ausverkauft / out of stock

BERICHT

zur
Zertifizierung der
Legierungsbestandtteile (Ca, Sn) und
der Verunreinigungen (Al, Ag, Bi, Cu) in
einer Blei-Akku-Legierung
(PbCaSn)

Zertifiziertes Referenzmaterial

BAM-102

Juni 1999

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 Probenpräparation, die Analyse und die Zertifizierung einer Blei-Akku-Legierung (PbCaSn) mit der Bezeichnung BAM-102.
Das zertifizierte Referenzmaterial ist vorgesehen für die Röntgenfluoreszenz- und Emissionsspektralanalyse und ist erhältlich in Form von ca. 3 cm hohen Zylindern mit einem Durchmesser von etwa 5 cm.

Folgende Massenanteile und Unsicherheiten sind zertifiziert:

Element	**Massenanteil** in %	**Unsicherheit*** in %
Ca	0,0705	± 0,0011
Sn	0,895	± 0,011
	in µg/g	in µg/g
Ag	24,8	± 0,7
Al	124	±4
Bi	148	± 5
Cu	10,9	± 0,7

*Vertrauensbereich bei einem Vertrauensniveau von 95%

Details zur Herstellung des Referenzmaterials sowie zur Bestimmung der Homogenität und zu den analytischen Methoden sind im Bericht beschrieben.
Am Zertifizierungs-Ringversuch beteiligten sich 10 Laboratorien.

Inhaltsverzeichnis

		Seite
1	Einleitung	5
1.1	Anwendungsbereiche	5
1.2	Herstellung von Referenzmaterialien	5
2	Beteiligte Laboratorien	5
3	Probenpräparation	6
3.1	Ausgangsmaterial	6
3.2	Referenzmaterial	7
4	Homogenitätsuntersuchungen	7
4.1	Homogenitätsuntersuchung der Fläche	7
4.2	Homogenitätsuntersuchung der Länge	9
4.3	Ergebnisse	10
5	Zertifizierung	10
5.1	Verwendete Abkürzungen	10
5.2	Kurzbeschreibung der Analysenverfahren	10
5.3	Kalibrierung	10
5.4	Analysenergebnisse und statistische Betrachtung	15
6	Hinweise für den Benutzer	28
7	Literatur	28
8	Information und Probenvertrieb	28
9	Anhang	30

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 Interelementeffekte auszuschließen. Für derartige Rekalibrierungen wird die Analysenkontrollprobe BAM - 102 verwendet. Bei dieser Probe handelt es sich um eine Bleilegierung mit den Legierungsnebenbestandteilen Ca und Sn. Ihr Haupteinsatzgebiet liegt in der bleiverarbeitenden Industrie, z.B. bei der Herstellung von Blei-Akkumulatoren.

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 Blei-Basis erfolgt in Zusammenarbeit mit dem Arbeitsausschuss „Blei“ des Chemikerausschusses der GDMB.
Das Material wird in einem geeigneten Industriebetrieb entsprechend den Vorgaben bzgl. des Gehaltes an Legierungsbestandteilen und Verunreinigungen hergestellt. Nach einem Homogenitätstest werden die Massenkonzentrationen 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 Referenzmaterials BAM-102.

2. Beteiligte Laboratorien

Herstellung des Materials:
- BSB Recycling GmbH, Braubach (Herstellung der Legierung als Blockmaterial)
- VAW aluminium AG, Bonn (Strangguß)

Homogenitätstest:
- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin

Homogenitätstest:
- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin

Chemische Analysen zur Zertifizierung:
- „Berzelius“ Stolberg GmbH, Stolberg
- Boliden Bergsöe AB, Landskrona (S)
- Britannia Refined Metals, Bredhurst (UK)
- BSB Recycling GmbH, Braubach
- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) Labor I.11 (Metall analytik), Berlin
- Compagnie Française d'Electro-Chimie, Outarville (F)
- Metaleurop Recherche, Trappes (F)
- Metaleurop Weserblei GmbH, Nordenham
- Muldenhütten Recycling und Umwelttechnik GmbH, Freiberg
- VB Autobatterie GmbH, Hannover
-

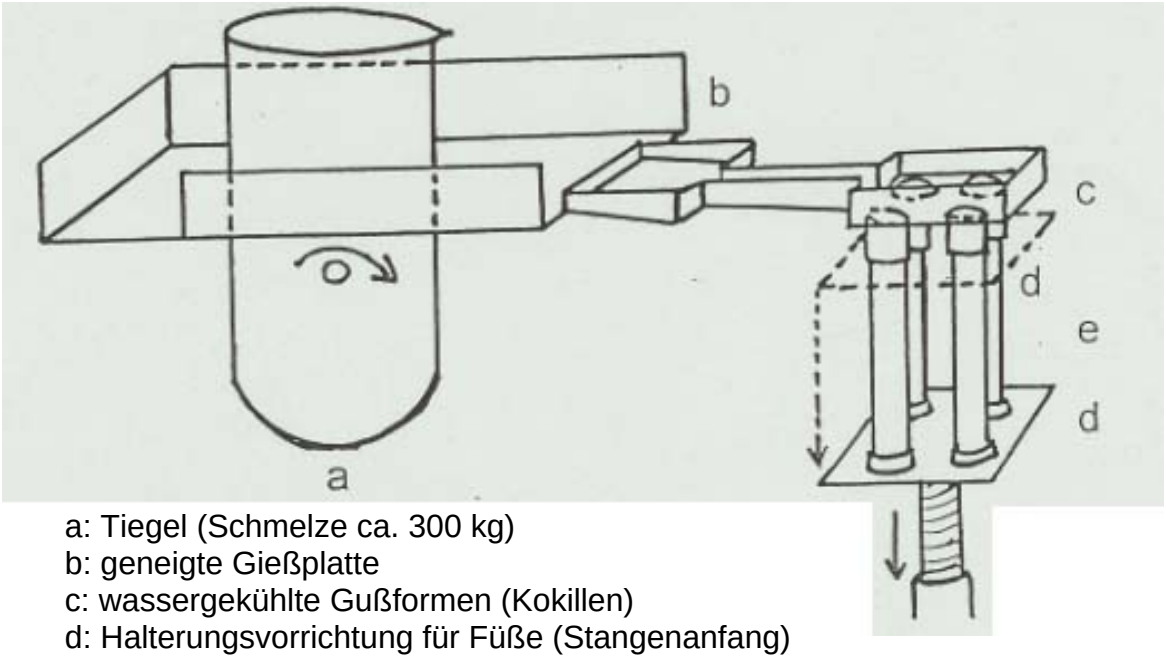
Statistische Auswertung:
- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin

3. Probenpräparation

3.1 Ausgangsmaterial

Als Rohmaterial diente ein industrielles Produkt der BSB Recycling GmbH, Braubach. Dieses lag in Form gegossener Barren vor. Aus einer induktiv beheizten Schmelze dieser Barren von ca. 250 kg wurde von der VAW aluminium AG, Bonn im Stranggußverfahren (Abb. 1) in vier Abgüssen (2 mal 3 Stangen und 2 mal 1 Stange) insgesamt acht Stangen Probematerial hergestellt .

Abbildung 1: Schematische Darstellung einer kontinuierlichen Stranggußanlage



a: Tiegel (Schmelze ca. 300 kg)
b: geneigte Gießplatte
c: wassergekühlte Gußformen (Kokillen)
d: Halterungsvorrichtung für Füße (Stangenanfang)
e: Stranggußzylinder

Die Kenndaten der Materialien sind:

Chargen-Nr.	120
Stangendurchmesser	6 cm
Stangenlänge	ca. 100 cm
Anzahl und	3 x 40154/1 (Stange A, B, C)
Bezeichnung	1 x 40154/2
	3 x 40154/3 (Stange A, B, C)
	1 x 40154/4

3.2 Referenzmaterial

Bei der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung wurden die Stangen nach Entfernen der Gußhaut (ca. 0,5 cm) in Segmente zersägt, deren Schnittflächen plan abgedreht und gestempelt (BAM 102). Die Versandschachteln werden mit fortlaufenden Probennummern gekennzeichnet. Das Referenzmaterial ist erhältlich in Form von ca. 3 cm hohen Zylindern mit einem Durchmesser von etwa 5 cm.

