

BERICHT

zur Zertifizierung der Legierungsbestandteile und der Verunreinigungen in einer Kupfer-Zink-Legierung (CuZn39Pb3)

Zertifiziertes Referenzmaterial

BAM-375

Oktober 1999

**Koordinator:
Bericht**

**Dr. Klaus Meier
Dr. Angelika Recknagel
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 Kupfer-Zink-Legierung (CuZn39Pb3) mit der Bezeichnung BAM - 375.

Das zertifizierte Referenzmaterial ist vorgesehen als Analysenkontrollprobe für die Röntgenfluoreszenz- und Emissionsspektralanalyse und ist erhältlich in Form von ca. 3 cm hohen Zylindern mit einem Durchmesser von etwa 4 cm.

Folgende Massenanteile und Unsicherheiten sind zertifiziert:

Element	Massenanteil in %	Unsicherheit* in %
Cu	58,32	± 0,05
Zn	38,02	± 0,08
Pb	2,90	± 0,03
Fe	0,207	± 0,004
Ni	0,1053	± 0,0015
Sn	0,2090	± 0,0024

	in µg/g	in µg/g
Ag	166	± 4
Al	270	± 5
As	231	± 4
Bi	68,6	± 2,5
Cd	85,9	± 2,1
Co	196,4	± 2,8
Mn	222	± 3
Si	211	± 14
Sb	122	± 4
Te	53,8	± 2,4

Folgender Massenanteil wird als Richtwert angegeben:

Element	Massenanteil in µg/g	Unsicherheit* in µg/g
P	8,6	± 1,2

*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 17 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	6
4 Homogenitätsuntersuchungen	6
4.1 Homogenitätsuntersuchung der Fläche	7
4.2 Homogenitätsuntersuchung der Länge	7
4.3 Ergebnisse	7
5 Zertifizierung	8
5.1 Verwendete Abkürzungen	8
5.2 Kurzbeschreibung der Analysenverfahren	8
5.3 Kalibrierung	8
5.4 Analysenergebnisse und statistische Betrachtung	27
6 Hinweise für den Benutzer	63
7 Literatur	63
8 Information und Probenvertrieb	63
9 Anhang	64

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 Analysenkontrollzwecke wird das zertifizierte Referenzmaterial BAM-375 verwendet. Bei dieser Probe handelt es sich um eine bleihaltige Kupfer-Zink-Legierung (Sondermessing) mit den Legierungsbestandteilen Cu, Zn und Pb. Ihr Haupteinsatzgebiet liegt in der metallverarbeitenden Industrie, z.B. bei der Herstellung von Produkten aus Kupfer-Zink-Legierungen.

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 Kupfer-Zink-Basis erfolgt in Zusammenarbeit mit dem Arbeitsausschuss „Kupfer“ des Chemikerausschusses der GDMB.

Das Material wird in einem geeigneten Industriebetrieb entsprechend den Vorgaben hergestellt. Nach einem Homogenitätstest werden die Massengehalte 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-375.

2. Beteiligte Laboratorien

Herstellung des Materials:

- DIEHL Metall, Röthenbach (Herstellung der Legierung und Weiterverarbeitung durch Strangpressen)

Homogenitätstest:

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

Chemische Analysen zur Zertifizierung:

- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin
 - Labor I.11 (Metallanalytik);
 - Labor I.13 (Elementspurenanalytik, Spektralanalyse);
 - Labor I.43 (Aktivierungsanalyse, Gasanalytik)
- Centre Technique des Industries de la Fonderie (CTIF), Sèvres (F)
- DIEHL Metall, Röthenbach
- Hüttenwerke Kayser AG, Lünen
- KM Europa Metal AG, Osnabrück
- KM Europa Metal AG, Berlin
- Krupp VDM GmbH, Werdohl
- MKM Mansfelder Kupfer und Messing GmbH (Labor Süd), Hettstedt
- MKM Mansfelder Kupfer und Messing GmbH (Labor Nord), Hettstedt
- Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart
- Norddeutsche Affinerie AG, Hamburg
- Ridsdale & Co Ltd., Middlesbrough (GB)
- Tréfontaines S. A., Sérifontaine (F)
- Technische Universität Bergakademie Freiberg, Freiberg
- Wieland-Werke AG, Ulm

Statistische Auswertung:

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

3. Probenpräparation

3.1 Ausgangsmaterial

Als Rohmaterial diente ein industrielles Produkt aus der Produktion der Firma DIEHL Metall, Röthenbach. Dieses lag in Form gegossener Bolzen vor, aus denen durch Strangpressen insgesamt vier Stangen Probematerial von je 4 m Länge und einem Durchmesser von 40 mm hergestellt wurden.

3.2 Referenzmaterial

Bei der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung wurden die Stangen nach Entfernen des äußeren Mantels (ca. 0,2 mm) in Segmente zersägt, deren Schnittflächen plan abgedreht und gestempelt (BAM 375). Die Versandschachteln werden mit fortlaufenden Probennummern gekennzeichnet. Das Referenzmaterial ist erhältlich in Form von ca. 3 cm hohen Zylindern mit einem Durchmesser von etwa 4 cm.

4. Homogenitätsuntersuchungen

Die Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung führte die Homogenitätsuntersuchungen für das zu zertifizierende Material durch. Anhand der Elemente Zn, Pb,

Fe, Ni und Sn wurde mit Hilfe der Emissionsspektralanalyse (OES) nach Funkenanregung (Funkenpektrometer OBLF QSL 1500) die Homogenität sowohl über die Fläche als auch über die Länge der Stangen geprüft. Cu wurde bei der statistischen Auswertung nicht berücksichtigt, da dessen Massenkonzentration über eine Differenzbildung bestimmt wurde.

Für die Untersuchungen wurden aus der Gesamtzahl der Proben 36 Probenzylinder in regelmäßigen Abständen entnommen. Dieses entspricht, wie von der ASTM-Norm E 826-90 [5] gefordert, 8% der Gesamtprobenzahl.

4.1 Homogenitätsuntersuchung der Fläche (radial)

Eine Flächeninhomogenität des Materials ist aufgrund des Herstellungsverfahrens nicht zu erwarten. Zur Sicherheit wurde jedoch die Homogenität der Fläche an drei Proben geprüft, indem die Konzentrationen der interessierenden Elemente emissionsspektrometrisch bestimmt wurden.

Die genauen Ergebnisse dieser Untersuchungen sind im Anhang dargestellt.

4.2 Homogenitätsuntersuchung der Länge (axial)

Für den Homogenitätstest über die Länge wurden alle ausgewählten Probenzylinder mit der Emissionsspektralanalyse untersucht und die Massenkonzentrationen der Elemente Zn, Pb, Fe und Sn für die Homogenitätsprüfung herangezogen. Die Messungen erfolgten in sechs Durchgängen mit jeweils zwei 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 erfolgte mit dem in der BAM entwickelten Programm zur Durchführung und Auswertung von Homogenitätsuntersuchungen „HOMEX 1.0 für EXCEL 5.0“ [6]. Man untersucht dabei die ausgewählten Probenzylinder und prüft, ob die in sich streuenden Meßergebnisse für die einzelnen Teilmengen signifikant unterschiedlich oder die Streuungen nur zufälliger Natur sind und innerhalb der Streuung des Analysenverfahrens liegen.

Hierbei wurde eine Varianzanalyse durchgeführt, mit der die Anteile für die Streuung "innerhalb" der Proben (im Idealfall geräte- bzw. verfahrensbedingter Streuungsanteil) und "zwischen" den Proben (im Idealfall probenbedingter Streuungsanteil) ermittelt und verglichen wurden. Für den Vergleich der Varianzen "innerhalb" und "zwischen" den Proben wurde die Prüfgröße D ($D = s^2_{\text{zwischen}} / s^2_{\text{innerhalb}}$) gebildet und damit die Homogenitätskennzahl D/F berechnet. F ist dabei der Tabellenwert der F-Verteilung für $f_1 = Z-1$ und $f_2 = N-Z$ Freiheitsgrade. Ist $D > F$, so kann auf dem vorgeählten 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.

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 Standardabweichung der Meßreihenmittelwerte des Zertifizierungsringversuches. Eine eventuell Flächeninhomo-

genität hat somit keinen signifikanten Einfluß auf die Unsicherheiten der zertifizierten Werte.

Für die axiale Verteilung der Elemente Zn, Pb, Fe und Sn wurden anhand des statistischen Tests keine signifikanten Ergebnisunterschiede festgestellt. Eine Inhomogenität ist aus dem vorhandenen Datenmaterial nicht nachweisbar, so daß das Material als Referenzmaterial eingesetzt werden kann.

5. Zertifizierung

An der chemischen Analyse der Proben beteiligten sich 17 Laboratorien. Es handelte sich dabei in der Regel um Laboratorien der metallverarbeitenden Industrie, die über eine große Erfahrung auf dem Gebiet der Analytik von Kupfer und Kupferlegierungen verfügen.

In den Proben wurden die Massenanteile der Elemente Cu, Zn, Pb, Ag, Al, As, Bi, Cd, Co, Fe, Mn, Ni, P, Sb, Si, Sn und Te bestimmt, wobei pro Element jeweils 6 Einzelwerte (in Ausnahmefällen nur 5) aus getrennten Einwaagen ermittelt wurden.

5.1 Verwendete Abkürzungen der Analysemethoden

A	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung (F AAS)
E	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung (ET AAS)
HA	Atomabsorptionsspektrometrie mit Hydridtechnik (H AAS)
EG	Elektrogravimetrie
G	Gravimetrie
I	Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP OES)
NAA	Neutronenaktivierung
P	Photometrie
PAA	Photonenaktivierung
RFA	Röntgenfluoreszenzanalyse
T	Titrimetrie

5.2 Kurzbeschreibung der Analyseverfahren

Die Analyseverfahren, die die Laboratorien für die Bestimmung eingesetzt haben, sind für die einzelnen Elemente in den Tabellen 1 bis 17 aufgelistet.

Die Tabellen definieren für jede Methode die Abkürzung, die in den Ergebnistabellen (Tabelle 18 bis 34) gegeben sind und zeigen auf

- die Laboratorien, die nach diesem Verfahren analysiert haben (der Laborcode ist den beteiligten Laboratorien zugänglich),
- die Probenmenge, die eingesetzt wurde,
- die Probenvorbereitung und
- die Bestimmungsmethode.

5.3 Kalibrierung

Bei allen Analyseverfahren, für die eine Kalibrierung notwendig ist, wird ein Kalibrierverfahren mit Bezugslösungen eingesetzt. Für die Herstellung der Bezugs-

lösungen 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 Reinstkupfer und Feinzink. Verzichtet wurde darauf in einigen Fällen, in denen eine Matrixabtrennung in den Probenlösungen erfolgte.

Bei einigen Verfahren wurde sowohl in den Kalibrierlösungen als auch in den Probenlösungen interne Standards wie z. B. Sc, Y oder In zugesetzt.

Cu-Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor- Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
EG	1	2,5 g	Lösen in HNO_3 , Sn-Abtrennung durch Abrauchen mit HBr , Pb-Abtrennung als Sulfat	Elektrogravimetrie, Restkupferbest. mit F AAS
EG	13	2,5 g	Lösen in $\text{H}_3\text{BO}_3/\text{HF}/\text{HNO}_3$	Elektrogravimetrie, Restkupferbest. mit F AAS
EG	3	2,5 g	Lösen in $\text{HNO}_3/\text{HBF}_4$	Elektrogravimetrie
EG	2, 5	1 g	Lösen in HNO_3	Elektrogravimetrie
EG	4 19	1 g 2,5 g	Lösen in HNO_3/HF	Elektrogravimetrie, Restkupferbest. mit F AAS
EG	8	1 g	Lösen in HCl/HNO_3	Elektrogravimetrie
EG	15	3 g	Lösen in HNO_3/HF (Mikrowellenaufschluß)	Elektrogravimetrie, Restkupferbest. mit F AAS
EG	18	0,7-0,8 g	Lösen in HNO_3/HF	Elektrogravimetrie
RFA	6	1 g	Lösen in $\text{HNO}_3/\text{HF}/\text{HBF}_4$ (Mikrowellenaufschluß)	Röntgenfluoreszenzanalyse

Tabelle 1: Analysenverfahren für die Bestimmung von Kupfer

Zn-Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor- Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
T	1	2,5 g	Elektrolysat der Cu-Bestimmung, Extraktion des Thiocyanato-Komplexes mit Methylisobutylketon	Titration, EDTA mit Indikator Xylenolorange
T	9	0,5 g	Lösen in HNO_3 , Entfernung des Cu durch Elektrolyse und des Pb durch Sulfidfällung	Titration, Eisenhexacyanoferrat (II)
T	19	1 g	Lösen in HNO_3/HCl , Extraktion des Thiocyanato-Komplexes mit Methylisobutylketon	Titration, EDTA mit Indikator Xylenolorange
T	11	0,5 g	Lösen in HNO_3 , Entfernung des Cu durch Elektrolyse, Extraktion des Thiocyanato- Komplexes mit Methylisobutylketon	Titration, EDTA mit Indikator Xylenolorange
A	3	1 g	Lösen in HNO_3/HCl	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	15	1 g	Lösen in HNO_3/HCl (Mikrowellenaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
RFA	11	0,5 g	Lösen in HNO_3	Röntgenfluoreszenzanalyse
RFA	6	1 g	Lösen in $\text{HNO}_3/\text{HF}/\text{HBF}_4$ (Mikrowellenaufschluß)	Röntgenfluoreszenzanalyse

