Zertifiziertes Referenzmaterial

BAM-U112

Kontaminierter Boden

ausverkauft / out of stock

Zertifizierte Werte

Mit Königswasser extrahierbare Massenanteile:
(Extraktion gemäß DIN ISO 11466)

Element	Massenanteil in mg/kg*	Unsicherheit *U* in mg/kg*
As	10,4	0,4
Cd	3,91	0,24
Co	3,58	0,23
Cr	78	5
Cu	74	5
Hg	16,9	1,4
Ni	9,8	0,5
Pb	195	8
V	12,6	0,8
Zn	197	11

* bezogen auf die nach DIN ISO 11465 ermittelte Trockenmasse der Bodenprobe bei 105 °C

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

$$U = k \times u_c = 2 \times \sqrt{u_{char}^2 + u_{\mathrm{hom}}^2}$$

u_c kombinierte Unsicherheit gemäß GUM

u_{char} aus den Ergebnissen der in der BAM durchgeführten Analysen ermittelter Unsicherheitsbeitrag

u_{hom} durch die Inhomogenität der Probe bedingter Unsicherheitsbeitrag

Gültigkeit des Zertifikats: 3 Jahre ab Auslieferung des ZRM

Datum der Auslieferung:

Beschreibung des Materials

Das zertifizierte Referenzmaterial wird als Pulver mit Korngrößen < 125 µm in 100 mL – Braunglasflaschen mit jeweils (52 ± 1) g Inhalt geliefert.

Als Ausgangsmaterial für die Probenpräparation diente ein sandiger Boden von einer Altlastenfläche im Berliner Raum, der zunächst an der Luft bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und dessen Feinbodenanteil (< 2 mm) anschließend mit einer Kugelmühle mit Zirkonoxid-Mahlwerkzeugen bis auf Korngrößen < 125 µm gemahlen wurde.
Homogenisierung und Konfektionierung des Mahlgutes wurden mit Hilfe eines rotierenden Probenteilers nach einem festgelegten Misch- und Teilungsschema durchgeführt.

Mittels halbquantitativer Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) wurden für die Hauptbestandteile der Bodenprobe die folgenden, nicht zertifizierten Gesamtgehalte ermittelt:

Element	Si	Al	Ca	Fe	K
Massenanteil in %	41,1	2,1	1,6	0,9	0,9

Die Massenanteile aller übrigen mit der RFA detektierbaren Elemente lagen unter 0,5%.
Weitere informative Analysenergebnisse sind nachstehend zusammengefasst:

Parameter	Massenanteil in %	Bestimmungsverfahren
Trockensubstanz bei 105 °C	99,5	DIN ISO 11465
Glühverlust bei 550 °C	2,3	DIN 38414-3
organischer Kohlenstoff (TOC)	1,2	DIN ISO 10694
anorganischer Kohlenstoff (TIC)	0,3	DIN ISO 10694

Nach DIN ISO 10390 ermittelte pH-Werte: 8,8 (in Wasser) und 8,5 (in $CaCl_2$-Lösung).

Empfohlener Einsatzbereich

Die Bodenprobe BAM-U112 kann im Rahmen der laborinternen Qualitätssicherung zur Verifizierung (Ermittlung der Richtigkeit und Präzision) der mit bekannten Prüfverfahren erhaltenen Analysenergebnisse sowie zur Validierung modifizierter oder neuer Verfahren eingesetzt werden.
Die zertifizierten Werte gelten für eine Analyseneinwaage von mindestens 500 mg.

Handhabung

Vor Entnahme der Analyseneinwaagen ist die Probenflasche zwecks Rehomogenisierung des Inhalts zu schütteln. Ein längeres Stehenlassen der geöffneten Probenflasche ist im Hinblick auf einen möglichen Eintrag von Verunreinigungen zu vermeiden.

Bei der Durchführung der Extraktion mit Königswasser ist auf eine exakte Einhaltung der in der Norm DIN ISO 11466 angegebenen Vorschrift zu achten.
Die bei den Elementbestimmungen erhaltenen Analysenergebnisse sind auf die Trockenmasse der Bodenprobe zu beziehen (Bestimmung gemäß DIN ISO 11465 unter Verwendung einer separaten Probeneinwaage).