4. Homogenitätsuntersuchungen

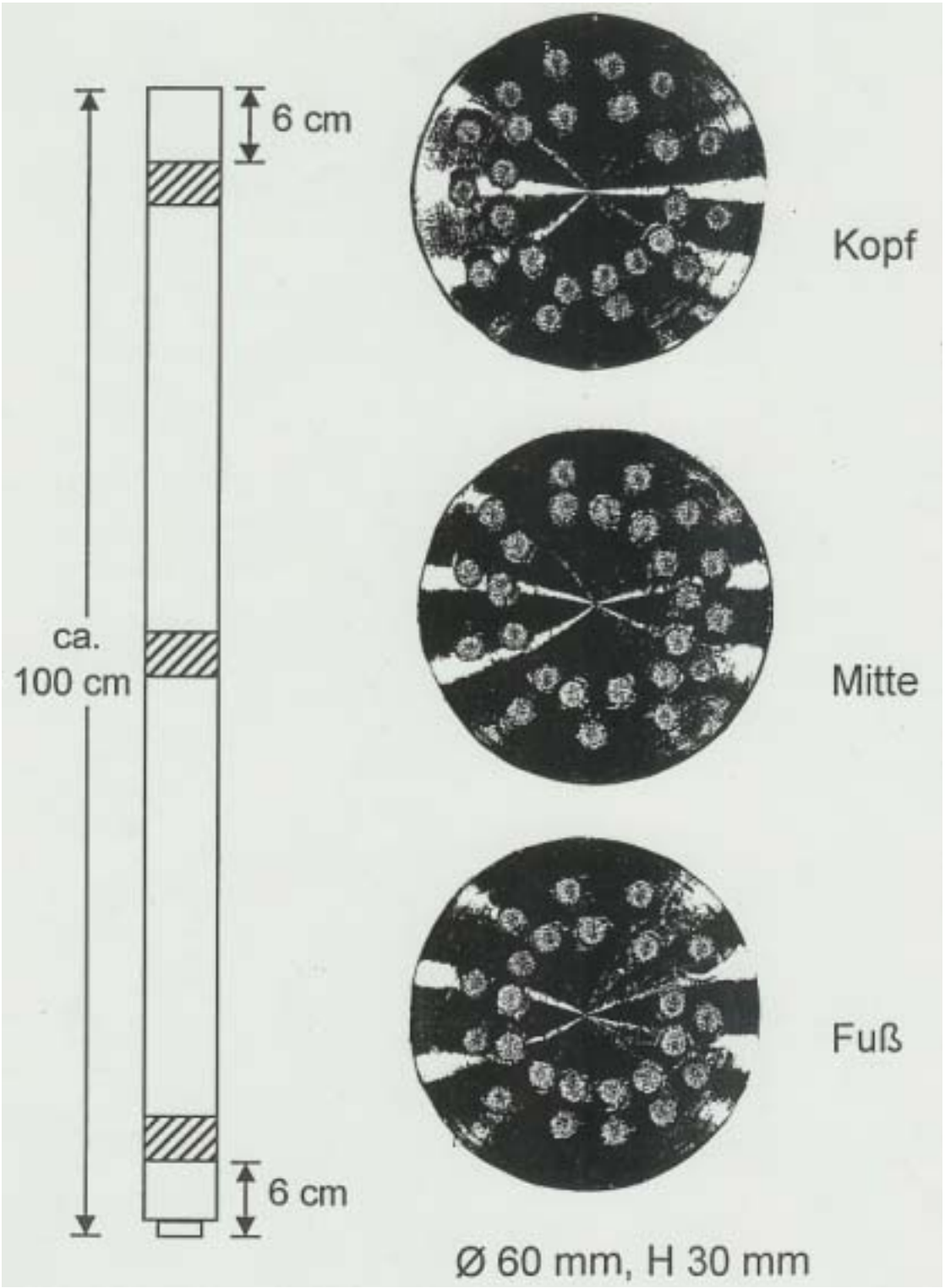
Die Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung führte die Homogenitätsuntersuchungen für das zu zertifizierende Material durch. Für die relevanten Elemente Al, Sn und Ca wurde mit Hilfe der Emissionsspektralanalyse (OES) nach Funkenanregung (Funkenspektrometer OBLF QSL 1500) die Homogenität sowohl über die Fläche als auch über die Länge der Stangen geprüft.
Für die Untersuchungen wurden vom Gießanfang (Fuß) und Gießende (Kopf) einer jeden Stange ca. 6 cm entfernt und verworfen. Vom verbleibenden Material wurde jeweils ein Zylinder von ca. 3 cm Höhe von den Enden (Kopf und Fuß) und zusätzlich aus der Stangenmitte abgetrennt (Abb. 2) und für den Homogenitätstest verwendet. Die Anzahl dieser Probenzylinder entspricht, wie von der ASTM-Norm E 826-90 [5] gefordert, 8% der Gesamtprobenzahl.

4.1 Homogenitätsuntersuchung der Fläche (radial)

Die Homogenität über die Fläche wurde geprüft, indem die Konzentrationen der relevanten Elemente bei sechs ausgewählten Zylindern durch Abfunkungen über einen Außenring (12 Messungen) und einen Mittelring (12 Messungen) ermittelt wurden (Abb. 2). Es wurden dafür Zylinder aus unterschiedlichen Abgüssen ausgewählt.

Die genauen Ergebnisse dieser Untersuchungen sind im Anhang dargestellt.

Abbildung 2: Homogenitätsuntersuchung (Entnahmestellen der Probezylinder und Abfunkflecken)



4.2 Homogenitätsuntersuchung der Länge (axial)

Für den Homogenitätstest über die Länge wurden alle Probezylinder auf die Elemente Al, Bi, Sn und Ca mit der Emissionsspektralanalyse untersucht. Die Messungen erfolgten in sechs Durchgängen mit jeweils zwei bis drei Abfunkungen pro Probe, wobei die Reihenfolge der Proben vor jedem Durchgang willkürlich gewählt wurde.
Die Analysendaten dieser Untersuchung finden sich zusammen mit der Auswertung im Anhang. Die statistische Auswertung erfolgt mit dem in der BAM entwickelten Programm zur Durchführung und Auswertung von Homogenitätsuntersuchungen „HOMEX 1.0 für EXCEL 5.0“ [6].
Hierbei wurde eine Varianzanalyse durchgeführt, mit der festgestellt werden kann, ob innerhalb der Proben und zwischen den Proben signifikante Unterschiede im Hinblick auf den späteren Anwendungsbereich (Funkenemissionsspektrometrie, Röntgenfluoreszenzanalyse) bestehen. Für den Vergleich der Varianzen “innerhalb” und “zwischen” den Proben wurde die Prüfgröße D ($D = s^2_{zwischen} / s^2_{innerhalb}$) gebildet und damit die Homogenitätskennzahl D/F berechnet. F ist dabei der Tabellenwert der F-Verteilung für $f_1 = Z-1$ und $f_2 = N-Z$ Freiheitgrade. Ist $D > F$, so kann auf dem vorgewählten Signifikanzniveau von 1% eine inhomogene Verteilung des entsprechenden Elementes zwischen den Proben angenommen werden. Für $D < F$ kann aus dem vorliegenden Datenmaterial nicht auf eine Inhomogenität geschlossen werden.
Indem man alle Probenmittelwerte gegeneinander prüft, können bei einer festgestellten Inhomogenität mit Hilfe des Scheffe-Testes die Proben ermittelt werden, die zur Inhomogenität des Materials beitragen und das „Inhomogenitätszentrum“ bilden.

Für den Test mußten die Proben mit einem Zahlencode versehen sein. Dieser ergab sich aus den Kenndaten der Probenzylinder wie folgt:

Fuß:	1	1. Abguß	Stange A:	1
Mitte:	2		Stange B:	2
Kopf:	3		Stange C:	3
		2. Abguß:		4
		3. Abguß	Stange A:	5
			Stange B:	6
			Stange C:	7
		4. Abguß:		8

4.3 Ergebnisse

Die Standardabweichungen, die sich bei der Untersuchung der Flächenhomogenität für die einzelnen Meßreihen ergaben, sind für alle Elemente deutlich niedriger als die im Zertifikat angegebenen Werte für die die Standardabweichung der Meßreihenmittelwerte des Zertifizierungsringversuches. Eine eventuelle Flächeninhomogenität hat somit keinen signifikanten Einfluß auf die Unsicherheiten der zertifizierten Werte.

Bei der Untersuchung der Homogenität über die Länge wurde eine Inhomogenität bei den Elementen Ca und Al festgestellt. Mit Hilfe des Scheffe-Testes wurden die

Proben18, 28 und 38 als „Inhomogenitätszentren“ identifiziert. Diese Proben, die die Stange 40154/4 repräsentieren, weisen ca. 2% niedrigere Massenanteile bezüglich dieser Elemente auf als die restlichen Proben. Dieses liegt deutlich über der zu erwartenden Präzision der Verfahren (Funkenemissionsspektrometrie und Röntgenfluoreszenzanalyse) des Anwendungsgebietes des Referenzmaterials. Die Stange 40154/4 wurde für die Zertifizierung nicht weiter berücksichtigt.
In den verbleibenden Proben unterscheidet sich die „Streuung zwischen den Proben“ nicht signifikant von der „Streuung innerhalb der Proben“ bezüglich der Elemente Sn und Al. Eine Inhomogenität ist aus dem vorhandenen Datenmaterial somit nicht nachweisbar. Für Ca und Bi wurde dagegen eine Inhomogenität festgestellt. Der Scheffe-Test ergab hier jedoch keine Aussagen über „Inhomogenitätszentren“. Mit RSD = 0,23% liegen die relativen Standardabweichungen der Mittelwerte für beide Elemente zum einen im Bereich der Standardabweichungen des Flächenhomogenitätstestes und zum anderen im Bereich der zu erwartenden Verfahrensstandardabweichungen. Der festgestellte signifikante Unterschied bei der „Streuung zwischen den Proben“ und der „Streuung innerhalb der Proben ist nicht praxisrelevant, so daß Ca und Bi wie vorgesehen zertifiziert werden und das Material der Stangen 40154/1 bis 40154/3 als Referenzmaterial eingesetzt wird.