Tabelle 2: Analysenverfahren für die Bestimmung von Zink

Pb - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor- Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
EG	18	ca. 1 g	Lösen in HNO_3/HF	Elektrogravimetrie
G	1	2,5 g	Abgetrenntes PbSO_4 der Cu-Bestimmung auflösen, ausfällen als PbCrO_4	Gravimetrie
A	3	1 g	Lösen in $\text{HNO}_3/\text{HBF}_4$	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	19	1 g	Lösen in HCl/HNO_3	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2, 6	1 g	Lösen in HNO_3/HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4, 5, 13	1 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	7	0,5 g	Lösen in HCl/HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	8	1 g	Lösen in HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	10	1 g	Lösen in HNO_3/HF (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	15	1 g	Lösen in HCl/HNO_3 (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
PAA	14	1,7-2 g	aus Probenmaterial Späne fertigen, die in ca. 15 cm Entfernung zum Detektor gemessen wurden (Quasipunktgeometrie)	Photonenaktivierungsanalyse PAA

Tabelle 3: Analysenverfahren für die Bestimmung von Blei

Ag - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	1, 3, 16	1g	Lösen in HNO_3	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	6 18	1 g 0,5 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
E	13	1 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung ET AAS
I	5, 13	1 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	2	1 g	Lösen in HNO_3/HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	7 8	0,5 g 1 g	Lösen in HCl/HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	10	1 g	Lösen in HNO_3/HF (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	15	1 g	Lösen in HCl/HNO_3 (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
NAA	14	30-40 mg	zerspante Probe in Quarzampulle einwiegen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse NAA

Tabelle 4: Analysenverfahren für die Bestimmung von Silber

Al – Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor- Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	0,5 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂ , Abtrennung über Ionenaustauscher	Photometrie, Bestimmung mit Chromazurol S
A	3, 19	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	4, 5, 6, 13	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	2	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF,	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	8	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	10	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	15	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃ (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	18	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 5: Analysenverfahren für die Bestimmung von Aluminium

As – Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1 19	1 g 0,5 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂ , As mit Toluol extrahieren, Reextraktion mit H ₂ O	Photometrie, Bestimmung als Molybdänblau
P	3	0,5 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂ , As mit Zn als AsH ₃ abtrennen	Photometrie, Bestimmung mit Silberdiethyldithiocarbamat
E	1, 6	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung ET AAS
HA	16	1 g	Lösen in HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie, Hydridtechnik mit FIAS
I	4, 5, 6, 13a	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13b	1 g	Lösen in HNO ₃	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	2	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	7 8	0,5 g 1 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	10	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	15	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃ (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	18	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
NAA	14	30-40 mg	zerspante Probe in Quarzampulle einwiegen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse NAA
PAA	14	1,5-2 g	aus Probenmaterial Ronden fertigen (Durchmesser 20 mm, Dicke ca. 0,6-0,8 mm)	Photonenaktivierungsanalyse PAA

Tabelle 6: Analysenverfahren für die Bestimmung von Arsen

Bi - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor- Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	2	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	3	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	6	2 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
E	13	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung ET AAS
E	10	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF (Mikrowellenaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung ET AAS
E	18	0,1 g	Lösen in HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung ET AAS
HA	16	1 g	Lösen in HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie, Hydridtechnik mit FIAS
I	2	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	8 15	1 g 2 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 7: Analysenverfahren für die Bestimmung von Bismut

Cd – Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor- Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	1, 16	1 g	Lösen in HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	3	1	Lösen in HNO ₃ /HBF ₄	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	6 18	1 g 0,5 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	15	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃ (Mikrowellenaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	19	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	4, 5, 13a	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13b	1 g	Lösen in HNO ₃	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	2	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF,	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	7 8	0,5 g 1 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	10	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
PAA	14	1,5-2 g	aus Probenmaterial Späne fertigen, die in ca. 15 cm Entfernung zum Detektor gemessen wurden (Quasipunktgeometrie)	Photonenaktivierungsanalyse PAA

Tabelle 8: Analysenverfahren für die Bestimmung von Cadmium

Co – Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor- Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	6 18	1 g 0,5 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	15	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃ (Mikrowellenaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	16	1 g	Lösen in HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	19	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF,	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4, 5, 13	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	8	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	10	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
NAA	14	30-40 mg	zerspante Probe in Quarzampulle einwägen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse NAA

Tabelle 9: Analysenverfahren für die Bestimmung von Cobalt

Fe - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor- Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂ ; Extraktion mit Methylisobutylketon, Rückextraktion	Photometrie, Bestimmung mit 1,10-Phenanthrolin
P	19	2,5 g	Lösen in HNO ₃ , Addition von H ₃ BO ₃ , Cu durch Elektrolyse abtrennen	Photometrie, Bestimmung mit 1,10-Phenanthrolin
A	1 16	0,3 g 1 g	Lösen in HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	3	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	6 18	1 g 0,05 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	9	0,5 g	Lösen in HNO ₃ , Entfernung des Cu durch Elektrolyse	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	15	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃ (Mikrowellenaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF,	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4, 5, 13, 18	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	7 8	0,5 g 1 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	10	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 10: Analysenverfahren für die Bestimmung von Eisen

Mn - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	1	1 g	Lösen in HNO_3 , Cu durch Elektrolyse abtrennen	Photometrie, Bestimmung als Permanganat
P	6	0,5 g	Lösen in H_3BO_3 , HF, HNO_3	Photometrie, Bestimmung als Permanganat
A	3, 19	1 g	Lösen in HCl/HNO_3 , Addition von LaCl_3	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	15	1 g	Lösen in HCl/HNO_3 (Mikrowellenaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	18	0,25 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	19	1 g	Lösen in HCl/HNO_3 , Addition von LaCl_3	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	1 g	Lösen in HNO_3/HF ,	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4, 5, 6, 13a	1 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13b, 16	1 g	Lösen in HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	7 8	0,5 g 1 g	Lösen in HCl/HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	10	1 g	Lösen in HNO_3/HF (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
PAA	14	1,5-2 g	aus Probenmaterial Ronden fertigen, (Durchmesser 20 mm, Höhe ca. 1 mm)	Photonenaktivierungsanalyse PAA

Tabelle 11: Analysenverfahren für die Bestimmung von Mangan

Ni - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	19	2,5 g	Lösen in HNO_3 , Addition von H_3BO_3 , Cu durch Elektrolyse abtrennen	Photometrie, Bestimmung mit Diacetyldioxim
A	3	1 g	Lösen in HCl/HNO_3	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	15	1 g	Lösen in HCl/HNO_3 (Mikrowellenaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	18	0,25 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	1 g	Lösen in HNO_3/HF ,	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4, 5, 6, 13a	1 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	7 8	0,5 g 1 g	Lösen in HCl/HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	10	1 g	Lösen in HNO_3/HF (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13b, 16	1 g	Lösen in HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
PAA	14	1,5-2 g	aus Probenmaterial Späne fertigen, die in ca. 15 cm Entfernung zum Detektor gemessen wurden (Quasipunktgeometrie)	Photonenaktivierungsanalyse PAA

Tabelle 12: Analysenverfahren für die Bestimmung von Nickel

P - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor- Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
P	3	1 g	Lösen in HNO_3 , Entfernen der störenden Elemente durch Abrauchen mit HClO_4 , HF und HBr, Extraktion als Molybdätophosphorsäure mit Isobutanol	Photometrie, Bestimmung als Molybdänblau
I	4, 5	1 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	7 8	0,5 g 1 g	Lösen in HCl/HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	10	1 g	Lösen in HNO_3/HF (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	15	1 g	Lösen HCl/HNO_3 (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle 13: Analysenverfahren für die Bestimmung von Phosphor

Sb - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor- Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	2	1 g	Lösen in HNO_3/HF	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	6	2 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	19	1 g	Lösen in HCl/HNO_3	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
E	10	1 g	Lösen in HNO_3/HF (Mikrowellenaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung ET AAS
E	13	1 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung ET AAS
HA	16	1 g	Lösen in HNO_3	Atomabsorptionsspektrometrie, Hydridtechnik mit FIAS
I	4, 5	1 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	8	1 g	Lösen in HCl/HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	1 g	Lösen in HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	15	1 g	Lösen in HCl/HNO_3 (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	18	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
NAA	14	30-40 mg	zerspante Probe in Quarzampulle einwägen, Ampulle abschmelzen	Neutronenaktivierungsanalyse NAA
PAA	14	1,5-2 g	aus Probenmaterial Ronden fertigen, (Durchmesser 20 mm, Höhe ca. 1 mm)	Photonenaktivierungsanalyse PAA

Tabelle 14: Analysenverfahren für die Bestimmung von Antimon

Si - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor- Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
G	1, 6	10 g	Lösen in HCl/HNO ₃ , Entfernen des Sn durch Abrauchen mit HBr, Zusatz von HClO ₄	Gravimetrie
E	13	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung ET AAS
I	2	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	5	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP-OES
I	7	0,5 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	10	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	15	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃ (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	18	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃ unter Zusatz von Boratlösung und HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES

Tabelle15: Analysenverfahren für die Bestimmung von Silicium

Sn - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor- Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	3 6	2,5 g 2 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	16	1 g	Lösen in HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	19	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
I	2	1 g	Lösen in HNO ₃ /HF	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	4, 5, 13a	1 g	Lösen in HCl/H ₂ O ₂	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	7	0,5 g	Lösen in HCl/HNO ₃	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13b	1 g	Lösen in HNO ₃	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	15	1 g	Lösen in HCl/HNO ₃ (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	18	1 g	Lösen in Königswasser	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
PAA	14	1,5-2 g	aus Probenmaterial Ronden fertigen, (Durchmesser 20 mm, Höhe ca. 1 mm)	Photonenaktivierungsanalyse PAA

Tabelle 16: Analysenverfahren für die Bestimmung von Zinn

Te - Bestimmung

Methode (Abk.)	Labor-Nr.	Einwaage	Probenvorbereitung	Bestimmungsmethode
A	2	1 g	Lösen in HNO_3/HF	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	3	2 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$, Precipitation mit hypophosphoriger Säure und As	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	6	2 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
A	19	1 g	Lösen in HCl/HNO_3	Atomabsorptionsspektrometrie mit Flammenatomisierung F AAS
E	10	1 g	Lösen in HNO_3/HF (Mikrowellenaufschluß)	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung ET AAS
E	13	1 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung ET AAS
E	18	0,1 g	Lösen in HNO_3	Atomabsorptionsspektrometrie mit thermischer Atomisierung ET AAS
I	5	1 g	Lösen in $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2$	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	8	1 g	Lösen in HCl/HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	13	1 g	Lösen in HNO_3	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
I	15	1 g	Lösen in HCl/HNO_3 (Mikrowellenaufschluß)	Plasmaemissionsspektrometrie ICP OES
PAA	14	1,5-2 g	aus Probenmaterial Ronden fertigen, (Durchmesser 20 mm, Höhe ca. 1 mm)	Photonenaktivierungsanalyse PAA

Tabelle 17: Analysenverfahren für die Bestimmung von Tellur

5.4 Analysenergebnisse und statistische Betrachtung

Die Ergebnisse des Zertifizierungs-Ringversuches sind in den Tabellen 19 bis 35 aufgelistet. Die Tabellen zeigen neben den Einzelwerten der Laboratorien (Messreihen) die jeweiligen Messreihen-Mittelwerte sowie die dazugehörigen Standardabweichungen.

In den Abbildungen 1 bis 17 sind in entsprechenden Diagrammen die Messreihen-Mittelwerte sowie die Standardabweichungen der Einzelwerte graphisch dargestellt.

Die Mittelwerte der Meßreihen aller Laboratorien wurden dem Grubbs-Test unterworfen (Signifikanzniveau 5%). 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 5%). 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.

Mit Hilfe des Cochran-Testes (Signifikanzniveau 1%) wurden die Varianzen auf Homogenität geprüft. Bei den Datensätzen einiger Elemente (Cu, Zn, Pb, As, Si, Zn) wurden dabei Varianzenausreißer festgestellt. Aus folgenden Gründen wurden jedoch alle Datensätze für die Berechnung der zertifizierten Werte berücksichtigt:

- bei der Zertifizierung wird der Einsatz möglichst mehrerer unterschiedlicher Bestimmungsmethoden angestrebt, gegebenenfalls auf Kosten der Präzision (Cu, Zn, Pb, Si, Sn),
- der Datensatz ist repräsentativ für den zertifizierten Wert (As).

Da im Zertifizierungsringversuch sehr unterschiedliche Methoden eingesetzt werden und die Varianzen nicht für alle Elemente homogen sind, wird der zertifizierte Wert nicht durch Pooling sondern als Mittelwert der Messreihen-Mittelwerte berechnet.

Die erhaltenen Analysendaten sowie die verwendeten Analysenverfahren mit möglichen Fehlerquellen und die erreichbare Präzision wurden auf der nachfolgenden Arbeitssitzung des Arbeitsausschusses „Kupfer“ des Chemikerausschusses der GDMB abschließend diskutiert und für die Zertifizierung akzeptiert. Die für das Element Phosphor vorliegenden Werte reichen für eine Zertifizierung nicht aus, so dass dieser Wert nur als Richtwert angegeben wird.

Die zertifizierten Werte sind in Tabelle 18 dargestellt. Es handelt sich dabei um die Mittelwerte der Messreihen-Mittelwerte.