Lagerung

Die Probe ist während der Lagerung fest zu verschließen und bei Temperaturen unter 30 °C aufzubewahren. Die zugesicherte Mindesthaltbarkeit beträgt unter diesen Bedingungen drei Jahre (ab Verkaufsdatum). Damit wird nicht ausgeschlossen, dass das Material auch über einen längeren Zeitraum genutzt werden kann. Eine regelmäßige Kontrolle der Stabilität des ZRM (post-certification monitoring) wird von der BAM im Abstand von zwei Jahren durchgeführt.

Beteiligte Laboratorien

Die Zertifizierung der Bodenprobe BAM-U112 erfolgte auf Grundlage der in vier BAM-Arbeitsgruppen an insgesamt 11 unabhängigen Messplätzen erhaltenen Analysenergebnisse (siehe Tabelle auf Seite 3).

Messreihenmittelwerte der an den Zertifizierungsanalysen beteiligten Arbeitsgruppen

(mit Königswasser gemäß DIN ISO 11466 extrahierbare Massenanteile; Angaben in mg/kg)

Lfd. Nr.	As		Cd		Co		Cr		Cu		Hg		Ni		Pb		V		Zn	
	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM
1	10,21	HG AAS	3,649	F AAS	3,405	ET AAS	69,51	ICP-MS	67,16	ICP-MS	16,13	CV AAS	9,474	F AAS	191,9	ICP OES	11,50	ICP OES	184,4	ICP-MS
2	10,35	ET AAS	3,832	ICP-MS	3,445	ET AAS	77,67	ICP OES	73,14	ET AAS	16,54	ICP OES	9,567	ICP-MS	194,9	F AAS	12,55	ICP OES	189,9	ICP OES
3	10,57	ICP OES	3,947	ICP OES	3,525	ICP OES	77,77	F AAS	74,42	ICP OES	17,18	CV AAS	9,800	ICP OES	196,0	ET AAS	12,62	ET AAS	195,2	F AAS
4	10,57	ICP OES	3,962	ICP OES	3,756	ICP OES	77,97	ET AAS	76,69	ICP OES	17,21	ICP-MS	9,930	ET AAS	196,7	ICP-MS	12,68	ICP OES	195,6	F AAS
5			4,156	ET AAS	3,763	ICP OES	81,52	ICP OES	76,71	F AAS	17,28	ICP OES	10,059	ICP OES	197,2	ICP OES	13,09	ET AAS	197,6	ICP OES
6							82,88	ICP OES									13,19	ICP-MS	220,1	ICP OES
M/M	**10,43**		**3,909**		**3,579**		**77,89**		**73,62**		**16,87**		**9,766**		**195,3**		**12,61**		**197,1**	
s	0,177		0,1863		0,1707		4,656		3,923		0,509		0,2443		2,11		0,601		12,23	

M	Messreihenmittelwert
M/M	arithmetisches Mittel der Messreihenmittelwerte
s	Standardabweichung der Messreihenmittelwerte

AM	eingesetzte Analysenmethode
CV AAS	Kaltdampf-Atomabsorptionsspektrometrie
ET AAS	elektrothermische Atomabsorptionsspektrometrie
F AAS	Flammen-Atomabsorptionsspektrometrie
HG AAS	Hydrid-Atomabsorptionsspektrometrie
ICP-MS	Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
ICP OES	optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

Metrologische Rückführung

Da es sich bei den mit Königswasser extrahierbaren Elementgehalten von Böden um verfahrensdefinierte Parameter handelt, erfolgte die Durchführung der Extraktionen unter strikter Einhaltung des in der DIN ISO 11466 beschriebenen Konventionsverfahrens.
Zur Herstellung der Kalibrierlösungen wurden ausnahmslos Metalle bekannter Reinheit oder kommerziell erhältliche Standardlösungen mit zertifizierten Elementkonzentrationen verwendet. Bei der Analyse der Königswasserextrakte mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES) erfolgte eine Anpassung der Kalibrierlösungen an die Probenlösungen sowohl bzgl. der Konzentrationen an HCl und HNO_3 als auch der Matrixelemente Al, Ca, Fe, K und Mg. Bei Einsatz der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) wurden die Kalibrierlösungen bzgl. der Säuren angepasst bzw. Analysen nach dem Standard-Additionsverfahren durchgeführt.