5. Zertifizierung

An der chemischen Analyse der Proben beteiligten sich 10 Laboratorien. Es handelte sich dabei in der Regel um Laboratorien der metallverarbeitenden Industrie, die über eine große Erfahrung auf dem Gebiet der Analytik von Blei-Legierungen verfügen.
In den Proben wurden die Massenanteile der Elemente Ca, Sn, Al, Ag, Bi und Cu 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)
AT Atomabsorptionsspektrometrie (F AAS), Pb-Abtrennung als Nitrat
I Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP OES)

5.2 Kurzbeschreibung der Analysenverfahren

Die Analysenverfahren, die die Laboratorien für die Bestimmung eingesetzt haben, sind für die einzelnen Elemente in den Tabellen 1 bis 6 aufgelistet.
Die Tabellen definieren für jede Methode die Abkürzung, die in den Ergebnistabellen (Tabelle 7 bis 12) 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 Feinblei. Verzichtet wurde darauf in einigen Fällen, in denen eine Matrixabtrennung in den Probenlösungen erfolgte.

Ca - Bestimmung

Methode	Labor-Nr.	Einwaage	Methode (Abk.)	Bestimmungsmethode
A	5	2 g	Lösen in HNO_3	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	11	0,2 g	Lösen in Weinsäure-Salpetersäuregemisch	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	12	1 g	Lösen in Gemisch aus Weinsäure, Salpetersäure und Salzsäure, Zusatz von $LaCl_3$	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
AT2	1	1,5 g	Lösen in HNO_3 , Abtrennung des Pb als Nitrat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2 8	2,5 g 2 g	Lösen in HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3 10, 13 7	1 g 2 g	Lösen in Weinsäure-Salpetersäuregemisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 1: Analysenverfahren für die Bestimmung von Calcium

Sn - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	1, 5	2 g	Lösen in HF und HNO_3	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	11	0,5 g	Lösen in Weinsäure-Salpetersäuregemisch	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	12	1 g	Lösen in Gemisch aus Weinsäure, Salpetersäure und Salzsäure,	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	2,5 g	Lösen in HBF_4 und HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3, 10, 13 7,8	1 g 2 g	Lösen in Weinsäure-Salpetersäuregemisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 2: Analysenverfahren für die Bestimmung von Zinn

Al - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	5, 11	2 g	Lösen in HNO_3	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	12	2,5 g	Lösen in Gemisch aus Weinsäure, Salpetersäure und Salzsäure,	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
AT	1	5 g	Lösen in HNO_3 , Abtrennung des Pb als Nitrat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2 7 8	2,5 g 4,5-5 g 2 g	Lösen in HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	3, 10 13	1 g	Lösen in Weinsäure-Salpetersäuregemisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 3: Analysenverfahren für die Bestimmung von Aluminium

Ag - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	11 12	2 g 1 g	Lösen in HNO_3	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
AT	1	5 g	Lösen in HNO_3 , Abtrennung des Pb als Nitrat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	2,5 g	Lösen in HNO_3/HBF_4	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	7	4 -5 g	Lösen in HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	8 10	2 g 1 g	Lösen in Weinsäure-Salpetersäuregemisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 4: Analysenverfahren für die Bestimmung von Silber

Bi - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	11	1 g	Lösen in Weinsäure-Salpetersäuregemisch	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	12	1 g	Lösen in Gemisch aus Weinsäure, Salpetersäure und Salzsäure,	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
AT	1	5 g	Lösen in HNO_3, Abtrennung des Pb als Nitrat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	2,5 g	Lösen in HBF_4 und HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	7 8	1 g 2 g	Lösen in HNO_3 (1:1)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	10	1 g	Weinsäure-Salpetersäuregemisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 5: Analysenverfahren für die Bestimmung von Bismut

Cu - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	11	2 g	Lösen in HNO_3	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	12	1 g	Lösen in Gemisch aus Weinsäure, Salpetersäure und Salzsäure,	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
AT	1	4-5 g	Lösen in HNO_3, Abtrennung des Pb als Nitrat	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2 7 8	2,5 g 4,5-5 g 2 g	Lösen in HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	10	1 g	Weinsäure-Salpetersäuregemisch	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 6: Analysenverfahren für die Bestimmung von Kupfer

5.4 Analysenergebnisse und statistische Betrachtung

Die Ergebnisse des Zertifizierungs-Ringversuches sind in den Tabellen 7 bis 13 aufgelistet. Die Tabellen zeigen neben den Einzelwerten der Laboratorien die jeweiligen Mittelwerte sowie die dazugehörigen Standardabweichungen.
In den Abbildungen 4 bis 9 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 „Blei“ des Chemikerausschusses der GDMB abschließend diskutiert und für die Zertifizierung akzeptiert.
Die zertifizierten Werte sind in Tabelle 14 dargestellt. Es handelt sich dabei um die Mittelwerte der Labormittelwerte.

Tabelle 14: Zertifizierte Werte der Probe AKP BAM - 102

Element	Massenanteil in %	Unsicherheit* in %
Ca	0,0710	± 0,0016
Sn	0,893	± 0,014
	in µg/g	in µg/g
Al	124	± 4
Ag	28,8	± 0,7
Bi	167	± 5
Cu	17,3	± 0,7

*Unsicherheitsbereich bei einem Vertrauensgrad von 95%

Ca-Bestimmung in PbCaSn (BAM 102)

Lab./Verf.	12/A	2/I	13/I	1/A	12/A	3/I	10/I	5/A	7/I	8/I	11/A	Ges.
EW[%]	0,062	0,0698	0,0701	0,0684	0,065	0,070	0,0695	0,071	0,070	0,071	0,075	N
	0,057	0,0706	0,0696	0,0687	0,073	0,071	0,0697	0,071	0,070	0,073	0,074	10
	0,055	0,0682	0,0685	0,0707	0,070	0,069	0,0706	0,071	0,072	0,072	0,074	
	0,053	0,0683	0,0698	0,0683	0,069	0,071	0,0708	0,069	0,071	0,072	0,075	
	0,055	0,0696	0,0682	0,0703	0,070	0,069	0,0709	0,071	0,073	0,071	0,073	
	0,057	0,0688	0,0691	0,0701	0,071	0,071	0,0712	0,070	0,069		0,073	
MW [%]	**0,0565**	**0,0692**	**0,0692**	**0,0694**	**0,0697**	**0,0702**	**0,0705**	**0,0705**	**0,0709**	**0,0718**	**0,0740**	**0,0705**
s[%]	0,0031	0,0009	0,0008	0,0011	0,0027	0,0010	0,0007	0,0008	0,0014	0,0008	0,0009	0,0015
mw(s)												0,0011
VK	0,05	0,01	0,01	0,02	0,04	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01	0,02

= nicht berücksichtigt (95% Grubbs-Ausreißer)

Tabelle 7: Analysenergebnisse der Calcium-Bestimmung

Ca-Bestimmung in PbCaSn (BAM 102)