Tabelle 18: Zertifizierte Werte der Probe BAM - 375

Element	Massenanteil	Unsicherheit*
	in %	in %
Cu	58,32	± 0,05
Zn	38,02	± 0,08
Pb	2,90	± 0,03
Fe	0,00207	± 0,004

Element	Massenanteil	Unsicherheit*
	in %	in %
Ni	1053	± 15
Sn	2090	± 24

Element	Massenanteil	Unsicherheit*
	in µg/g	in µg/g
Ag	166	± 4
Al	270	± 5
As	231	± 4
Bi	68,6	± 2,5
Cd	85,9	± 2,1
Co	196,4	± 2,8
Mn	222	± 3
Si	211	± 14
Sb	122	± 4
Te	53,8	± 2,4

Folgender Massenanteil wird als Richtwert gegeben:

Element	Massenanteil	Unsicherheit*
	in µg/g	in µg/g
P	8,6	± 1,2

*Vertrauensbereich bei einem Vertrauensniveau von 95%

Cu-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	10/RFA	15/EG	1a/EG	4/EG	19/EG	18/EG	1b/EG	8/EG	5/EG	2/EG	3/EG	6/EG	Ges.
EW[%]	58,42	58,20	58,30	58,27	58,26	58,31	58,32	58,36	58,36	58,39	58,36	58,46	N
	58,13	58,25	58,31	58,28	58,30	58,27	58,26	58,33	58,37	58,33	58,40	58,43	12
	58,17	58,21	58,32	58,29	58,30	58,29	58,34	58,37	58,39	58,37	58,40	58,41	
	58,21	58,21	58,20	58,29	58,30	58,35	58,32	58,31	58,35	58,40	58,36	58,43	
	58,19	58,24	58,30	58,30	58,30	58,34	58,32	58,35	58,38	58,37	58,41	58,44	
	58,07	58,21	58,31	58,32	58,34	58,34	58,33	58,33	58,36	58,37	58,40	58,46	
			58,29				58,32						
							58,34						
							58,35						
							58,36						
MW [%]	58,198	58,220	58,290	58,292	58,300	58,317	58,326	58,342	58,368	58,372	58,388	58,438	58,32
s[%]	0,1194	0,0200	0,0408	0,0172	0,0253	0,0320	0,0269	0,0223	0,0147	0,0240	0,0223	0,0194	0,07
$\bar{s}$ [%]													0,03
s _{rel}	0,0021	0,0003	0,0007	0,0003	0,0004	0,0005	0,0005	0,0004	0,0003	0,0004	0,0004	0,0003	0,0012

Tabelle 19: Analysenergebnisse der Kupfer-Bestimmung

EW: Einzelwert

MW: Mittelwert der Messreihe

s: Standardabweichung der Einzelwerte

$\bar{s}$: arithmetisches Mittel der Standardabweichungen

s_{rel}: relative Standardabweichung

Cu-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

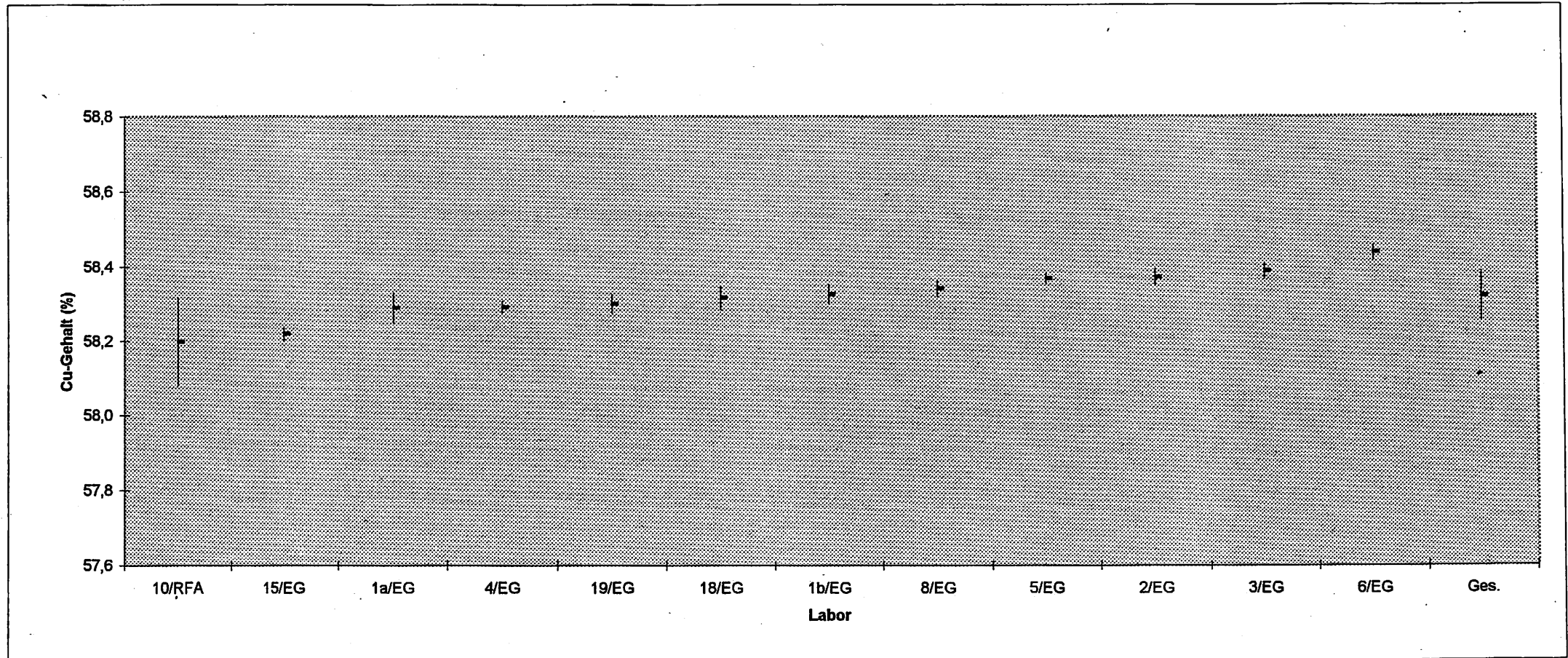


Abbildung 1: Analysenergebnisse der Kupfer-Bestimmung

Zn-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	19/T	15/A	1/T	9/T	11/RFA	10/RFA	11/T	3/A	Ges.
EW[%]	37,88	37,90	37,93	38,10	37,87	38,18	37,99	38,25	N
	37,82	37,72	37,96	38,01	38,02	38,04	37,99	38,29	8
	37,88	37,75	38,00	37,89	38,05	38,01	38,15	38,20	
	37,88	37,92	38,01	37,99	37,99	38,06	37,99	38,14	
	37,82	38,27	37,94	38,10	38,18	38,01	38,15	38,14	
	37,88	38,10	37,99	37,98	38,06	37,92	38,15	38,12	
			38,15	37,90					
MW [%]	37,86	37,94	38,00	38,00	38,03	38,04	38,07	38,19	38,02
s[%]	0,031	0,210	0,074	0,084	0,101	0,085	0,088	0,069	0,10
$\bar{s}$ [%]									0,09
s _{rel}	0,001	0,006	0,002	0,002	0,003	0,002	0,002	0,002	0,003

Tabelle 20: Analysenergebnisse der Zink-Bestimmung

Zn-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

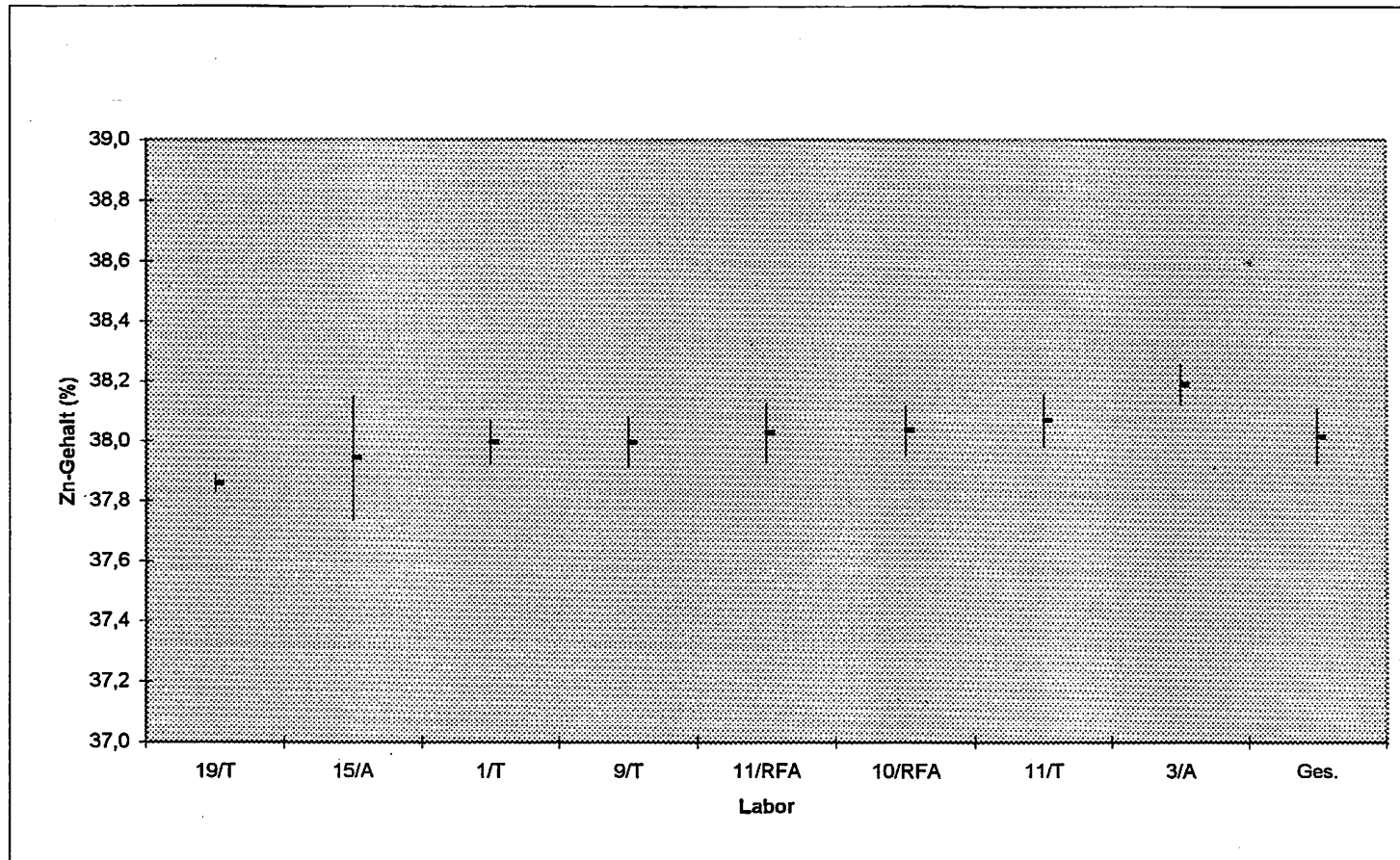


Abbildung 2: Analysenergebnisse der Zink-Bestimmung

Pb-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	1/G	2/I	14/PAA	10/I	6/I	3/A	4/I	5/I	15/I	18/EG	8/I	19/A	13/I	7/I	Ges.
EW[%]	2,81	2,85	2,77	2,837	2,872	2,899	2,893	2,902	2,93	2,92	2,92	2,949	2,987	3,01	N 14
	2,82	2,83	2,90	2,850	2,869	2,889	2,899	2,894	2,97	2,92	2,93	2,959	2,953	2,97	
	2,82	2,82	2,92	2,856	2,858	2,882	2,900	2,921	2,93	2,94	2,96	2,947	2,990	2,95	
	2,81	2,84	2,80	2,858	2,866	2,906	2,902	2,941	2,90	2,95	2,95	2,999	2,968	2,97	
	2,81	2,82	2,86	2,858	2,863	2,914	2,904	2,942	2,92	2,94	2,98	2,943	2,921	2,98	
	2,85	2,83		2,853	2,860	2,904	2,904	2,900	2,90	2,93	2,96	2,985	[2,852]	3,03	
	2,84													3,02	
MW [%]	2,822	2,832	2,850	2,852	2,865	2,899	2,900	2,917	2,925	2,933	2,950	2,964	2,964	2,990	2,90
s[%]	0,0158	0,0117	0,0640	0,0080	0,0054	0,0117	0,0041	0,0213	0,0259	0,0121	0,0219	0,0230	0,0282	0,0300	0,05
$\bar{s}$ [%]															0,020
s _{rel}	0,0056	0,0041	0,0225	0,0028	0,0019	0,0040	0,0014	0,0073	0,0088	0,0041	0,0074	0,0078	0,0095	0,0100	0,018

