Endergebnis für die Hauptkomponente

Die Summe der oberhalb der Bestimmungsgrenzen ermittelten Gehalte wird zum halben Wert der Summe der Grenzwerte addiert. Der sich ergebende gesamte Spuren-Massenanteil wird von 100 % subtrahiert, um den Massenanteil der Hauptkomponente zu erhalten ("Differenzverfahren"). Die Ermittlung der Ergebnisunsicherheit für diesen Wert beruht auf folgendem Ansatz: Die Unsicherheit der Einzelgehalte oberhalb der Bestimmungsgrenzen beträgt 30 % rel., die Unsicherheit der Einzelgehalte, für die ein oberer Grenzwert angegeben wird, beträgt 100 % rel., wobei für diese Einzelgehalte selbst Werte von der halben Größe des jeweiligen Grenzwertes angesetzt werden. Aus den Unsicherheiten der Einzelwerte wird die Gesamtunsicherheit durch quadratische Mittelwertbildung errechnet.

Die Zuverlässigkeit der Methode wird u. a. durch Vergleichsmessungen der beteiligten Spurenmethoden für die Gehalte oberhalb der Bestimmungsgrenzen demonstriert. Hierfür sind die Ergebnisse in der Abbildung 2 dargestellt.

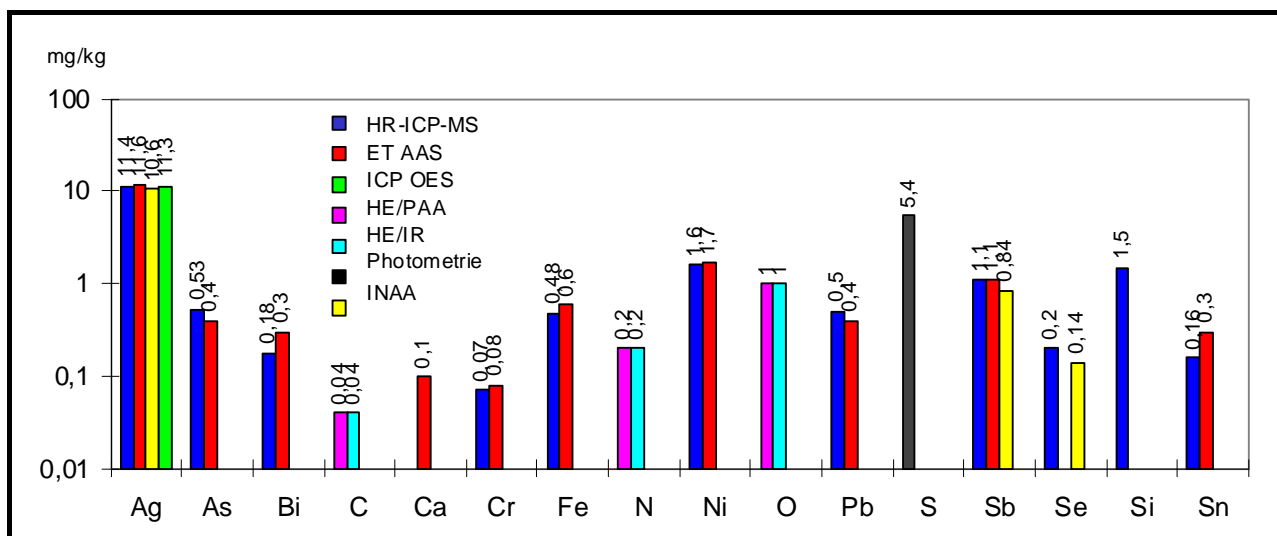


Abbildung 2: Bestimmung der Gehalte oberhalb der Bestimmungsgrenzen mit verschiedenen Methoden (HE/PAA, HE/IR als Abkürzung für Trägergasheiextraktions-/Verbrennungsmethode mit Endbestimmung durch Photonenaktivierung bzw. mit "klassischer" Detektion; INAA = instrumentelle Neutronenaktivierungs-Analyse; andere Abkürzungen im Text, S.1)