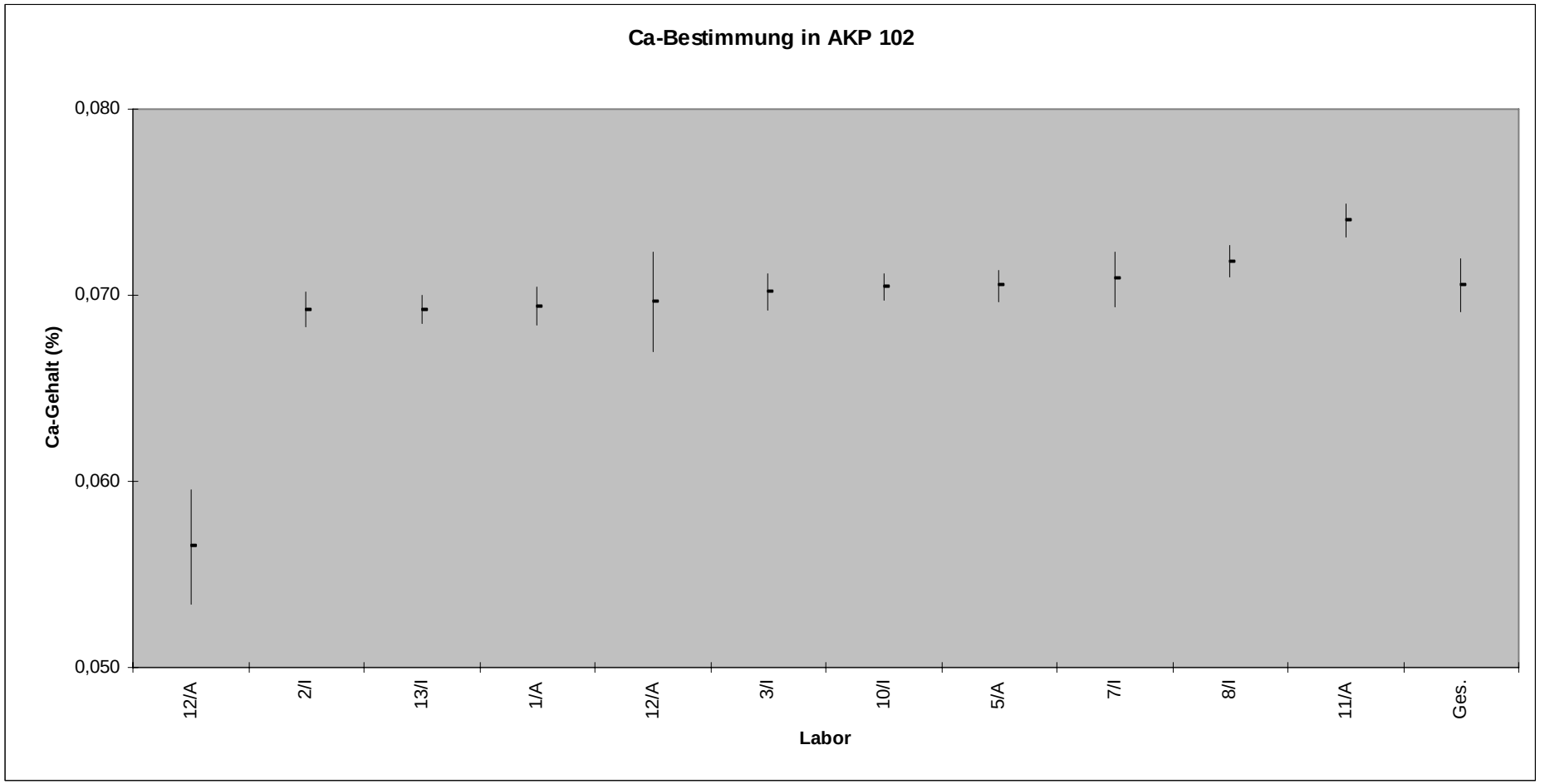


Abbildung 3: Analysenergebnisse der Calcium-Bestimmung

Sn-Bestimmung in PbCaSn (BAM 102)

Lab./Verf.	12/A	12/A	7/I	2/I	5/A	3/I	8/I	1/A	13/I	11/A	10/I	Ges.
EW[%]	0,86	0,86	0,877	0,900	0,886	0,895	0,894	0,904	0,9192	0,907	0,920	N
	0,88	0,88	0,871	0,889	0,888	0,897	0,895	0,899	0,9072	0,919	0,924	11
	0,86	0,88	0,887	0,890	0,902	0,893	0,897	0,915	0,9063	0,921	0,931	
	0,86	0,86	0,878	0,886	0,892	0,893	0,895	0,929	0,9188	0,916	0,923	
	0,86	0,86	0,888	0,897	0,895	0,895	0,897	0,885	0,9098	0,919	0,923	
	0,88	0,88	0,901	0,887	0,897	0,892		0,875	0,9062	0,908	0,915	
MW [%]	**0,8667**	**0,8700**	**0,8836**	**0,8915**	**0,8933**	**0,8942**	**0,8956**	**0,9012**	**0,9113**	**0,9150**	**0,9227**	**0,8950**
s[%]	0,0103	0,0110	0,0107	0,0057	0,0059	0,0018	0,0013	0,0197	0,0061	0,0060	0,0053	0,0174
mw(s)												0,0076
VK	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,00	0,00	0,02	0,01	0,01	0,01	0,02

Tabelle 8: Analysenergebnisse der Zinn-Bestimmung

Sn-Bestimmung in PbCaSn (BAM 102)

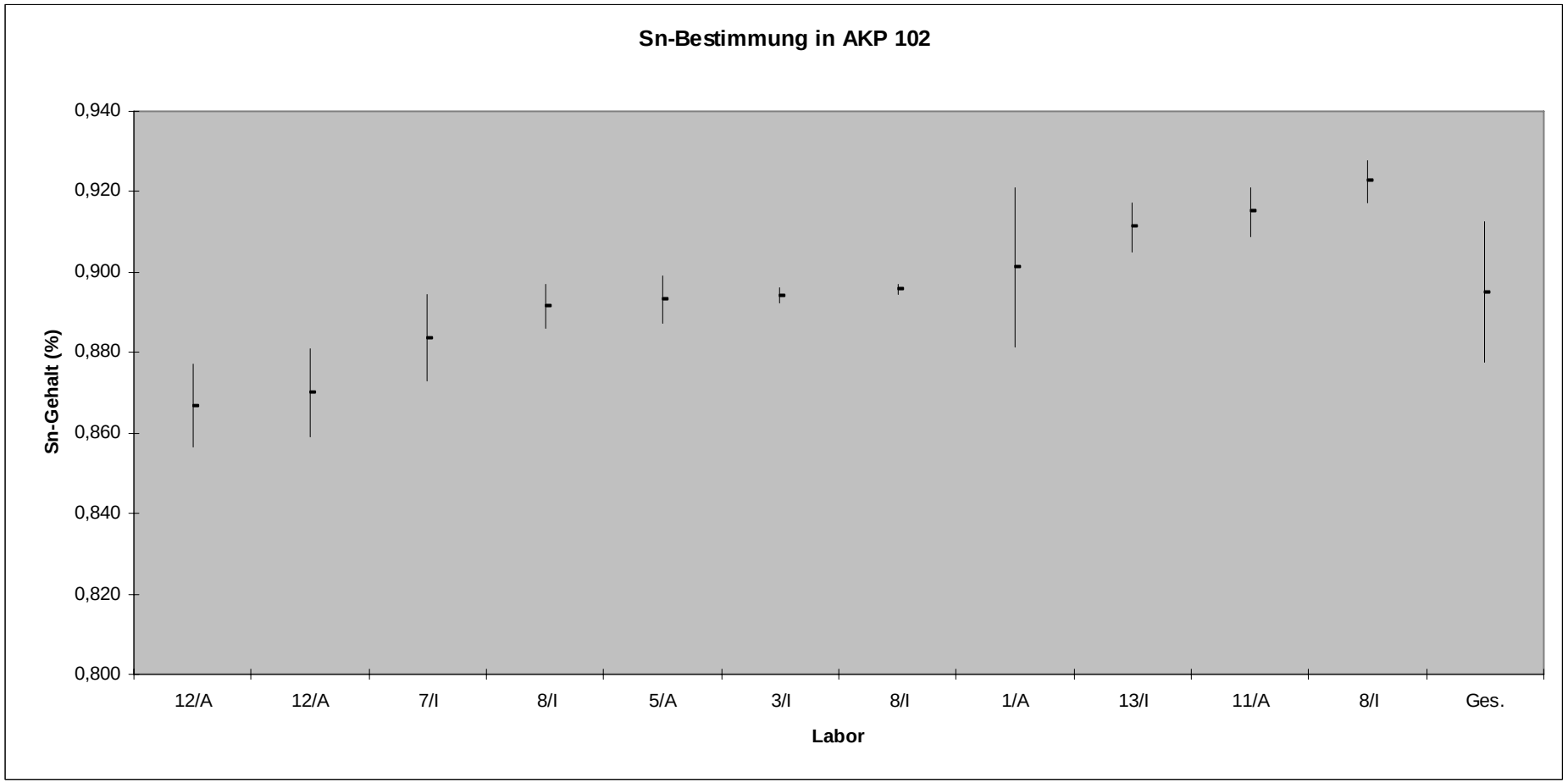


Abbildung 4: Analysenergebnisse der Zinn-Bestimmung

Al-Bestimmung in PbCaSn (BAM 102)

Lab./Verf.	5/A	3/I	7/I	1/AT	13/I	2/I	8/I	12/A	12/A	11/A	10/I	Ges.
EW[%]	0,011	0,0113	0,0121	0,0122	0,0123	0,0124	0,0124	0,0130	0,0128	0,012	0,0138	N
	0,011	0,0114	0,0119	0,0108	0,0122	0,0122	0,0125	0,0130	0,0131	0,014	0,0141	10
	0,011	0,0115	0,0119	0,0126	0,0122	0,0121	0,0126	0,0130	0,0135	0,013	0,0146	
	0,012	0,0113	0,0120	0,0129	0,0124	0,0123	0,0125	0,0125	0,0129	0,013	0,0147	
	0,011	0,0114	0,0123	0,0120	0,0121	0,0120	0,0127	0,0125	0,0126	0,013	0,0147	
	0,012	0,0114	0,0121	[0,0188]	0,0120	0,0123		0,0130	0,0125	0,014	0,0150	
MW [%]	**0,0113**	**0,0114**	**0,0121**	**0,0121**	**0,0122**	**0,0122**	**0,0125**	**0,0128**	**0,0129**	**0,0132**	**0,0145**	**0,0124**
s[%]	0,00052	0,00008	0,00015	0,00081	0,00014	0,00015	0,00011	0,00026	0,00036	0,00075	0,00044	0,00054
mw(s)												0,0003
VK	0,05	0,01	0,01	0,07	0,01	0,01	0,01	0,02	0,03	0,06	0,03	0,04

= nicht berücksichtigt (95% Grubbs-Ausreißer)

Tabelle 9: Analysenergebnisse der Aluminium-Bestimmung

Al-Bestimmung in PbCaSn (BAM 102)