Literatur

BAM-Zertifizierungsbericht „Bodenprobe BAM-U112“ (H. Scharf, BAM, Oktober 2008)
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/pdf/service/referenzmaterialien/bam_rm_leitfaden.pdf)

ISO Guide 35 (2006): Reference materials – General and statistical principles for certification

DIN ISO 11466 (1997): Bodenbeschaffenheit – Extraktion in Königswasser löslicher Spurenelemente

DIN ISO 11465 (1996): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des Trockenrückstandes und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse. Gravimetrisches Verfahren

Akzeptiert als BAM-ZRM am 10. November 2008

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Prof. Dr. U. Panne
Abteilungsleiter BAM-I
Analytische Chemie;
Referenzmaterialien

Dr. D. Lück
i.V. Fachgruppenleiter BAM-I.1
Anorganisch-chemische Analytik;
Referenzmaterialien

Verkauf dieses Referenzmaterials durch:

BAM Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Richard-Willstätter-Straße 11, 12489 Berlin

Tel.: 030 8104 2061
Fax: 030 8104 1117
E-Mail: sales.crm@bam.de
Internet: www.webshop.bam.de

Certified Reference Material

BAM-U112

Contaminated Soil

ausverkauft / out of stock

Certified Values

Aqua regia extractable mass fractions:
(extraction according to ISO 11466)

Element	Mass fraction in mg/kg*	Uncertainty *U* in mg/kg*
As	10.4	0.4
Cd	3.91	0.24
Co	3.58	0.23
Cr	78	5
Cu	74	5
Hg	16.9	1.4
Ni	9.8	0.5
Pb	195	8
V	12.6	0.8
Zn	197	11

* corrected for dry matter content of the soil sample at 105 °C determined according to ISO 11465

U is the expanded uncertainty (coverage factor *k* = 2), which gives a level of confidence of approximately 95 %. It was calculated according to GUM following the equation:

$$U = k \times u_c = 2 \times \sqrt{u_{char}^2 + u_{\mathrm{hom}}^2}$$

u_c combined uncertainty

u_{char} uncertainty contribution calculated from the results of an in-house certification study

u_{hom} uncertainty contribution calculated from the results of the homogeneity test

This certificate is valid for a period of three years beginning with the dispatch of the reference material from BAM.

Date of Dispatch:

Material Description

The CRM is available as a powder with particle sizes below 125 µm and is supplied in 100 mL brown glass bottles containing (52 ± 1) g.

The starting material was a sandy soil from a contaminated site in the Berlin region. The raw material was dried at ambient air to constant mass and then the fraction passing a 2 mm screen was ground in a ball mill (with grinding bowls and balls made of zirconia) completely to particle sizes below 125 µm. Homogenisation and bottling of the ground material was performed using a spinning riffler.

Determination of main matrix constituents of the bottled reference material performed at BAM by semi-quantitative X-ray fluorescence analysis gave the following non-certified results:

Element	Si	Al	Ca	Fe	K
Mass Fraction in %	41.1	2.1	1.6	0.9	0.9

Further informative analytical results characterising the sample matrix:

Parameter	Mass Fraction in %	Analytical Method
Dry Matter Content at 105 °C	99.5	DIN ISO 11465
Loss on Ignition at 550 °C	2.3	DIN 38414-3
Organic Carbon (TOC)	1.2	DIN ISO 10694
Inorganic Carbon (TIC)	0.3	DIN ISO 10694

pH values in water and $CaCl_2$ solution (according to ISO 10390): 8.8 and 8.5, respectively.

Recommended Use

The material is intended for the verification of analytical results obtained by standardised procedures as well as for the validation of modified or new analytical methods.

The certified values are valid for a minimum sample intake per analysis of at least 500 mg.

Handling

The material should be used as it is from the bottle. However, before taking a sub-sample a re-homogenisation by manual shaking of the closed bottle is strongly recommended. The bottle shall be left unclosed as shortly as possible.

When extracting the sample with aqua regia the analytical protocol prescribed by ISO 11466 must strictly be followed. All analytical results have to be corrected for dry matter content of the material which should be determined according to ISO 11465 using a separate sub-sample.

Storage

The CRM should be stored tightly closed at a temperature below 30 °C in a dust-free and dry environment avoiding any kind of contamination.

Based on many years of experience gained at BAM with reference materials for inorganic soil analysis it can be expected that aqua regia extractable mass fractions of elements will not change under the recommended storage conditions at least within a period of three years. Stability monitoring of the CRM will be performed by BAM at regular intervals.