Tabelle 21: Analysenergebnisse der Blei-Bestimmung

Pb-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

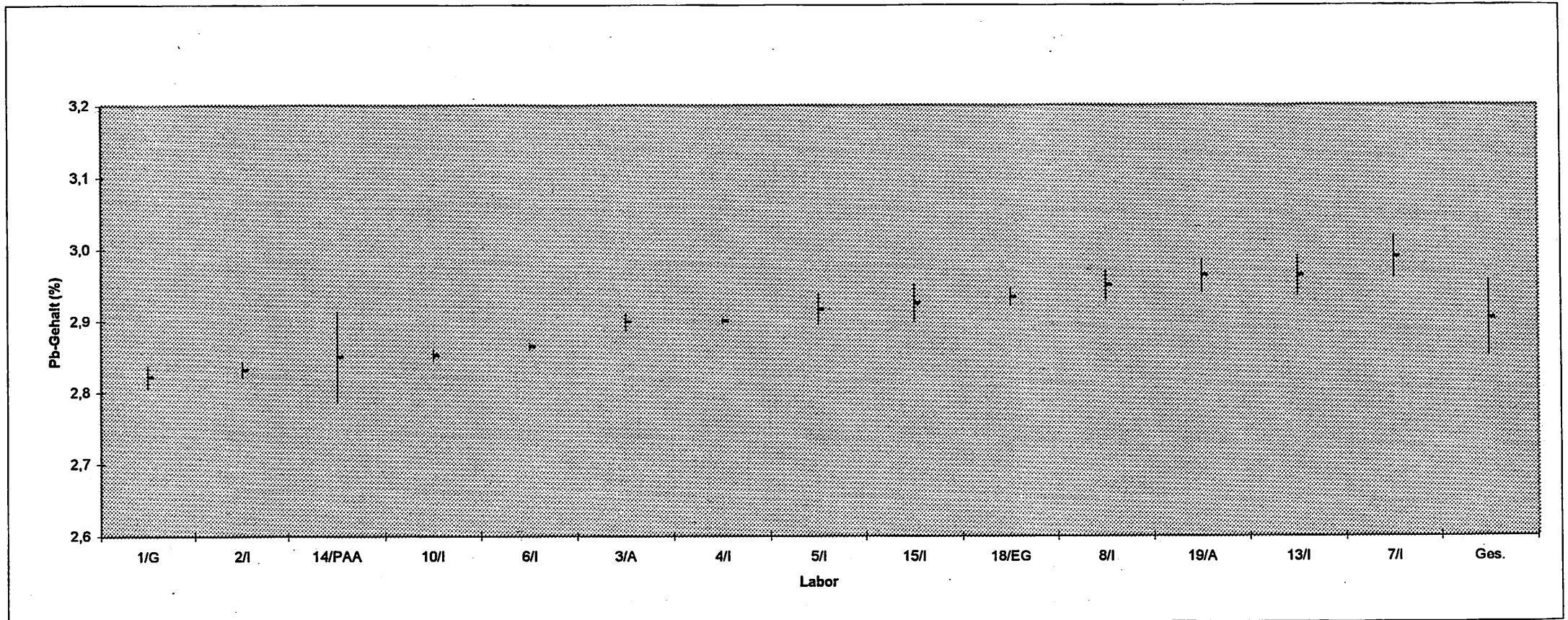


Abbildung 3: Analysenergebnisse der Blei-Bestimmung

Ag-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	15/I	6/A	7/I	5/I	13/E	13/I	8/I	14/NAA	18/A	1/A	16/A	10/I	3/A	Ges.
EW[$\mu\text{g/g}$]	151	156,3	154	165,1	168,8	161,8	171	163,9	166,8	171,7	170,0	175,6	176,4	N
	152	158,5	159	161,3	165,3	165,3	169	165,5	170,2	168,7	172,1	174,4	176,9	13
	155	159,3	[141]	165,2	164,7	166,0	169	169,0	165,7	169,5	172,5	174,1	176,8	
	154	157,6	168	165,0	167,2	166,7	166	[180,3]	169,5	169,0	172,7	176,3	175,1	
	153	156,2	158	161,4	164,2	169,0	166	172,7	171,6	169,5	173,5	175,7	174,7	
	153	156,3	164	164,0	162,0	166,8	165	169,3	168,5	170,9	174,4	174,4	175,4	
MW [$\mu\text{g/g}$]	153,00	157,37	160,60	163,67	165,37	165,93	167,67	168,08	168,72	169,89	172,53	175,08	175,88	166
s[$\mu\text{g/g}$]	1,414	1,320	5,459	1,846	2,379	2,376	2,338	3,457	2,189	1,161	1,487	0,898	0,937	7
$\bar{s}$ [$\mu\text{g/g}$]														2,1
s_{rel}	0,009	0,008	0,034	0,011	0,014	0,014	0,014	0,021	0,013	0,007	0,009	0,005	0,005	0,04

Tabelle 22: Analysenergebnisse der Silber-Bestimmung

Ag-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

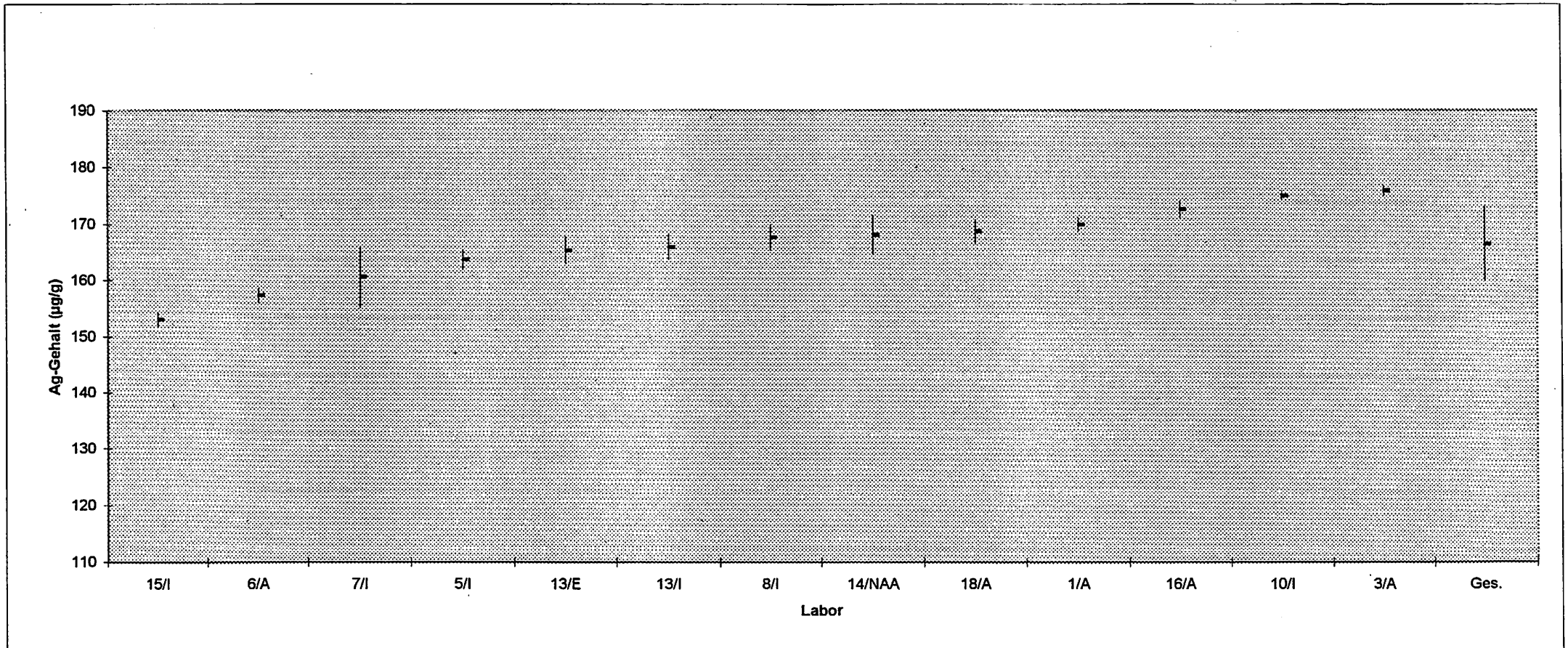


Abbildung 4: Analysenergebnisse der Silber-Bestimmung

Al-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	2/I	15/I	1/I	4/I	19/A	1/P	8/I	18/I	3/A	10/I	6/I	5/I	Ges.
EW[μg/g]	257	259	260,7	264,5	263,7	265,5	269	269,4	275,0	272,9	267,2	275,6	N
	257	259	262,4	264,6	266,7	266,1	270	265,4	273,4	272,4	273,4	273,7	12
	254	259	260,2	264,8	266,7	267,6	267	266,1	271,2	271,5	284,1	282,3	
	254	258	263,8	265,1	265,2	269,6	269	270,3	268,4	281,8	278,3	281,7	
	259	260	263,4	265,6	262,9		267	270,8	258,3	269,4	281,8	281,3	
	256	262	259,3	266,3	268,4		264	271,7	275,0	267,7	275,2	276,5	
MW [μg/g]	256,17	259,50	261,63	265,15	265,60	267,20	267,67	268,95	270,22	272,62	276,67	278,52	267
s[μg/g]	1,941	1,378	1,832	0,689	2,065	1,828	2,160	2,597	6,359	4,904	6,111	3,687	7
$\bar{s}$ [μg/g]													3
s _{rel}	0,008	0,005	0,007	0,003	0,008	0,007	0,008	0,010	0,024	0,018	0,022	0,013	0,02

Tabelle 23: Analysenergebnisse der Aluminium-Bestimmung

Al-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

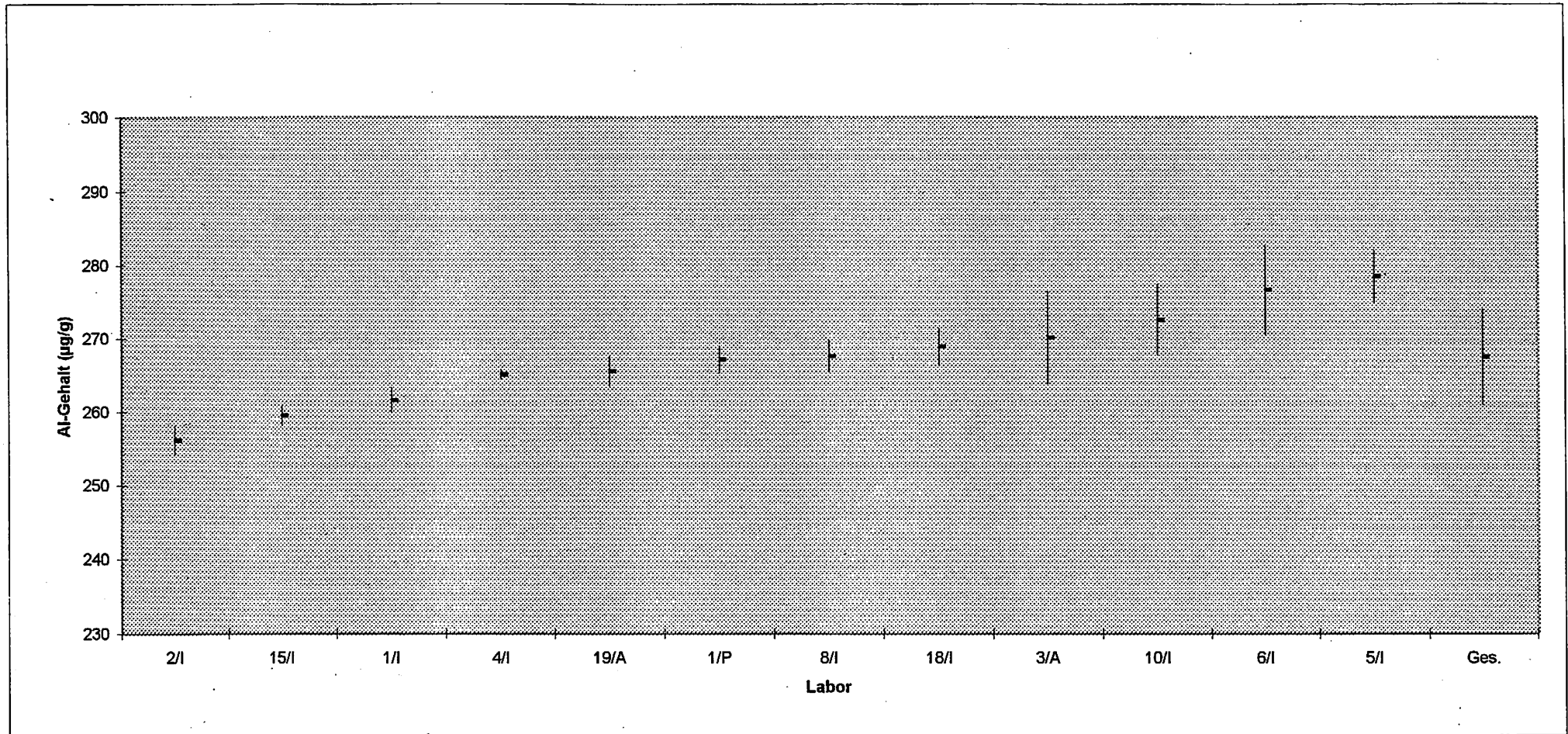


Abbildung 5: Analysenergebnisse der Aluminium-Bestimmung

As-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	16/HA	13a/I	3/P	14/NAA	10/I	14/PAA	8/I	2/I	5/I	15/I	18/I	13b/I	7/I	13/E	1/P	4/I	19/P	6/I	Ges.
EW[μg/g]	211,6	222,1	214,0	214,6	227,2	223,6	230	234	230,1	228	234,1	232,1	230,0	240,4	240,8	239,7	236,1	244,4	N
	211,9	224,7	221,4	216,6	224,8	231,0	229	227	228,2	233	232,1	226,3	244,0	239,4	235,7	239,7	236,1	243,7	18
	213,5	223,3	217,7	224,8	225,6	229,4	229	228	229,5	235	230,2	234,0	224,0	236,8	244,8	239,8	241,5	251,6	
	213,7	220,8	220,9	237,6	229,7	226,8	228	227	230,8	233	235,5	236,7	239,0	234,6	236,4	239,9	240,1	250,2	
	213,9	214,6	224,6	228,4	224,5	231,1	226	224	228,9	231	230,1	234,4	248,0	236,4	236,8	240,0	242,2	251,4	
	214,9	220,5	227,6	221,3	222,0	224,8	226	235	229,3	231	231,8	232,6	214,0	234,0	239,6	240,0	243,5	246,7	
															243,8				
MW [μg/g]	213,25	221,00	221,03	223,88	225,63	227,78	228,00	229,17	229,47	231,83	232,30	232,69	233,17	236,93	239,70	239,85	239,92	248,00	231
s[μg/g]	1,261	3,505	4,829	8,430	2,614	3,204	1,673	4,355	0,909	2,401	2,146	3,534	12,906	2,548	3,636	0,138	3,154	3,536	8
$\bar{s}$ [μg/g]																			4
s _{rel}	0,006	0,016	0,022	0,038	0,012	0,014	0,007	0,019	0,004	0,010	0,009	0,015	0,055	0,011	0,015	0,001	0,013	0,014	0,04