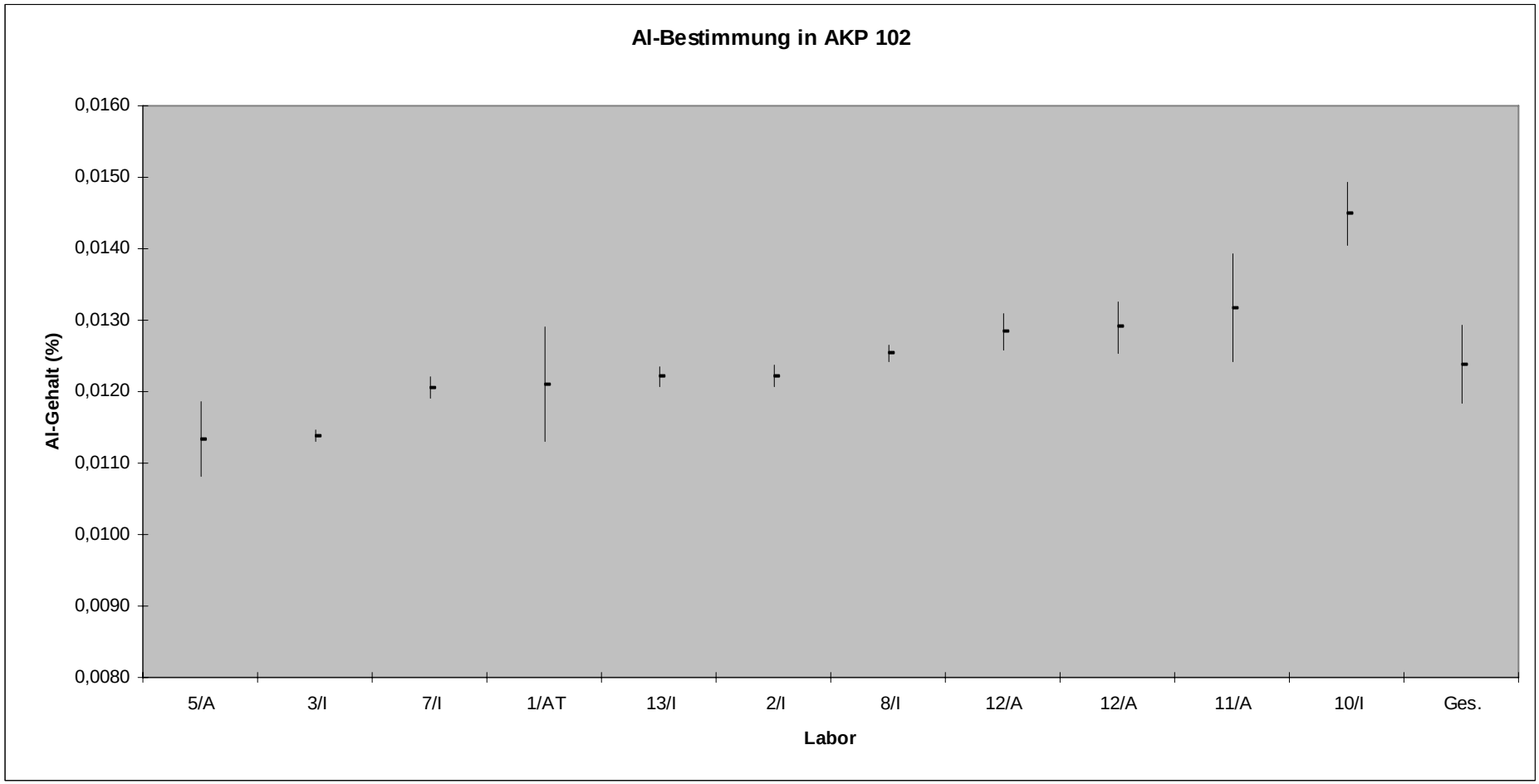


Abbildung 5: Analysenergebnisse der Aluminiumbestimmung

Ag-Bestimmung in PbCaSn (BAM 102)

Lab./Verf.	11/A	10/I	7/I	1/AT	12/A	12/A	2/I	8/I	Ges.
EW[%]	0,00229	0,0025	0,00242	0,00253	0,0025	0,0026	0,0026	0,00258	N
	0,00233	0,0024	0,00240	0,00249	0,0026	0,0026	0,0026	0,00257	8
	0,00236	0,0023	0,00246	[0,00131]	0,0025	0,0025	0,0025	0,00256	
	0,00236	0,0024	0,00242	0,00245	0,0024	0,0025	0,0025	0,00258	
	0,00238	0,0024	0,00247	0,00251	0,0025	0,0025	0,0026	0,00254	
	0,00235	0,0024	0,00244		0,0026	0,0025	0,0025		
MW [%]	**0,00235**	**0,00240**	**0,00243**	**0,00250**	**0,00252**	**0,00253**	**0,00255**	**0,00257**	**0,00248**
s[%]	0,00003	0,00006	0,00003	0,00003	0,00008	0,00005	0,00005	0,00002	0,00008
mw(s)									0,00004
VK	0,01	0,03	0,01	0,01	0,03	0,02	0,02	0,01	0,03

Tabelle 10: Analysenergebnisse der Silber-Bestimmung

Ag-Bestimmung in PbCaSn (BAM 102)

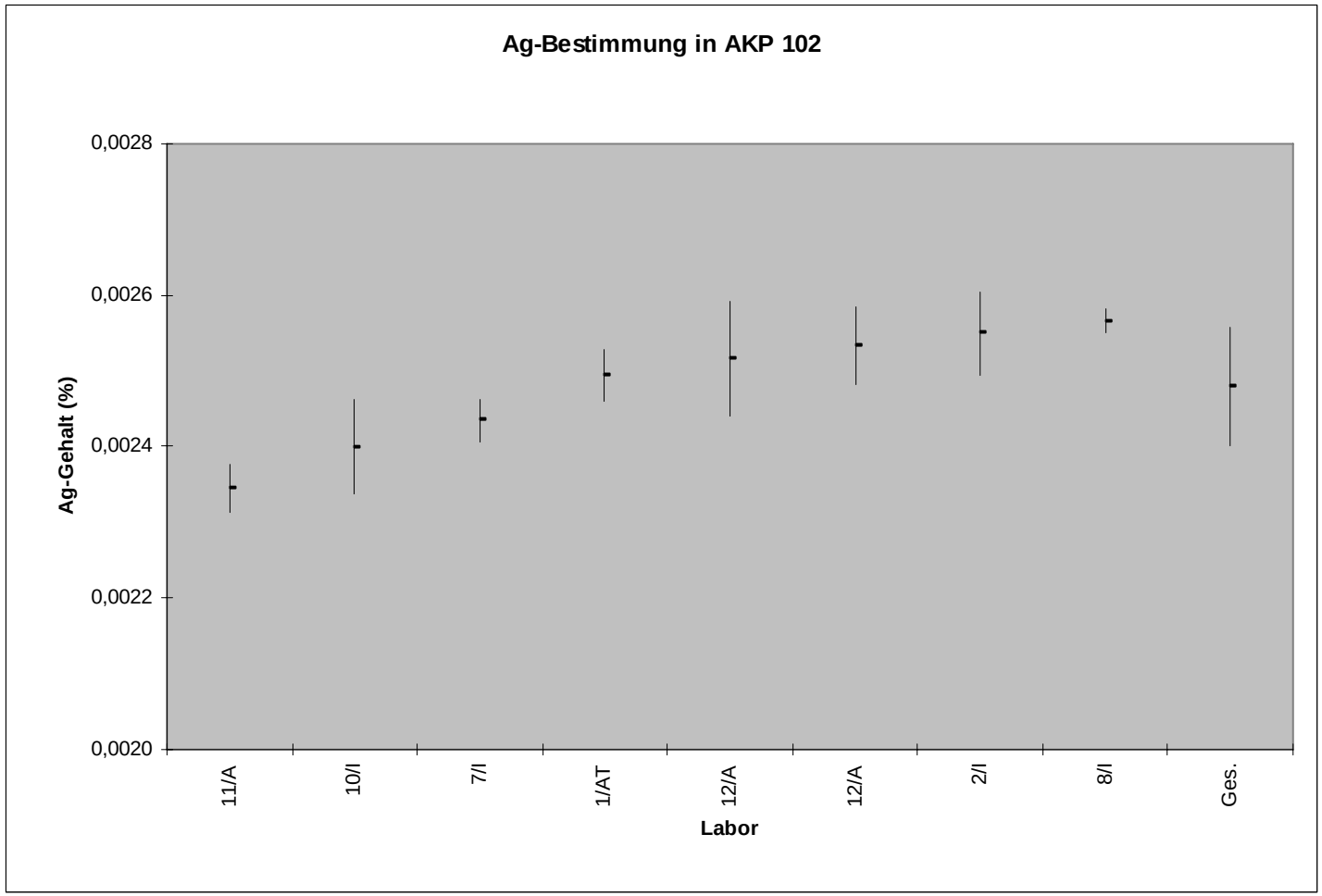


Abbildung 6: Analysenergebnisse der Silberbestimmung

Bi-Bestimmung in PbCaSn (BAM 102)