Participating Laboratories

CRM BAM-U112 was certified on the basis of analytical results obtained in four BAM working groups with eleven independent measuring facilities in total.
All calculations were performed in accordance with ISO Guide 35. Individual data sets were not rejected because none of them could be identified as an outlier by a Grubbs test (with a level of confidence of 99 %). The mean values for the aqua regia extractable mass fractions of the elements under investigation obtained by the working groups participating in the certification campaign as well as the applied analytical methods are given in the table on page 3.

Results of BAM working groups participating in certification analyses of CRM BAM-U112

(with aqua regia according to ISO 11466 extractable mass fractions; values are given in mg/kg)

cont. no.	As		Cd		Co		Cr		Cu		Hg		Ni		Pb		V		Zn	
	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM	M	AM
1	10.21	HG AAS	3.649	F AAS	3.405	ET AAS	69.51	ICP-MS	67.16	ICP-MS	16.13	CV AAS	9.474	F AAS	191.9	ICP OES	11.50	ICP OES	184.4	ICP-MS
2	10.35	ET AAS	3.832	ICP-MS	3.445	ET AAS	77.67	ICP OES	73.14	ET AAS	16.54	ICP OES	9.567	ICP-MS	194.9	F AAS	12.55	ICP OES	189.9	ICP OES
3	10.57	ICP OES	3.947	ICP OES	3.525	ICP OES	77.77	F AAS	74.42	ICP OES	17.18	CV AAS	9.800	ICP OES	196.0	ET AAS	12.62	ET AAS	195.2	F AAS
4	10.57	ICP OES	3.962	ICP OES	3.756	ICP OES	77.97	ET AAS	76.69	ICP OES	17.21	ICP-MS	9.930	ET AAS	196.7	ICP-MS	12.68	ICP OES	195.6	F AAS
5			4.156	ET AAS	3.763	ICP OES	81.52	ICP OES	76.71	F AAS	17.28	ICP OES	10.059	ICP OES	197.2	ICP OES	13.09	ET AAS	197.6	ICP OES
6							82.88	ICP OES									13.19	ICP-MS	220.1	ICP OES
M/M	**10.43**		**3.909**		**3.579**		**77.89**		**73.62**		**16.87**		**9.766**		**195.3**		**12.61**		**197.1**	
s	0.177		0.1863		0.1707		4.656		3.923		0.509		0.2443		2.11		0.601		12.23	

M	individual working group mean
M/M	arithmetic mean of individual working group means
s	standard deviation of individual working group means

AM	used analytical method
CV AAS	cold vapour atomic absorption spectrometry
ET AAS	electrothermal atomic absorption spectrometry
F AAS	flame atomic absorption spectrometry
HG AAS	hydride generation atomic absorption spectrometry
ICP-MS	inductively coupled plasma mass spectrometry
ICP OES	inductively coupled plasma optical emission spectrometry

Metrological Traceability

As aqua regia extractable mass fractions of soils are operationally-defined parameters, extraction of the soil sample was performed strictly following the analytical protocol prescribed by ISO standard 11466. All analyses were carried out with matrix matched calibration solutions prepared either from metals of well-defined purity or from commercial solutions with certified element concentrations.

References

Certification Report „Contaminated Soil BAM-U112“ (H. Scharf, BAM, October 2008)
A German version of the report is available as PDF-file from BAM-homepage (www.bam.de) *via links <Reference Materials> and <Cerificates and reports>.*

Guidelines for the production of BAM reference materials (BAM, June 2006; in German)
(www.bam.de/pdf/service/referenzmaterialien/bam_rm_leitfaden.pdf)

ISO Guide 35 (2006): Reference materials – General and statistical principles for certification

ISO 11466 (1995): Soil quality – Extraction of trace elements soluble in aqua regia

ISO 11465 (1993): Soil quality – Determination of dry matter and water content on a mass basis. Gravimetrc method

ISO Guide 35 (2006): Reference materials – General and statistical principles for certification

Accepted as BAM-CRM on November 10, 2008

BAM Federal Institute for Materials Research and Testing

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

Dr. D. Lück
Acting Head of Division I.1
Inorganic Chemical Analysis;
Reference Materials

This reference material is supplied by:

BAM Federal Institute for Materials Research and Testing

Richard-Willstätter-Str. 11, D - 12489 Berlin, Germany

Phone: +49 30 8104 2061
Fax: +49 30 8104 1117
E-mail: sales.crm@bam.de
Internet: www.webshop.bam.de