Tabelle 24: Analysenergebnisse der Arsen-Bestimmung

As-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

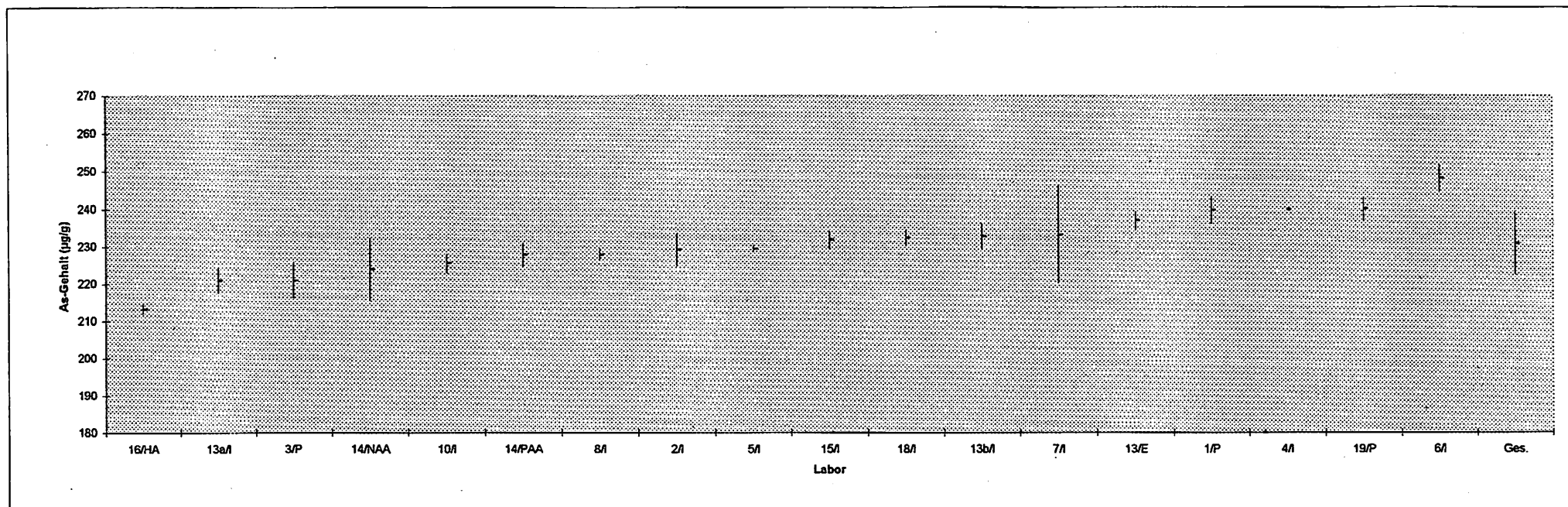


Abbildung 6: Analysenergebnisse der Arsen-Bestimmung

Bi-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	15/I	8/I	16/HA	5/I	2/A	13/E	6/A	4/I	10/E	3/A	18/E	Ges.
EW[μg/g]	64	62	63,39	64,6	70	71,28	69,20	69,62	71,50	71,66	72,6	N
	62	65	63,59	61,7	66	67,88	68,90	69,79	71,94	69,39	72,4	11
	63	64	63,84	66,5	65	67,40	67,00	69,94	73,46	69,93	73,7	
	63	62	64,34	72,5	66	66,23	68,90	70,09	72,01	75,95	74,1	
	59	68	65,22	72,1	66	65,48	69,20	70,16	73,48	76,91	73,5	
	61	56	66,81	63,4	68	66,63	68,40	70,70	70,47	73,88	73,7	
MW [μg/g]	62,00	62,83	64,53	66,80	66,83	67,48	68,60	70,05	72,14	72,95	73,33	68,0
s[μg/g]	1,789	4,021	1,294	4,540	1,835	2,044	0,837	0,374	1,166	3,131	0,677	3,9
$\bar{s}$ [μg/g]												2,0
s _{rel}	0,029	0,064	0,020	0,068	0,027	0,030	0,012	0,005	0,016	0,043	0,009	0,06

Tabelle 25: Analysenergebnisse der Bismut-Bestimmung

Bi-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

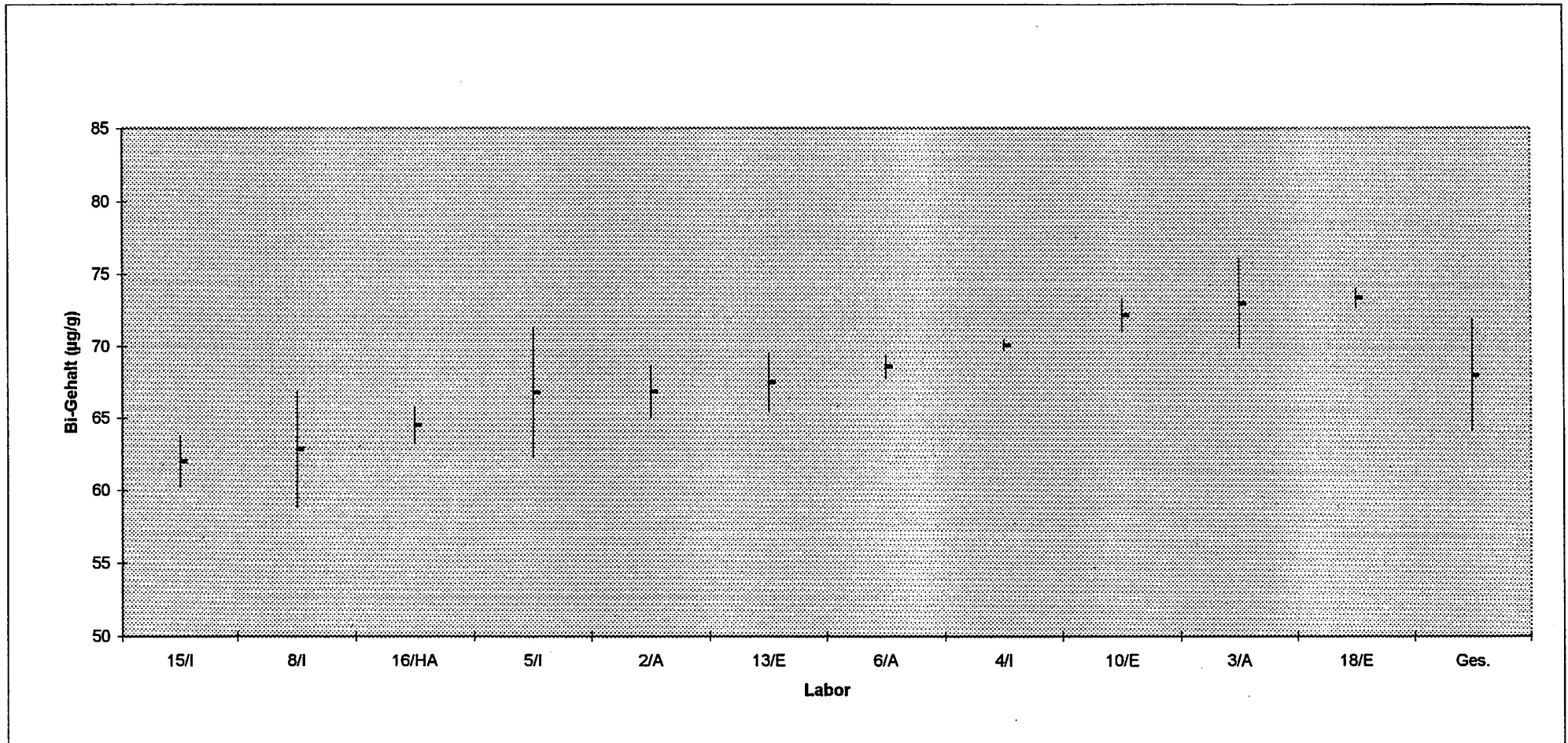


Abbildung 7: Analysenergebnisse der Bismut-Bestimmung

Cd-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	5/I	13a/I	15/A	1/A	18/A	2/I	4/I	19/A	16/A	3/A	10/I	13b/I	14/PAA	8/I	7/I	6/A	Ges.
EW[µg/g]	80,5	81,9	83	82,5	83,1	84	84,1	84,3	85,0	84,7	87,8	88,3	91,4	88	92	94,7	N
	80,4	82,2	82	82,9	84,0	83	84,2	84,3	85,2	85,0	86,9	87,8	86,0	90	92	95,6	16
	80,6	81,9	82	82,7	84,7	86	84,2	84,3	85,2	85,0	86,8	87,5	88,8	86	91	95,7	
	79,7	81,0	82	82,4	83,3	83	84,3	84,6	85,4	86,6	87,0	87,8	91,4	94	91	95,5	
	82,2	80,4	83	82,3	83,0	82	84,3	83,7	85,4	86,7	86,5	87,4	85,6	89	91	94,6	
	82,0	80,2	82	82,3	83,9	84	84,3	84,3	85,5	86,2	86,3	87,3		92	92	96,5	
															92		
MW [µg/g]	80,90	81,27	82,33	82,51	83,67	83,67	84,23	84,25	85,28	85,70	86,88	87,67	88,64	89,83	91,57	95,43	85,9
s[µg/g]	0,984	0,852	0,516	0,259	0,653	1,366	0,082	0,295	0,188	0,899	0,519	0,368	2,805	2,858	0,535	0,703	4
$\bar{s}$ [µg/g]																	0,9
s_{rel}	0,012	0,010	0,006	0,003	0,008	0,016	0,001	0,004	0,002	0,010	0,006	0,004	0,032	0,032	0,006	0,007	0,05

Tabelle 26: Analysenergebnisse der Cadmium-Bestimmung

Cd-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

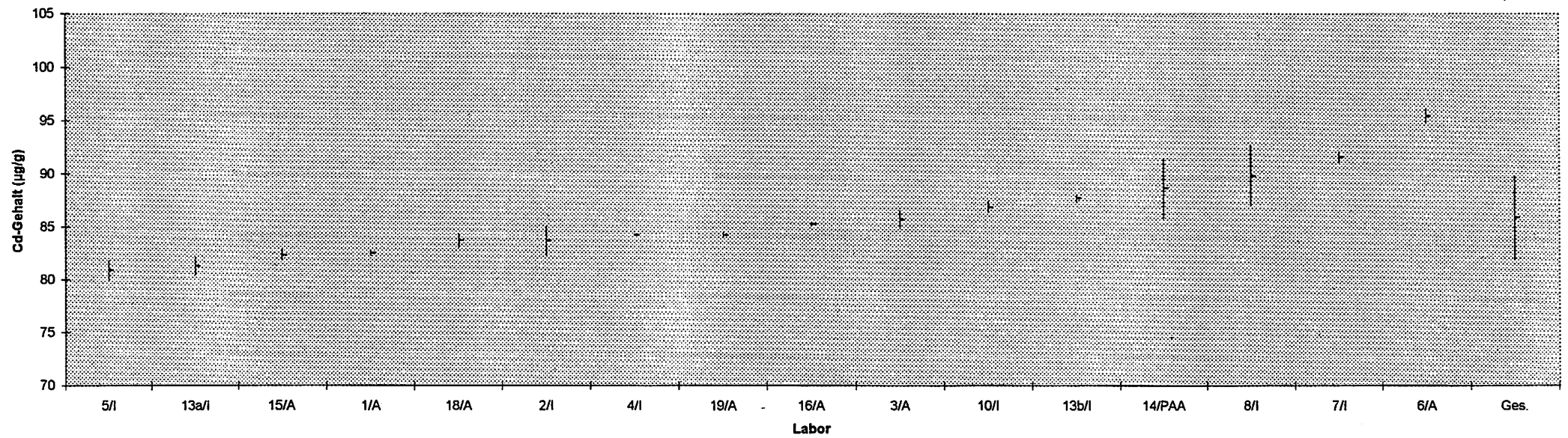


Abbildung 8: Analysenergebnisse der Cadmium-Bestimmung

Co-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	15/A	4/I	13/I	2/I	8/I	18/A	16/A	14/NAA	5/I	10/I	19/A	6/A	Ges.
EW[μg/g]	187	191,4	192,9	196	200	193,7	196,0	192,9	200,5	202,6	201,1	205,1	N
	186	191,8	194,1	197	195	194,0	196,0	191,9	199,6	201,1	199,0	203,1	12
	186	191,8	192,6	195	198	199,3	196,1	197,2	198,7	200,5	204,2	203,8	
	188	191,9	193,2	196	197	194,8	196,5	204,1	197,2	200,0	202,1	201,6	
	190	192,1	191,1	195	194	196,2	197,4	199,8	198,1	200,0	201,0	203,2	
	187	192,2	190,9	194	190	196,3	197,5	196,8	199,7	198,5	203,1	203,3	
MW [μg/g]	187,33	191,87	192,47	195,50	195,67	195,72	196,58	197,12	198,97	200,45	201,75	203,35	196,4
s[μg/g]	1,506	0,280	1,244	1,049	3,502	2,062	0,697	4,496	1,203	1,361	1,816	1,133	5
$\bar{s}$ [μg/g]													1,7
s _{rel}	0,008	0,001	0,006	0,005	0,018	0,011	0,004	0,023	0,006	0,007	0,009	0,006	0,025