Lab./Verf.	7/I	8/I	11/A	12/A	1/AT	12/A	2/I	10/I	Ges.
EW[%]	0,0143	0,0146	0,014	0,015	0,015	0,015	0,0154	0,0198	N
	0,0140	0,0144	0,015	0,015	0,015	0,015	0,0158	0,0182	7
	0,0139	0,0145	0,015	0,015	0,015	0,015	0,0155	0,0176	
	0,0140	0,0146	0,015	0,015	0,015	0,015	0,0151	0,0178	
	0,0139	0,0145	0,014	0,015	0,015	0,015	0,0155	0,0181	
	0,0139		0,015	0,015	[0,0094]	0,016	0,0155	0,0179	
MW [%]	**0,0140**	**0,0145**	**0,0147**	**0,0150**	**0,0151**	**0,0152**	**0,0155**	**0,0182**	**0,0148**
s[%]	0,0002	0,0001	0,0005	0,0000	0,0000	0,0004	0,0002	0,0008	0,0005
mw(s)									0,0002
VK	0,01	0,01	0,04	0,00	0,00	0,03	0,01	0,04	0,03

= nicht berücksichtigt (95% Grubbs-Ausreißer)

Tabelle 11: Analysenergebnisse der Bismut-Bestimmung

Bi-Bestimmung in PbCaSn (BAM 102)

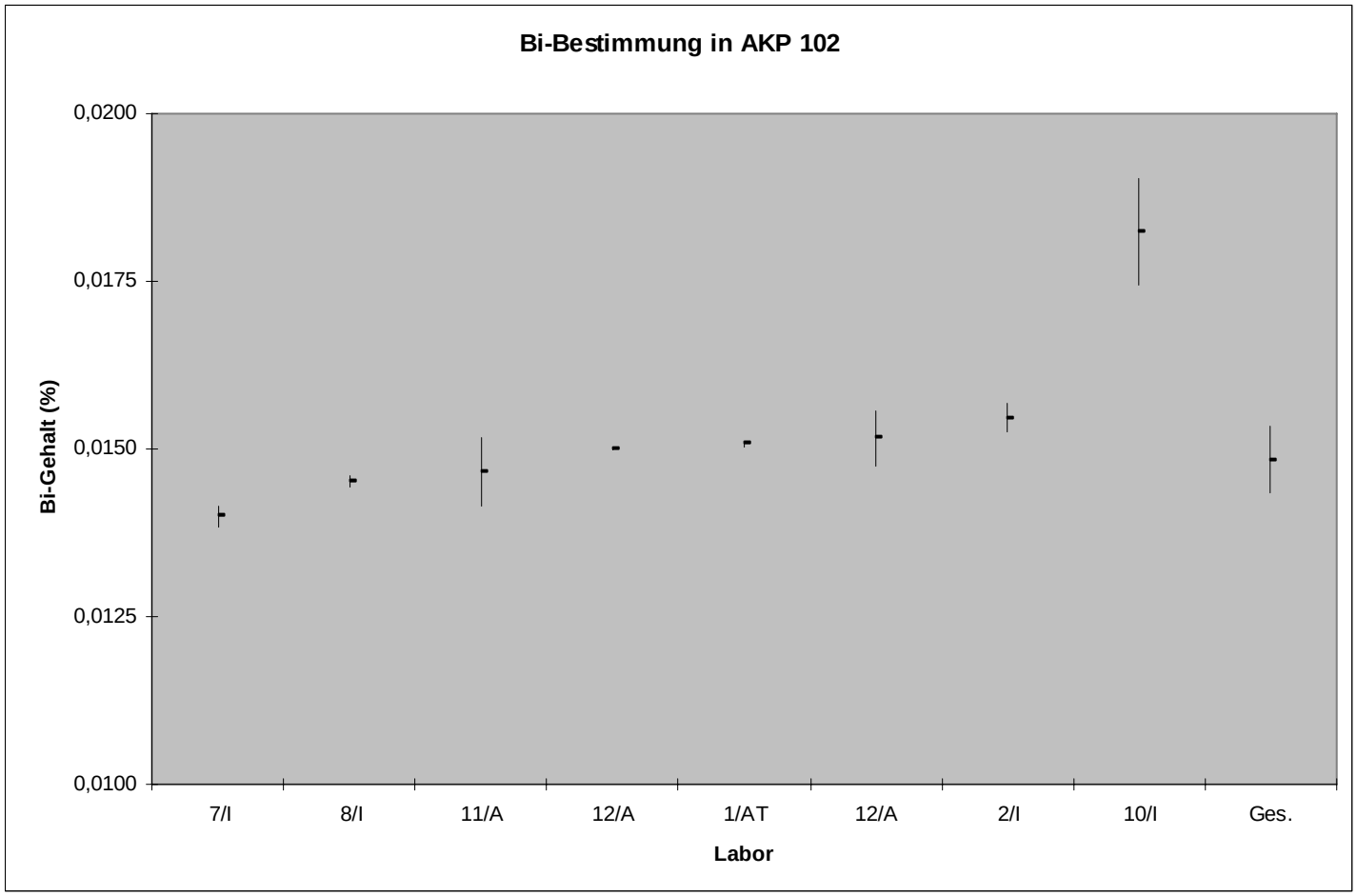


Abbildung 7: Analysenergebnisse der Bismutbestimmung

Cu-Bestimmung in PbCaSn (BAM 102)

Lab./Verf.	1/AT	12/A	11/A	7/I	2/I	12/A	10/I	8/I	Ges.
EW[%]	0,00105	0,0010	0,00104	0,00109	0,0011	0,0011	0,0013	0,0013	N
	0,00099	0,0011	0,00107	0,00107	0,0011	0,0011	0,0011	0,0012	8
	0,00105	0,0010	0,00111	0,00110	0,0011	0,0011	0,0010	0,0012	
	0,00089	0,0010	0,00102	0,00108	0,0011	0,0011	0,0011	0,0012	
	[0,00048]	0,0010	0,00105	0,00112	0,0011	0,0011	0,0011	0,0013	
	[0,00157]	0,0010	0,00106	0,00114	0,0011	0,0011	0,0011		
MW [%]	**0,00100**	**0,00102**	**0,00106**	**0,00110**	**0,00110**	**0,00110**	**0,00112**	**0,00124**	**0,00109**
s[%]	0,00008	0,00004	0,00003	0,00003	0,00000	0,00000	0,00010	0,00005	0,00007
mw(s)									0,0000
VK	0,08	0,04	0,03	0,02	0,00	0,00	0,09	0,04	0,07

Tabelle 12: Analysenergebnisse der Kupfer-Bestimmung

Cu-Bestimmung in PbCaSn (BAM 102)

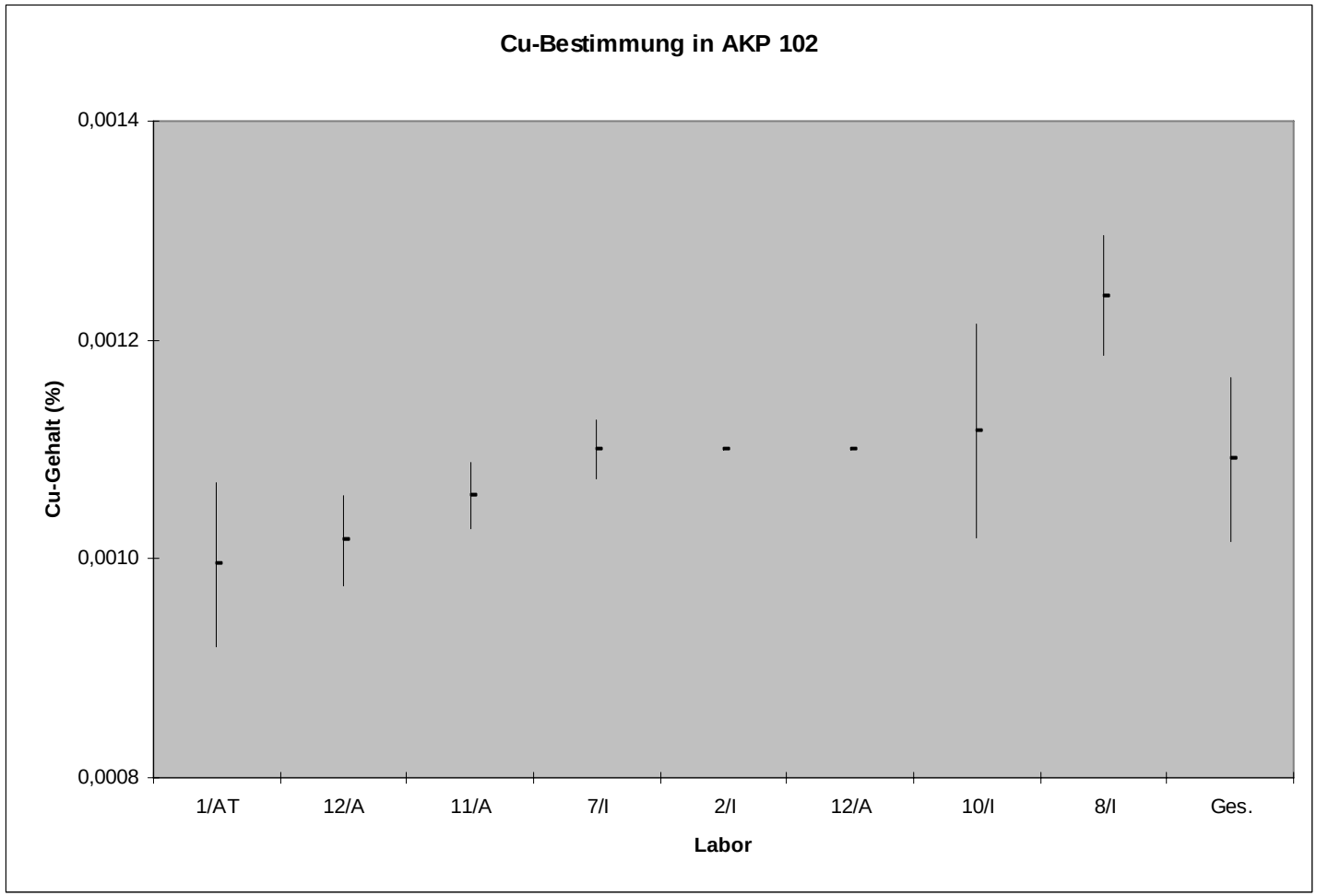


Abbildung 8: Analysenergebnisse der Kupfer-Bestimmung

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 (nicht durch Abschleifen) zu reinigen. Da es im Zentrum der Probe zu leichten Segregationserscheinungen kommen kann, 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 Mindesteinwaage 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, Quality system guidelines for the production of reference materials, 1996

[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 Homogenity 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.

