

Zertifiziertes Referenzmaterial

BAM-M392 Reinkupfer

Zertifizierte Werte

Element	Massenanteil in mg/kg	Unsicherheit* in mg/kg
Fe	0,80	0,17
P	7,0	0,5

* U ist die erweiterte Unsicherheit (Erweiterungsfaktor $k = 2$), ermittelt nach:

$$U = 2 \cdot u_{\text{gesamt}} = 2 \cdot \sqrt{\frac{s_{\text{Ringversuch}}^2}{n} + u_{\text{hom}}^2}$$

$s_{\text{Ringversuch}}$: aus dem Zertifizierungsringversuch berechnete Standardabweichung der n Mittelwerte

u_{hom} : Schätzgröße für den Inhomogenitätsbeitrag

Wert zur Information

Element	Massenanteil in mg/kg
Sn	< 0,1

Beschreibung des Materials

Das zertifizierte Referenzmaterial BAM-M392 ist erhältlich in Form von Zylindern mit 3 cm Höhe und einem Durchmesser von 4 cm.

Empfohlener Einsatzbereich

BAM-M392 ist vorgesehen zur Kalibrierung, Rekalibrierung und Analysenkontrolle für die Röntgenfluoreszenz- und Funkenemissionsspektrometrie. Nach entsprechender Präparation kann es auch zur Kalibrierung, Validierung und Analysenkontrolle nasschemischer Analysenverfahren verwendet werden.

Handhabung

Die zu analysierende Oberfläche der Probe sollte vor der Analyse durch Drehen oder Fräsen vorbehandelt werden (siehe z.B. EN 15079:2007).

Messreihenmittelwerte

Massenanteile in mg/kg

Zertifizierte Werte

Lfd.Nr.	Fe	P
1	0,700	6,353
2	0,788	6,710
3	0,796	6,814
4	0,824	6,963
5	0,877	6,967
6	---	7,263
7		7,350
8		7,413
9		7,577
M :	0,80	7,05
s_M:	0,07	0,39
s_i:	0,03	0,24

Eine Messreihe umfasst die jeweiligen Einzelwerte eines Laboratoriums (mindestens 5 Einzelwerte)

Die durch " --- " gekennzeichneten Plätze vertreten Messreihenmittelwerte, die nach einem statistischen Test als Ausreißer nach Grubbs (95 %) erkannt und nicht berücksichtigt wurden.

Zinn wurde von 3 Laboratorien bestimmt (0,042; 0,066; < 0,25 mg/kg).

Beteiligte Laboratorien

- Aurubis AG, Hamburg
- BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin
 - AG Metallanalytik, anorganische Referenzmaterialien
 - AG Primärkalibriersubstanzen, Elementspurenanalytik
- Dr. J. Hassler, Durach
- Horiba Jobin Yvon, Gelsenkirchen
- KM Europa Metal AG, Osnabrück
- Montanwerke Brixlegg AG, Brixlegg (Österreich)
- Wieland-Werke AG, Ulm

M: Arithmetisches Mittel der Messreihenmittelwerte
 s_M: Standardabweichung der Messreihenmittelwerte
 s_i: Arithmetisches Mittel der Messreihenstandardabweichungen unter Wiederholbedingungen

Analysenmethoden

Element **Lfd. Nr.**

Fe	1	Direkte Feststoff-Plasma-Emissionsspektrometrie mittels elektro-thermischer Verdampfung
	2	Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie
	3	Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
	4	Glimmentladungs-Massenspektrometrie
	5	Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP-OES)
P	1	Glimmentladungs-Massenspektrometrie
	2	Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP-OES)
	3	Direkte Feststoff-Plasma-Emissionsspektrometrie mittels elektro-thermischer Verdampfung
	4, 6, 7, 8	Photometrie als Vanadatmolybdatophosphat nach Extraktion
	5	Photometrie als Molybdänblau nach Extraktion
9	Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma	
Sn	1	Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
	2	Glimmentladungs-Massenspektrometrie
	3	Plasma-Emissionsspektrometrie nach Lanthanfällung

Transport und Lagerung

Die Probe bleibt stabil, solange sie nicht extremer Hitze ausgesetzt wird (z.B. während der Bearbeitung der Oberfläche).

Metrologische Rückführung

Die Charakterisierung des Referenzmaterials erfolgte in einem Ringversuch, wobei jedes Laboratorium geeignete Analyseverfahren seiner Wahl verwendet hat. Diese Verfahren waren analytische Verfahren, die mit Reinsubstanzen kalibriert wurden.

Literatur

Zertifizierungsbericht „Zertifizierung der Massenanteile von Phosphor und Eisen in drei Reinkupferproben“ (S. Recknagel, BAM, Mai 2010)

Der Bericht ist als PDF-Datei von der BAM-Homepage (www.bam.de) über die Links <Referenzmaterialien> und <Zertifikate und Reports> abrufbar.