Tabelle 27: Analysenergebnisse der Cobalt-Bestimmung

Co-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

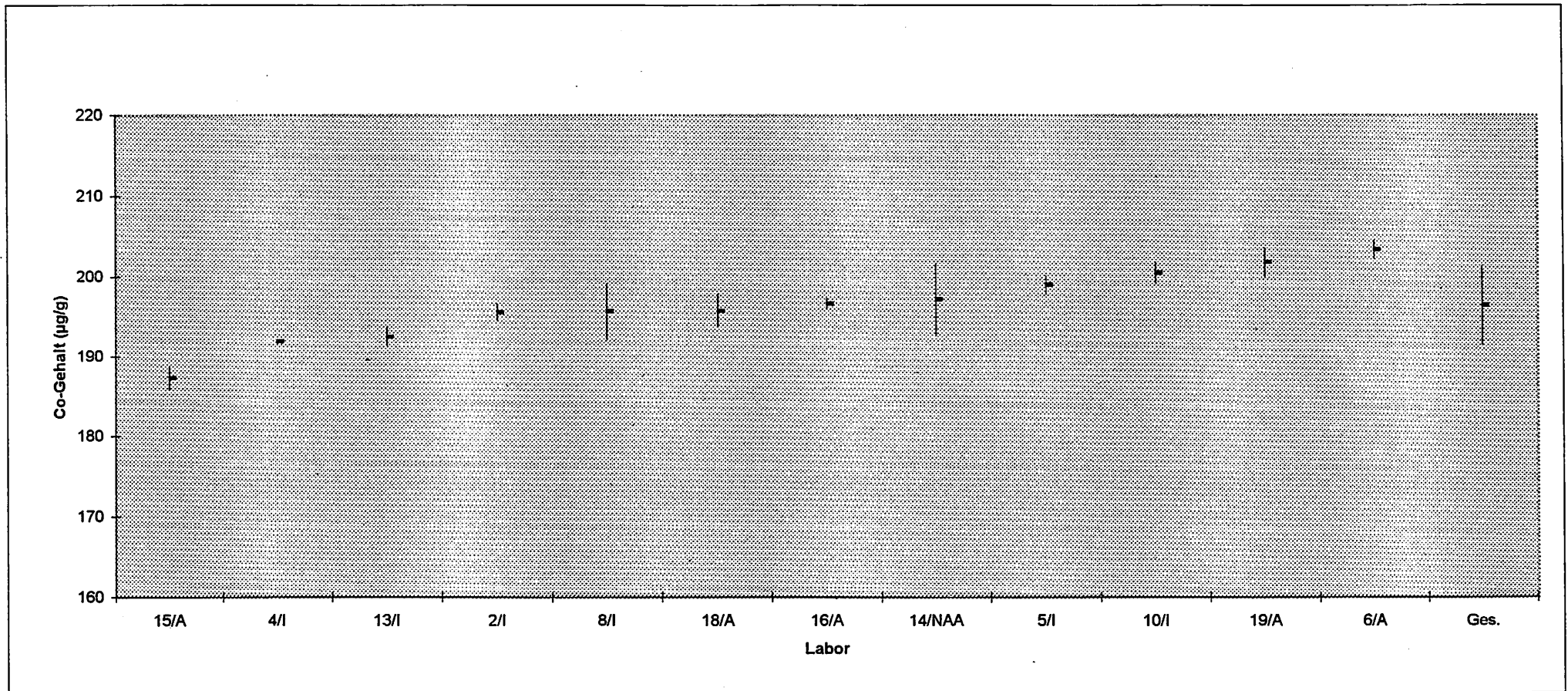


Abbildung 9: Analysenergebnisse der Cobalt-Bestimmung

Fe-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	16/A	7/I	18/A	15/A	1/A	6/A	18/I	2/I	1/P	5/I	3/A	10/I	4/I	9/A	19/P	13/I	8/I	Ges.
EW[µg/g]	1900	1980	1991	1995	2014	2040	2069	2053	2133	2103	2114	2144	2128	2180	2174	2189	2200	N
	1907	1990	1999	2039	2019	2050	2006	2025	2019	2097	2123	2130	2131	2110	2135	2190	2200	17
	1907	2020	1973	2019	2020	2030	2025	2030	2087	2107	2110	2118	2140	2170	2144	2164	2190	
	1909	1950	2006	1994	2008	2020	2024	2025	2043	2089	2118	2124	2142	2040	2135	2169	2170	
	1910	1890	2021	1964	2012	1980	2005	2036	2057	2099	2135	2122	2142	2210	2164	2160	2180	
	1910	1940	1992	2054	2006	2000	2006	2027	2213	2110	2123	2105	2142	2160	2164	2144	2120	
		2060												2190				
MW [µg/g]	1907,2	1975,7	1997,0	2010,8	2013,2	2020,0	2022,5	2032,7	2092,1	2100,8	2120,5	2123,8	2137,5	2151,4	2152,7	2169,3	2176,7	2071
s[µg/g]	3,76	55,63	16,11	33,02	5,67	26,08	24,58	10,78	71,33	7,55	8,73	12,94	6,32	58,15	16,80	17,73	30,11	79
$\bar{s}$ [µg/g]																		24
s _{rel}	0,0020	0,0282	0,0081	0,0164	0,0028	0,0129	0,0122	0,0053	0,0341	0,0036	0,0041	0,0061	0,0030	0,0270	0,0078	0,0082	0,0138	0,04

Tabelle 28: Analysenergebnisse der Eisen-Bestimmung

Fe-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

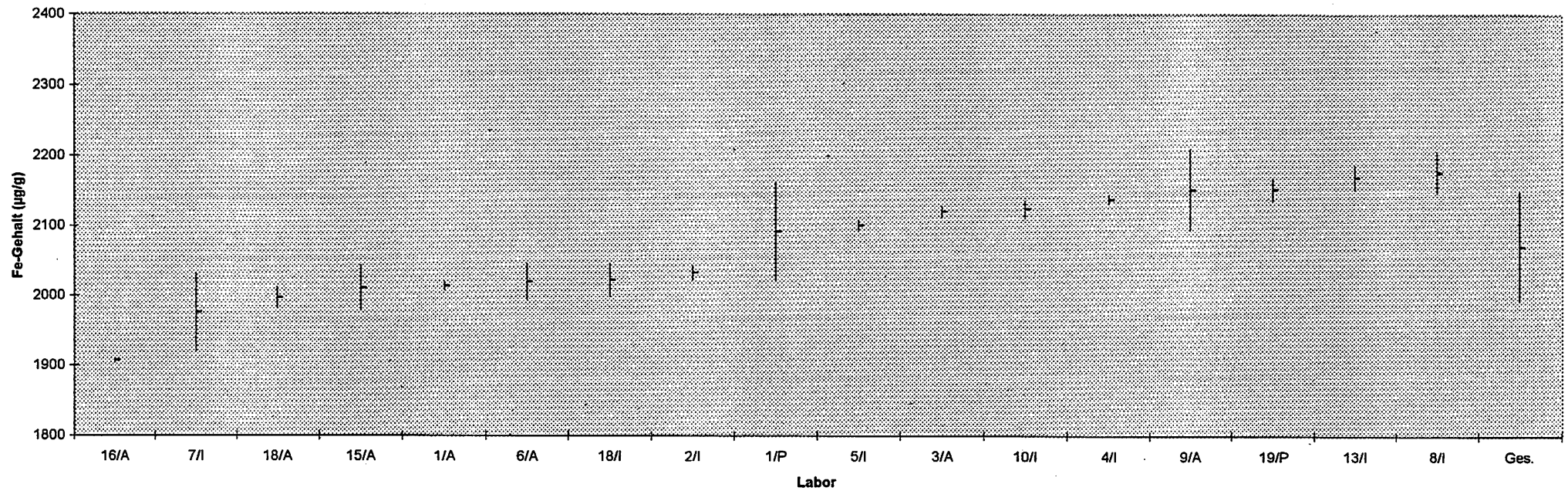


Abbildung 10: Analysenergebnisse der Eisen-Bestimmung

Mn-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	15/A	6/I	18/A	1/P	13a/I	2/I	5/I	4/I	3/A	6/P	19/A	10/I	13b/I	14/PAA	8/I	7/I	16/I	Ges.
EW[µg/g]	212	217	208,6	213,7	220,6	222	221,2	222,6	222,2	224	222,7	227,9	225,8	225,0	232	232	227,0	N
	211	211	219,9	221,0	222,4	221	220,0	221,5	222,3	225	220,2	226,1	227,2	[241]	233	231	229,0	17
	206	210	212,9	213,7	219,9	220	221,1	222,0	224,0	224	226,8	225,5	227,6	231,0	229	227	226,0	
	213	215	212,4	217,1	221,3	219	218,3	221,4	230,7	223	225,5	226,8	226,7	229,0	228	225	231,0	
	211	217	214,0	214,4	219,0	219	219,2	222,3	230,8	224	224,5	226,2	225,4	227,0	228	230	233,0	
	209	219	221,5	215,0	215,3	221	223,1	221,5	230,7	223	226,5	224,9	224,9	226,0	224	228	235,0	
				215,6												231		
MW [µg/g]	210,33	214,83	214,88	215,79	219,75	220,33	220,48	221,88	226,78	223,83	224,37	226,23	226,24	227,60	229,00	229,14	230,17	222
s[µg/g]	2,503	3,601	4,885	2,588	2,471	1,211	1,696	0,496	4,374	0,753	2,526	1,042	1,068	2,408	3,225	2,545	3,488	6
$\bar{s}$ [µg/g]																		2,4
s _{rel}	0,012	0,017	0,023	0,012	0,011	0,005	0,008	0,002	0,019	0,003	0,011	0,005	0,005	0,011	0,014	0,011	0,015	0,026

Tabelle 29: Analysenergebnisse des Mangan-Bestimmung

Mn-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

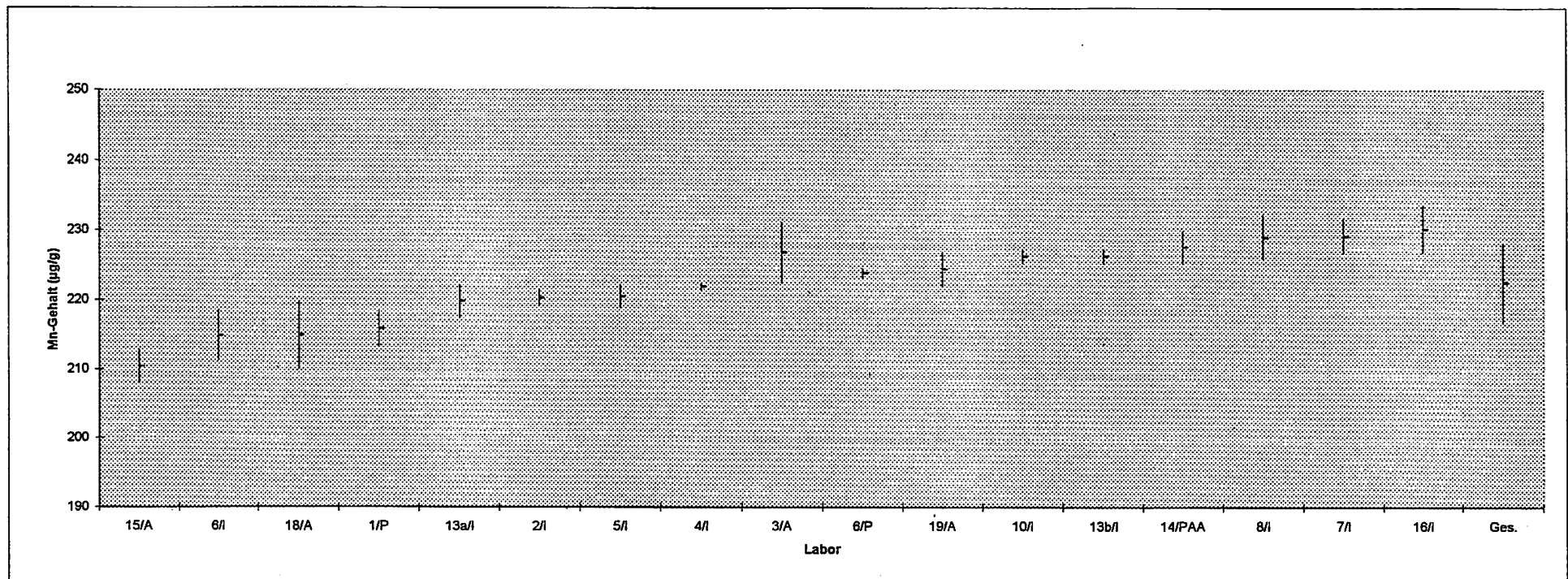


Tabelle 11: Analysenergebnisse der Mangan-Bestimmung

Ni-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	6/I	2/I	15/I	14/PAA	7/I	16/I	4/I	3/A	5/I	10/I	13a/I	18/A	13b/I	8/I	19/P	Ges.
EW[µg/g]	993	1023	1039	1027	1050	1024	1048	1054	1058	1073	1087	1057	1077	1090	1102	N
	1020	1018	1029	1034	1040	1027	1048	1059	1055	1064	1079	1094	1080	1090	1102	15
	995	1023	1025	1012	1000	1048	1048	1048	1063	1061	1063	1065	1088	1090	1102	
	1016	1020	1029	1037	1020	1051	1050	1058	1057	1063	1068	1063	1079	1100	1112	
	1010	1024	1022	1018	1040	1052	1051	1052	1049	1059	1033	1070	1074	1100	1112	
	1015	1022	1007		1050	1062	1053	1056	1058	1053	1054	1094	1073	1100	1092	
					1030											
MW [µg/g]	1008,2	1021,7	1025,2	1025,6	1032,9	1044,0	1049,7	1054,5	1056,7	1062,2	1064,0	1073,8	1078,4	1095,0	1103,7	1053
s[µg/g]	11,44	2,25	10,59	10,55	17,99	15,11	2,07	4,09	4,59	6,59	19,14	16,17	5,41	5,48	7,53	28
$\bar{s}$ [µg/g]																9
s_{rel}	0,011	0,002	0,010	0,010	0,017	0,014	0,002	0,004	0,004	0,006	0,018	0,015	0,005	0,005	0,007	0,026