Anhang

1 Homogenitätstest über die Flächen,
Tabelle der Meßwertmittelwerte und Standardabweichungen

2 Homogenitätstest über die Längen
Tabelle der Meßwertmittelwerte und statistische Auswertung

BAM 102
Homogenität der Flächen

	Calcium			Zinn			Aluminium			Bismut		
	MW (µg/g)	s (µg/g)	v (%)	MW (µg/g)	s (µg/g)	v (%)	MW (µg/g)	s (µg/g)	v (%)	MW (µg/g)	s (µg/g)	v (%)
Probe 40154/1A												
Kopf, Außenring	568	2,1	0,4	9322	113	1,2	97	2,4	2,5	150	0,5	0,3
Kopf, Innenring	568	1,8	0,3	9376	47	0,5	96	2	2,1	150	0,6	0,4
Mitte, Außenring	568	2	0,4	9315	69	0,7	96	1,8	1,8	150	0,5	0,3
Mitte, Innenring	569	1,5	0,3	9349	95	1	96	2,3	2,4	150	0,7	0,5
Fuß, Außenring	567	2,4	0,4	9319	96	1	97	2	2,1	150	0,6	0,4
Fuß, Innenring	568	1,9	0,3	9329	58	0,6	96	2,3	2,3	150	0,6	0,4
Probe 40154/2												
Kopf, Außenring	706	2	0,3	8640	221	2,6	150	4,3	2,9	143	1,1	0,8
Kopf, Innenring	706	2,6	0,4	8454	105	1,2	149	1,6	1,1	143	0,5	0,4
Mitte, Außenring	706	1,3	0,2	8533	146	1,7	151	4,5	2,9	143	0,7	0,5
Mitte, Innenring	706	2,2	0,3	8590	87	1	158	4,9	3,1	143	0,8	0,6
Fuß, Außenring	710	2,6	0,4	8548	65	0,8	151	4,7	3,1	143	1,2	0,8
Fuß, Innenring	715	3,5	0,5	8788	81	0,9	176	3,2	1,8	146	0,9	0,6

Außenring: Mittelwert aus 12 Abfunkungen
Innenring: Mittelwert aus 12 Abfunkungen

Die angegebenen Massengehalte sind nur als relativ zu betrachten, da den Messungen keine Kalibrierung zugrunde liegt.
Die Ergebnisse beider Proben sind daher miteinander nicht vergleichbar.

CA Homogenitätsprüfung - Varianzanalyse

	Streuung innerhalb der Proben	0,00023	Streuung zwischen den Proben	0,00035	Prüfgröße	2,3273	Homogenitäts kennzahl	1,13
Ergebnis der Varianzanalyse		α 1%	Die Proben sind inhomogen				Kenndaten M_{gesamt}	RSD%
							0,0572	0,23

M_{Dg}	1	0,0573	2	0,0571	3	0,0571	4	0,0571	5	0,0574	6	0,0574

Einzelwerte der Proben nach Probennummern sortiert und driftkorrigiert

Dg	1		2		3		4		5		6		M_{Probe}	s_{Probe}	RSD
Nr.	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	Gehalt	Gehalt	%
1	11	0,0574	11	0,0572	11	0,0574	11	0,0569	11	0,0573	11	0,0575	0,0573	0,00022	0,4
2	12	0,0573	12	0,0572	12	0,0572	12	0,0573	12	0,0573	12	0,0576	0,0573	0,00014	0,2
3	13	0,0576	13	0,0569	13	0,0569	13	0,0574	13	0,0575	13	0,0576	0,0573	0,00033	0,6
4	14	0,0573	14	0,0570	14	0,0573	14	0,0565	14	0,0573	14	0,0575	0,0571	0,00035	0,6
5	15	0,0572	15	0,0572	15	0,0571	15	0,0570	15	0,0571	15	0,0573	0,0572	0,00012	0,2
6	16	0,0572	16	0,0572	16	0,0570	16	0,0571	16	0,0572	16	0,0575	0,0572	0,00016	0,3
7	17	0,0573	17	0,0571	17	0,0571	17	0,0576	17	0,0574	17	0,0571	0,0573	0,00021	0,4
8	21	0,0570	21	0,0572	21	0,0572	21	0,0570	21	0,0575	21	0,0572	0,0572	0,00016	0,3
9	22	0,0574	22	0,0572	22	0,0572	22	0,0574	22	0,0576	22	0,0576	0,0574	0,00019	0,3
10	23	0,0572	23	0,0573	23	0,0569	23	0,0569	23	0,0577	23	0,0573	0,0572	0,00029	0,5
11	24	0,0569	24	0,0569	24	0,0568	24	0,0569	24	0,0570	24	0,0569	0,0569	0,00009	0,2
12	25	0,0573	25	0,0571	25	0,0570	25	0,0572	25	0,0571	25	0,0576	0,0572	0,00022	0,4
13	26	0,0577	26	0,0572	26	0,0574	26	0,0576	26	0,0575	26	0,0577	0,0575	0,00019	0,3
14	27	0,0576	27	0,0571	27	0,0571	27	0,0571	27	0,0579	27	0,0574	0,0574	0,00031	0,5
15	31	0,0571	31	0,0571	31	0,0573	31	0,0571	31	0,0576	31	0,0574	0,0572	0,00020	0,3
16	32	0,0576	32	0,0570	32	0,0574	32	0,0569	32	0,0575	32	0,0573	0,0573	0,00026	0,5
17	33	0,0577	33	0,0573	33	0,0571	33	0,0578	33	0,0573	33	0,0573	0,0574	0,00026	0,4
18	34	0,0575	34	0,0567	34	0,0570	34	0,0567	34	0,0571	34	0,0571	0,0570	0,00030	0,5
19	35	0,0572	35	0,0572	35	0,0571	35	0,0570	35	0,0572	35	0,0575	0,0572	0,00018	0,3
20	36	0,0573	36	0,0569	36	0,0575	36	0,0575	36	0,0574	36	0,0576	0,0574	0,00025	0,4
21	37	0,0573	37	0,0574	37	0,0571	37	0,0570	37	0,0572	37	0,0575	0,0573	0,00018	0,3

SN Homogenitätsprüfung - Varianzanalyse

	Streuung innerhalb der Proben	0,0120	Streuung zwischen den Proben	0,0118	Prüfgröße	0,9674	Homogenitäts kennzahl	0,47
Ergebnis der Varianzanalyse		α 1%	Eine Inhomogenität zwischen den Proben ist nicht nachweisbar				Kenndaten M_{gesamt}	RSD%