Leitfaden für die Entwicklung von BAM-Referenzmaterialien (BAM, Juni 2006)
(www.bam.de/de/fachthemen/referenzmaterialien/referenzmaterialien_medien/bam_rm_leitfaden.pdf)

EN 15079:2007 Kupfer und Kupferlegierungen - Analyse durch optische Emissionsspektrometrie mit Funkenanregung (F-OES)

Akzeptiert als BAM-ZRM am 21. April 2010

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Prof. Dr. U. Panne
Leiter der Abteilung I
Analytische Chemie;
Referenzmaterialien

Dr. N. Jakubowski
Leiter der Fachgruppe I.1
Anorganisch-chemische Analytik;
Referenzmaterialien

Verkauf dieses Referenzmaterials:

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Richard-Willstätter-Straße 11, 12489 Berlin

Tel: 030 8104 2061

E-Mail: sales.crm@bam.de

Fax: 030 8104 1117

Internet: www.webshop.bam.de

Certified Reference Material

BAM-M392

Pure copper

Certified Values

Element	Mass Fraction in mg/kg	Uncertainty* in mg/kg
Fe	0.80	0.17
P	7.0	0.5

* U is the expanded uncertainty (coverage factor $k = 2$), calculated according to:

$$U = 2 \cdot u_{\text{total}} = 2 \cdot \sqrt{\frac{s_{\text{Ringversuch}}^2}{n} + u_{\text{hom}}^2}$$

$s_{\text{Ringversuch}}$: standard deviation of n means of data sets

u_{hom} : estimated contribution to the uncertainty caused by possible inhomogeneity

Informative Value

Element	Mass Fraction in mg/kg
Sn	< 0.1

Material Description

The certified reference material BAM-M392 is available in cylindrical form (diameter: 4 cm, height: 3 cm).

Recommended Use

BAM-M392 is intended for calibration, recalibration and checking of X-ray fluorescence and spark emission spectrometers. It can also be used for calibration, validation and quality control of wet chemical methods after adequate sample preparation.

Handling

Before use, the surface of the material should be prepared by milling or turning on a lathe (see e.g. EN 15079:2007).

Means of Accepted Data Sets

Mass fractions in mg/kg

Certified values

Line No.	Fe	P
1	0.700	6.353
2	0.788	6.710
3	0.796	6.814
4	0.824	6.963
5	0.877	6.967
6	---	7.263
7		7.350
8		7.413
9		7.577
M :	0.80	7.05
s_M:	0.07	0.39
\bar{s}_i:	0.03	0.24

A data set consists of at least 5 single values of one laboratory

Where " --- " appears in the table it indicates that an outlying value according to Grubbs (95 %) has been omitted.

3 laboratories determined tin (0.042; 0.066; < 0.25 mg/kg).

Participating Laboratories

- Aurubis AG, Hamburg
- BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin
 - AG Metallanalytik, anorganische Referenzmaterialien
 - AG Primärkalibriersubstanzen, Elementspurenanalytik
- Dr. J. Hassler, Durach
- Horiba Jobin Yvon, Gelsenkirchen
- KM Europa Metal AG, Osnabrück
- Montanwerke Brixlegg AG, Brixlegg (Austria)
- Wieland-Werke AG, Ulm

M: mean of means of data sets

s_M: standard deviation of means of data sets

\bar{s}_i : mean of standard deviations of data sets in case of repeatability

Analytical Methods

Element Line No.

Fe	1	Direct solid sampling - Inductively coupled plasma optical emission spectrometry with electrothermal vaporisation
	2	Graphite furnace-atomic absorption spectrometry
	3	Inductively coupled plasma mass spectrometry
	4	Glow discharge mass spectrometry
	5	Inductively coupled plasma optical emission spectrometry
P	1	Glow discharge mass spectrometry
	2	Inductively coupled plasma optical emission spectrometry
	3	Direct solid sampling - Inductively coupled plasma optical emission spectrometry with electrothermal vaporisation
	4, 6, 7, 8	Spectrophotometry as phosphovanadomolybdate, extraction
	5	Spectrophotometry as molybdenum blue, extraction
	9	Inductively coupled plasma mass spectrometry
Sn	1	<i>Inductively coupled plasma mass spectrometry</i>
	2	<i>Glow discharge mass spectrometry</i>
	3	<i>Inductively coupled plasma optical emission spectrometry after La-precipitation</i>

Transport and Storage

The sample will remain stable provided that it is not subjected to excessive heat (e.g. during preparation of the working surface).

Metrological Traceability

The characterisation of the reference material was carried out in an interlaboratory comparison. Each laboratory used a suitable analytical method by its own choice. These analytical methods were calibrated using pure substances.

Literature

Certification Report „Zertifizierung der Massenanteile von Phosphor und Eisen in drei Reinkupferproben“ (S. Recknagel, BAM, Mai 2010)

A German version of the report is available as PDF-file from BAM-homepage (www.bam.de) via links <Reference Materials> and <Certificates and reports>.

Guidelines for the production of BAM reference materials (BAM, June 2006)

(www.bam.de/en/fachthemen/referenzmaterialien/referenzmaterialien_medien/bam_rm_guidelines.pdf)

EN 15079:2007 Copper and copper alloys - Analysis by spark source optical emission spectrometry (S-OES)

Accepted as BAM-CRM on 21st April 2010

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Prof. Dr. U. Panne
Head of Department I
Analytical Chemistry;
Reference Materials

Dr. N. Jakubowski
Head of Division I.1
Inorganic-chemical Analysis;
Reference Materials

This Reference Material is provided by:

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Richard-Willstätter-Straße 11, 12489 Berlin

Phone: +49 30 8104 2061

Email: sales.crm@bam.de

Fax: +49 30 8104 1117

Internet: www.webshop.bam.de