Tabelle 30: Analysenergebnisse der Nickel-Bestimmung

Ni-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

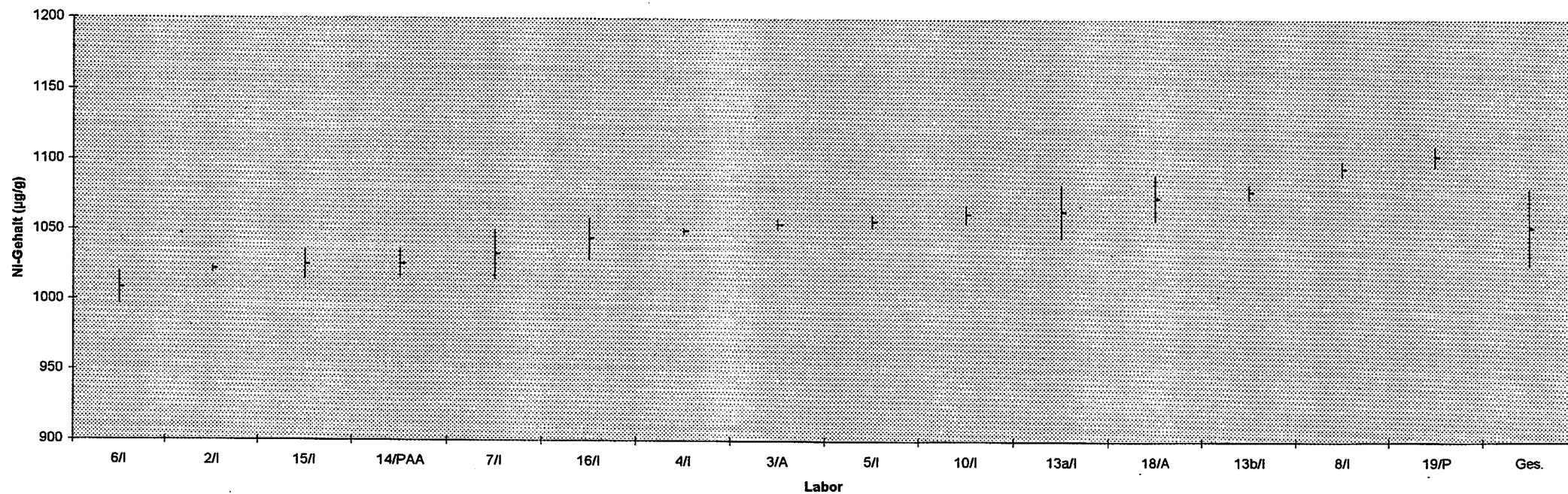


Abbildung 12: Analysenergebnisse der Nickel-Bestimmung

P-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	15/I	4/I	5/I	3/P	8/I	10/I	7/I	Ges.
EW[µg/g]	8	7,65	8,60	8,95	17	< 20		N
	7	7,90	9,40	9,45	15,5	< 20		4
	8	8,13	9,03	9,45	17	< 20		
	8	8,14	8,77	9,44	17	< 20		
	7	8,22	10,35	9,85	15	< 20		
	8	8,39	9,05	9,75	16	< 20		
MW [µg/g]	7,67	8,07	9,20	9,48	16,17	< 20	< 50	8,6
s[µg/g]	0,516	0,260	0,626	0,314	0,816			0,9
$\bar{s}$ [µg/g]								0,4
s _{rel}	0,067	0,032	0,068	0,033	0,051			0,10

 = nicht berücksichtigt (95% Grubbs-Ausreißer)

Tabelle 31: Analysenergebnisse der Phosphor-Bestimmung

P-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

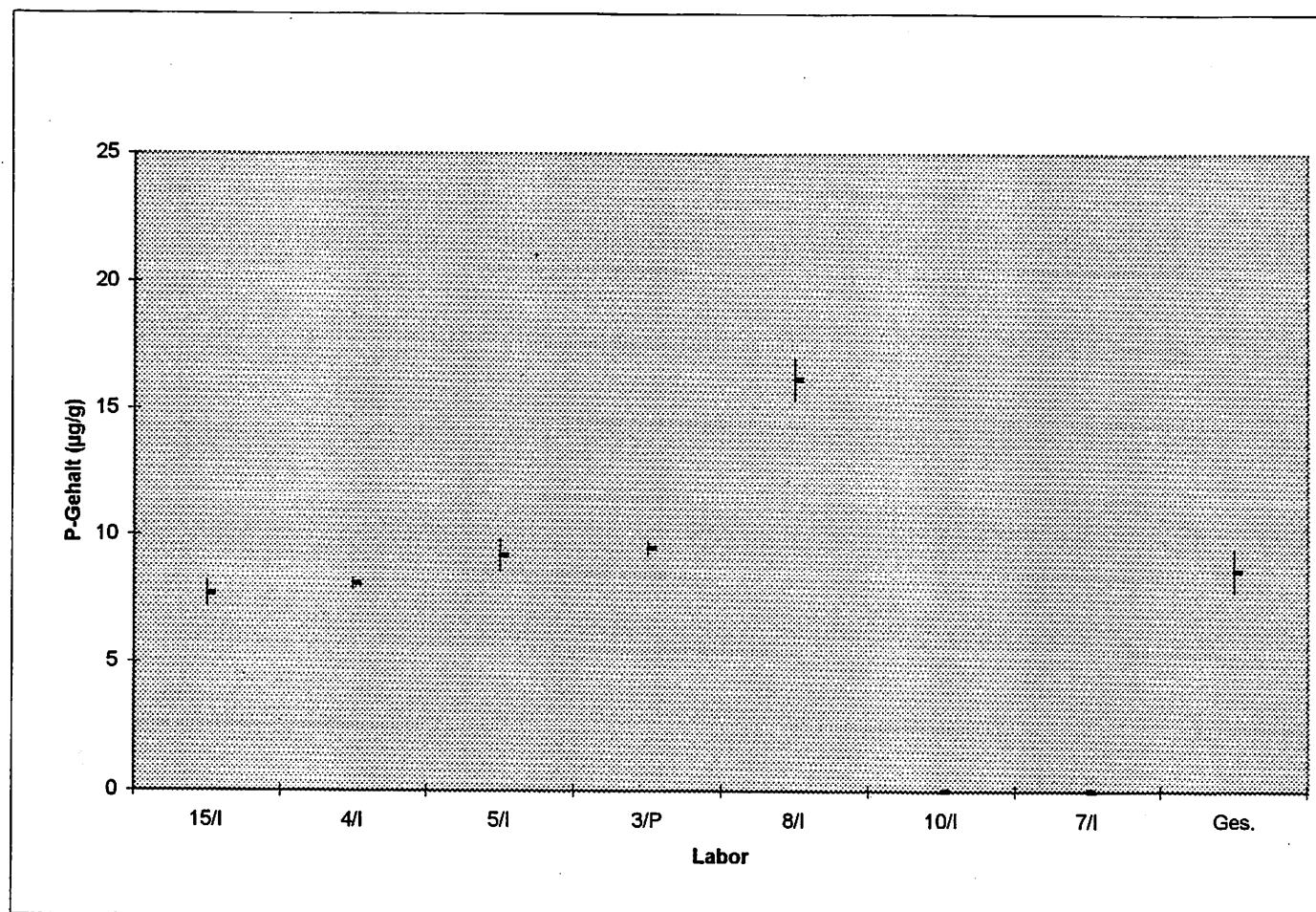


Abbildung 13: Analysenergebnisse der Phosphor-Bestimmung

Sb-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	18/I	5/I	16/HA	4/I	6/A	14/PAA	14/NAA	15/I	19/A	13/I	8/I	10/E	2/A	13/E	Ges.
EW[μg/g]	109,5	113,5	114,1	117,2	119,0	119,7	118,0	124	125,0	118,5	132	129,0	129	134,5	N
	107,2	114,0	114,4	117,2	119,5	120,4	118,8	120	126,9	126,7	130	126,4	130	132,0	14
	107,6	112,6	114,7	117,2	117,6	122,1	121,0	129	122,0	127,7	127	127,9	132	130,8	
	112,4	114,6	114,8	117,3	122,3	119,3	123,7	122	119,6	127,6	124	130,5	126	134,0	
	107,0	111,0	115,3	117,8	118,1	116,0	123,7	121	127,0	127,3	124	127,9	124	130,6	
	108,7	108,7	115,6	118,4	117,4	123,9	121,0	122	125,4	123,2	126	128,4	130	132,3	
MW [μg/g]	108,73	112,40	114,82	117,52	118,98	120,23	121,03	123,00	124,32	125,15	127,17	128,35	128,50	132,37	122
s[μg/g]	2,033	2,205	0,556	0,492	1,815	2,685	2,384	3,225	2,937	3,663	3,251	1,361	2,950	1,608	7
$\bar{s}$ [μg/g]															2,2
s _{rel}	0,019	0,020	0,005	0,004	0,015	0,022	0,020	0,026	0,024	0,029	0,026	0,011	0,023	0,012	0,06

Tabelle 32: Analysenergebnisse der Antimon-Bestimmung

Sb-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

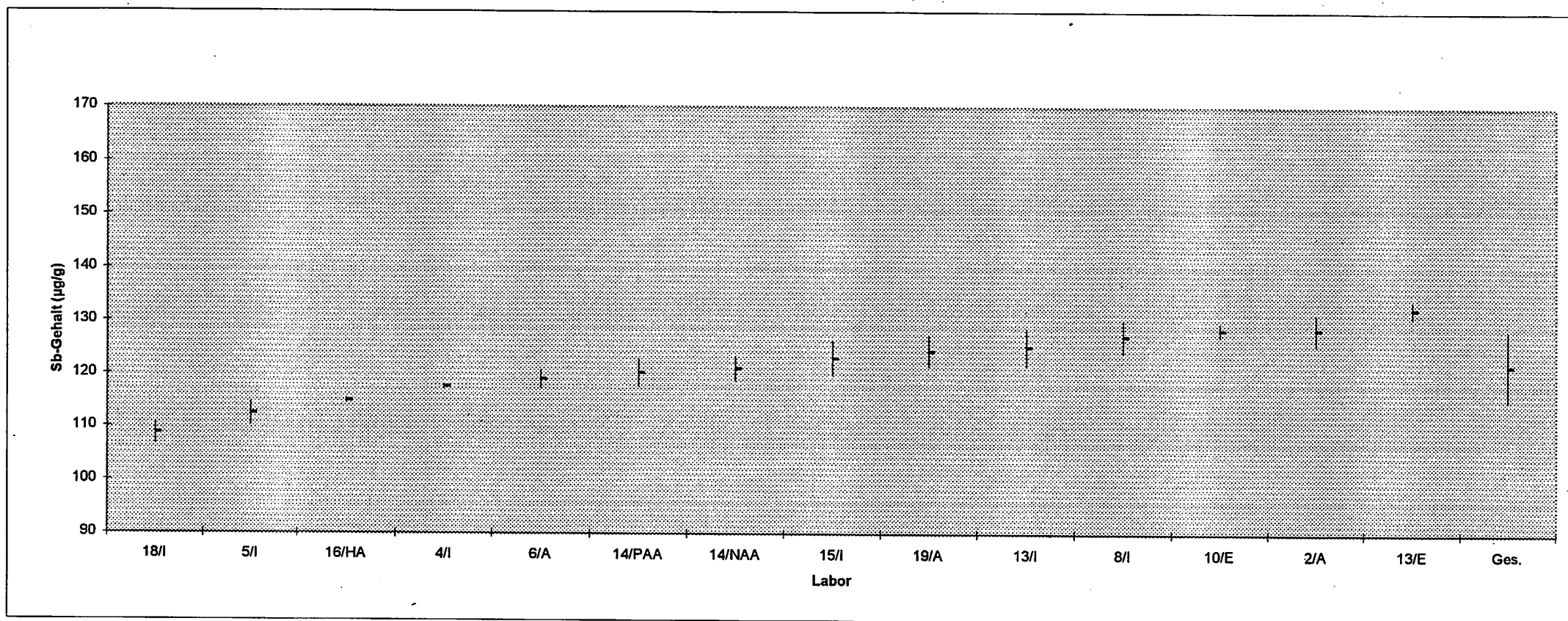


Abbildung 14: Analysenergebnisse der Antimon-Bestimmung

Si-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	5/I	15/I	2/I	1/G	18/I	10/I	13/E	6/G	7/I	Ges.
EW[µg/g]	104,2	187	203	209	208,0	211,6	210,0	224,3	239	N 8
	109,0	193	201	223	203,8	210,6	204,4	215,0	244	
	97,3	190	206	198	207,8	209,0	207,9	242,4	243	
	113,2	191	203	182	208,2	208,5	214,3	233,7	246	
	101,0	188	200		202,6	205,3	218,4	224,3	223	
	96,4	186	197		197,9	204,6	217,8	236,0	242	
									233	
MW [µg/g]	103,517	189,17	201,67	203,00	204,72	208,27	212,13	229,28	238,57	210,85
s[µg/g]	6,632	2,639	3,077	17,340	4,104	2,807	5,628	9,903	8,059	15,903
$\bar{s}$ [µg/g]										6,695
s_{rel}	0,064	0,014	0,015	0,085	0,020	0,013	0,027	0,043	0,034	0,075

 = nicht berücksichtigt (95% Grubbs-Ausreißer)