M_{Dg}	1	0,9227	2	0,9164	3	0,9192	4	0,9277	5	0,9293	6	0,9336	0,9248	0,70

Einzelwerte der Proben nach Probennummern sortiert und driftkorrigiert

Dg	1		2		3		4		5		6		M_{Probe}	s_{Probe}	RSD
Nr.	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	Gehalt	Gehalt	%
1	11	0,9226	11	0,9249	11	0,9243	11	0,9053	11	0,9207	11	0,9340	0,9220	0,0094	1,0
2	12	0,9301	12	0,9049	12	0,9156	12	0,9480	12	0,9185	12	0,9260	0,9238	0,0147	1,6
3	13	0,9182	13	0,9208	13	0,9366	13	0,9514	13	0,9428	13	0,9480	0,9363	0,0140	1,5
4	14	0,9313	14	0,9156	14	0,9261	14	0,9158	14	0,9373	14	0,9339	0,9267	0,0092	1,0
5	15	0,9236	15	0,9270	15	0,9412	15	0,9363	15	0,9303	15	0,9353	0,9323	0,0065	0,7
6	16	0,9278	16	0,9151	16	0,9094	16	0,9054	16	0,9119	16	0,9359	0,9176	0,0118	1,3
7	17	0,9174	17	0,9074	17	0,9243	17	0,9489	17	0,9176	17	0,9328	0,9248	0,0145	1,6
8	21	0,9119	21	0,9271	21	0,9199	21	0,9357	21	0,9391	21	0,9257	0,9266	0,0100	1,1
9	22	0,9163	22	0,9048	22	0,9029	22	0,9256	22	0,9188	22	0,9401	0,9181	0,0138	1,5
10	23	0,9341	23	0,9293	23	0,9234	23	0,9085	23	0,9326	23	0,9275	0,9259	0,0093	1,0
11	24	0,9098	24	0,9329	24	0,9137	24	0,9228	24	0,9322	24	0,9283	0,9233	0,0097	1,1
12	25	0,9267	25	0,9200	25	0,9278	25	0,9332	25	0,9291	25	0,9256	0,9271	0,0043	0,5
13	26	0,9276	26	0,9130	26	0,9138	26	0,9534	26	0,9352	26	0,9372	0,9300	0,0154	1,7
14	27	0,9175	27	0,9036	27	0,9070	27	0,9360	27	0,9364	27	0,9224	0,9205	0,0139	1,5
15	31	0,9212	31	0,9180	31	0,9145	31	0,9141	31	0,9429	31	0,9217	0,9221	0,0107	1,2
16	32	0,9169	32	0,9165	32	0,9064	32	0,9066	32	0,9436	32	0,9556	0,9243	0,0205	2,2
17	33	0,9347	33	0,9175	33	0,9295	33	0,9372	33	0,9301	33	0,9355	0,9307	0,0072	0,8
18	34	0,9266	34	0,9097	34	0,9085	34	0,9213	34	0,9187	34	0,9293	0,9190	0,0085	0,9
19	35	0,9230	35	0,9241	35	0,9052	35	0,9236	35	0,9354	35	0,9563	0,9279	0,0169	1,8
20	36	0,9170	36	0,8992	36	0,9248	36	0,9367	36	0,9231	36	0,9240	0,9208	0,0124	1,3
21	37	0,9232	37	0,9132	37	0,9287	37	0,9165	37	0,9194	37	0,9304	0,9219	0,0068	0,7

AL Homogenitätsprüfung - Varianzanalyse

	Streuung innerhalb der Proben	0,00026	Streuung zwischen den Proben	0,00035	Prüfgröße	1,8149	Homogenitäts kennzahl	0,88
Ergebnis der Varianzanalyse		α 1%	Eine Inhomogenität zwischen den Proben ist nicht nachweisbar				Kenndaten M_{gesamt}	RSD%
							0,0099	0,87

M_{Dg}	1	0,0100	2	0,0099	3	0,0098	4	0,0099	5	0,0100	6	0,0101

Einzelwerte der Proben nach Probennummern sortiert und driftkorrigiert

Dg	1		2		3		4		5		6		M_{Probe}	s_{Probe}	RSD
Nr.	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	Gehalt	Gehalt	%
1	11	0,0099	11	0,0100	11	0,0100	11	0,0096	11	0,0096	11	0,0100	0,0098	0,00020	2,1
2	12	0,0100	12	0,0099	12	0,0096	12	0,0098	12	0,0094	12	0,0095	0,0097	0,00023	2,3
3	13	0,0100	13	0,0096	13	0,0102	13	0,0100	13	0,0102	13	0,0106	0,0101	0,00033	3,2
4	14	0,0103	14	0,0100	14	0,0098	14	0,0099	14	0,0101	14	0,0100	0,0100	0,00015	1,5
5	15	0,0102	15	0,0101	15	0,0099	15	0,0105	15	0,0100	15	0,0099	0,0101	0,00023	2,2
6	16	0,0101	16	0,0099	16	0,0099	16	0,0095	16	0,0096	16	0,0100	0,0098	0,00021	2,2
7	17	0,0098	17	0,0098	17	0,0102	17	0,0099	17	0,0099	17	0,0103	0,0100	0,00021	2,1
8	21	0,0097	21	0,0100	21	0,0101	21	0,0101	21	0,0098	21	0,0098	0,0099	0,00017	1,7
9	22	0,0096	22	0,0097	22	0,0092	22	0,0100	22	0,0099	22	0,0104	0,0098	0,00039	4,0
10	23	0,0101	23	0,0101	23	0,0100	23	0,0098	23	0,0103	23	0,0098	0,0100	0,00018	1,8
11	24	0,0098	24	0,0100	24	0,0102	24	0,0099	24	0,0106	24	0,0102	0,0101	0,00030	3,0
12	25	0,0096	25	0,0095	25	0,0102	25	0,0097	25	0,0101	25	0,0098	0,0098	0,00027	2,7
13	26	0,0102	26	0,0100	26	0,0095	26	0,0101	26	0,0100	26	0,0105	0,0101	0,00032	3,2
14	27	0,0101	27	0,0097	27	0,0097	27	0,0099	27	0,0103	27	0,0099	0,0099	0,00022	2,3
15	31	0,0100	31	0,0098	31	0,0096	31	0,0099	31	0,0104	31	0,0099	0,0099	0,00025	2,5
16	32	0,0099	32	0,0100	32	0,0096	32	0,0095	32	0,0102	32	0,0101	0,0099	0,00028	2,8
17	33	0,0101	33	0,0101	33	0,0105	33	0,0099	33	0,0101	33	0,0101	0,0101	0,00019	1,9
18	34	0,0101	34	0,0097	34	0,0097	34	0,0099	34	0,0101	34	0,0100	0,0099	0,00020	2,0
19	35	0,0099	35	0,0102	35	0,0094	35	0,0100	35	0,0102	35	0,0108	0,0101	0,00045	4,4
20	36	0,0098	36	0,0097	36	0,0094	36	0,0098	36	0,0098	36	0,0096	0,0097	0,00015	1,5
21	37	0,0099	37	0,0101	37	0,0097	37	0,0098	37	0,0096	37	0,0101	0,0099	0,00023	2,4

BI Homogenitätsprüfung - Varianzanalyse

	Streuung innerhalb der Proben	0,000066	Streuung zwischen den Proben	0,000113	Prüfgröße	2,9502	Homogenitäts kennzahl	1,43
Ergebnis der Varianzanalyse		α 1%	Die Proben sind inhomogen				Kenndaten M_{gesamt}	RSD%
M_{Dg}	1 0,0151	2 0,0150	3 0,0150	4 0,0150	5 0,0151	6 0,0151	0,0151	0,23

Einzelwerte der Proben nach Probennummern sortiert und driftkorrigiert

Dg	1		2		3		4		5		6		M_{Probe}	s_{Probe}	RSD
Nr.	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	P	Gehalt	Gehalt	Gehalt	%
1	11	0,0151	11	0,0150	11	0,0150	11	0,0150	11	0,0150	11	0,0152	0,0150	0,00008	0,5
2	12	0,0151	12	0,0150	12	0,0150	12	0,0151	12	0,0151	12	0,0151	0,0151	0,00002	0,2
3	13	0,0151	13	0,0150	13	0,0151	13	0,0151	13	0,0151	13	0,0153	0,0151	0,00010	0,6
4	14	0,0152	14	0,0151	14	0,0150	14	0,0150	14	0,0151	14	0,0152	0,0151	0,00010	0,6
5	15	0,0152	15	0,0152	15	0,0151	15	0,0152	15	0,0152	15	0,0152	0,0152	0,00001	0,1
6	16	0,0151	16	0,0151	16	0,0150	16	0,0150	16	0,0151	16	0,0151	0,0150	0,00005	0,4
7	17	0,0151	17	0,0151	17	0,0150	17	0,0151	17	0,0151	17	0,0152	0,0151	0,00004	0,3
8	21	0,0152	21	0,0151	21	0,0152	21	0,0151	21	0,0152	21	0,0152	0,0151	0,00005	0,3
9	22	0,0150	22	0,0150	22	0,0150	22	0,0151	22	0,0151	22	0,0152	0,0150	0,00008	0,5
10	23	0,0152	23	0,0150	23	0,0150	23	0,0150	23	0,0151	23	0,0151	0,0150	0,00007	0,5
11	24	0,0150	24	0,0151	24	0,0150	24	0,0151	24	0,0151	24	0,0151	0,0150	0,00003	0,2
12	25	0,0151	25	0,0150	25	0,0152	25	0,0150	25	0,0152	25	0,0151	0,0151	0,00009	0,6
13	26	0,0151	26	0,0151	26	0,0150	26	0,0152	26	0,0152	26	0,0152	0,0151	0,00006	0,4
14	27	0,0150	27	0,0150	27	0,0151	27	0,0151	27	0,0151	27	0,0151	0,0151	0,00004	0,3
15	31	0,0151	31	0,0150	31	0,0151	31	0,0151	31	0,0152	31	0,0151	0,0151	0,00004	0,3
16	32	0,0151	32	0,0151	32	0,0149	32	0,0150	32	0,0151	32	0,0152	0,0150	0,00008	0,6
17	33	0,0151	33	0,0151	33	0,0151	33	0,0151	33	0,0151	33	0,0151	0,0151	0,00003	0,2
18	34	0,0151	34	0,0150	34	0,0150	34	0,0150	34	0,0151	34	0,0151	0,0150	0,00007	0,5
19	35	0,0151	35	0,0151	35	0,0149	35	0,0151	35	0,0152	35	0,0153	0,0151	0,00011	0,7
20	36	0,0151	36	0,0151	36	0,0151	36	0,0152	36	0,0151	36	0,0151	0,0151	0,00004	0,3
21	37	0,0151	37	0,0151	37	0,0151	37	0,0150	37	0,0151	37	0,0152	0,0151	0,00007	0,5