Tabelle 33: Analysenergebnisse der Silicium-Bestimmung

Si-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

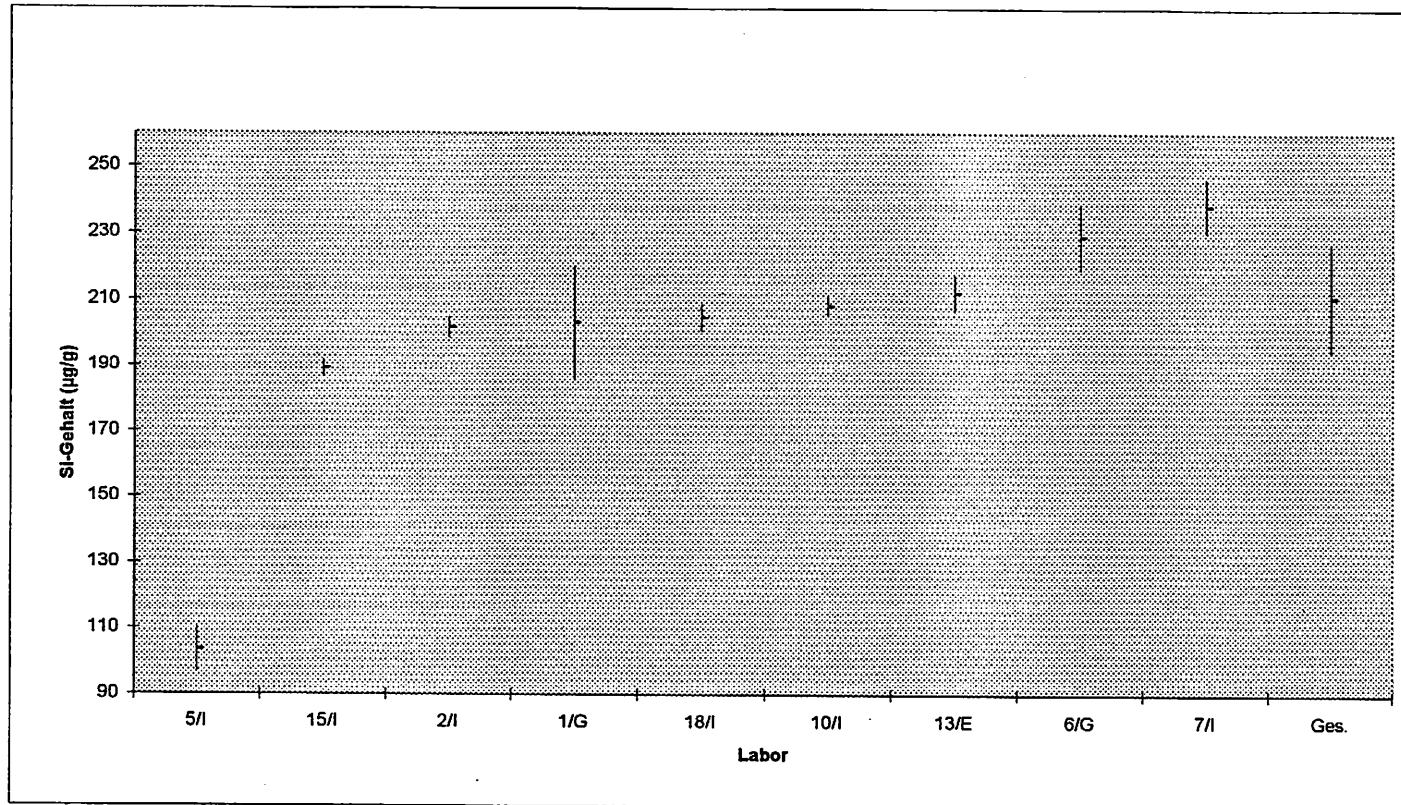


Abbildung 14: Analysenergebnisse der Silicium-Bestimmung

Sn-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	15/I	18/I	13a/I	2/I	6/A	7/I	14/PAA	16/A	4/I	13b/I	5/I	19/A	3/A	8/I	Ges.
EW[μg/g]	2010	2061	2077	2075	2062	2070	2085	2072	2087	2093	2097	2093	2163	2190	N
	2020	2052	2076	2062	2070	2060	2120	2080	2090	2095	2109	2116	2180	2180	14
	1990	2075	2084	2070	2072	2100	2065	2080	2091	2104	2129	2082	2171	2170	
	2020	2056	2073	2071	2075	2100	2013	2083	2092	2084	2086	2114	2131	2190	
	2010	2053	2028	2056	2080	2080	2031	2088	2093	2101	2104	2125	2149	2180	
	2020	2080	2042	2066	2085	2090	2169	2090	2097	2090	2087	2104	2156	2190	
						2060									
MW [μg/g]	2011,7	2062,8	2063,3	2066,7	2074,0	2080,0	2080,5	2082,2	2091,7	2094,5	2102,0	2105,7	2158,3	2183,3	2090
s[μg/g]	11,69	11,89	22,68	6,86	8,02	17,32	57,72	6,46	3,33	7,15	16,05	15,96	17,27	8,16	42
$\bar{s}$ [μg/g]															15
s _{rel}	0,0058	0,0058	0,0110	0,0033	0,0039	0,0083	0,0277	0,0031	0,0016	0,0034	0,0076	0,0076	0,0080	0,0037	0,020

Tabelle 34: Analysenergebnisse der Zinn-Bestimmung

Sn-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

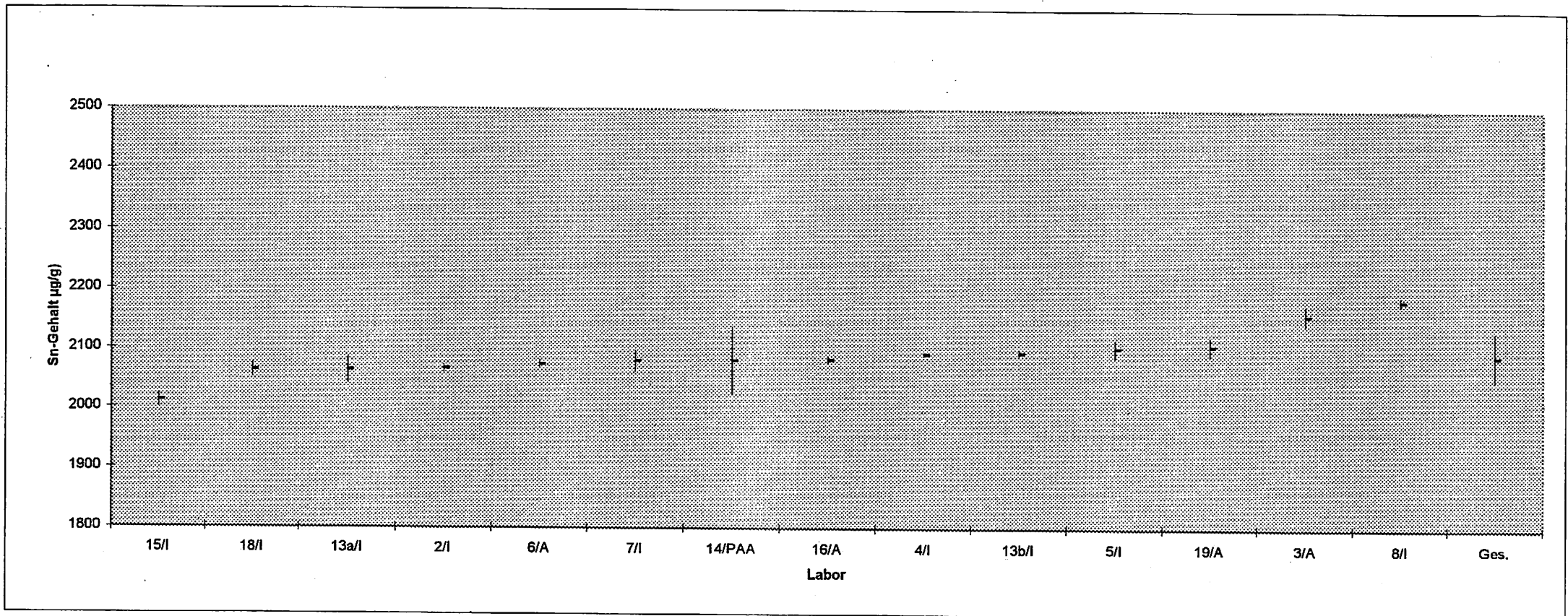


Abbildung 16: Analysenergebnisse der Zinn-Bestimmung

Te-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

Lab./Verf.	8/I	5/I	13/E	2/A	18/E	3/A	15/I	6/A	10/E	1b/I	14/PAA	7/I	Ges.
EW[μg/g]	51	49,40	52,16	52	53,6	52,92	55	54,2	55,57	53,40	59,9		N
	48	52,60	52,03	51	52,4	52,36	52	53,6	56,45	55,99	66,9		11
	50	52,40	51,58	50	52,7	53,58	56	54,5	56,97	58,13	63,3		
	48	48,26	51,08	52	53,2	53,22	53	53,3	55,50	57,88	61,4		
	48	51,40	50,83	53	52,8	53,65	53	54,5	55,98	54,32	63,5		
	46	51,50	51,13	54	53,2	54,38	[47]	54,9	55,48	59,05	59,8		
MW [μg/g]	48,50	50,93	51,47	52,00	52,98	53,35	53,80	54,17	55,99	56,46	62,47	< 50	53,8
s[μg/g]	1,761	1,730	0,544	1,414	0,431	0,691	1,643	0,606	0,608	2,266	2,693		4
$\bar{s}$ [μg/g]													1,3
s_{rel}	0,036	0,034	0,011	0,027	0,008	0,013	0,031	0,011	0,011	0,040	0,043		0,07

Tabelle 35: Analysenergebnisse der Tellur-Bestimmung

Te-Bestimmung in CuZn39Pb3 (BAM 375)

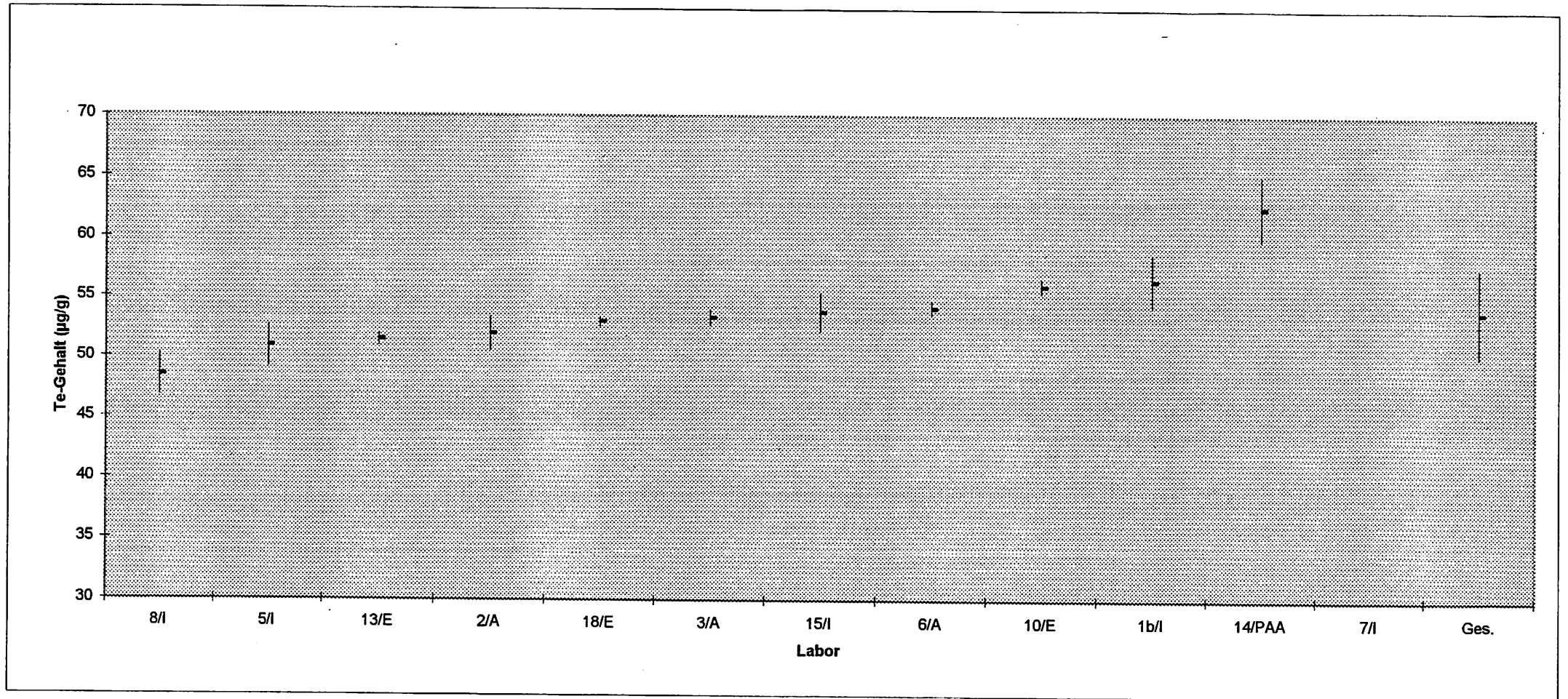


Abbildung 17: Analysenergebnisse der Tellur-Bestimmung

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 oder durch Abschleifen zu reinigen. 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).

Soll das Referenzmaterial für die Bestimmung von Blei mittels Röntgenfluoreszenzanalyse in Schmelzschöpfproben eingesetzt werden, so muß es aufgrund des unterschiedlichen Gefüges umgeschmolzen und in gleicher Weise wie die Schöpfprobe aus der Schmelze erstarrt werden. In dem Referenzmaterial liegt das Blei in deutlich grobkörnigeren Partikeln vor als in einer Schöpfprobe. Da die Intensität der Röntgenfluoreszenz der körnigen Partikel der stranggepreßten Probe gegenüber den flächig verteilten in der Schmelzprobe erheblich kleiner ist, würden bei der Bleibestimmung ohne Umschmelzen Unterbefunde auftreten, so daß bei einer Kalibrierung oder Rekalisierung mit der Referenzprobe ohne Umschmelzen für die Analysenprobe ein zu hoher Wert erhalten wird.

Die umgeschmolzene Probe sollte ausschließlich für die Bestimmung von Blei verwendet werden, da es beim Umschmelzen zum Verlust anderer Elemente (insb. Al, As, Cd, Si, Te, Zn) kommen kann. Die Unsicherheit des zertifizierten Bleiwertes wird durch den Masseverlust beim Umschmelzen größer ($u = 0,09\%$ bei 2% Masseverlust).

7 Literatur

[1] ISO Guide 31, Contents of certificates of reference materials, 1981

[2] ISO Guide 34, General Requirements for the Competence of Reference Material Producers, (draft, April 1999)

[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 Homogeneity of Materials for the Development of Reference Materials

[6] S. Noack, Anleitung zum Programm HOMEX 1.0 für EXCEL 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
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 1111 oder (030) 8104 1112 eingeholt werden.

9 Anhang

- 1 Homogenitätstest über die Fläche
Tabelle der Messwertmittelwerte und Standardabweichungen
- 2 Homogenitätstest über die Länge
Tabelle der Messwertmittelwerte und statistische Auswertung

BAM 375
Homogenität der Flächen

	Zink		Blei		Eisen		Zinn		Nickel	
	MW (%)	v _{rel} (%)	MW (%)	v _{rel} (%)	MW (%)	v _{rel} (%)	MW (%)	v _{rel} (%)	MW (%)	v _{rel} (%)
Probe 4001										
Außenring	37,81	0,13	2,99	1,03	0,228	0,28	0,210	0,38	0,107	0,39
Innenring	37,75	0,19	2,99	1,83	0,229	0,66	0,208	1,17	0,109	0,52
Zentrum	37,80		2,87		0,23		0,209		0,108	
Probe 3060										
Außenring	37,77	0,10	3,02	0,88	0,228	0,50	0,213	0,39	0,108	0,50
Innenring	37,79	0,13	2,95	1,27	0,230	0,64	0,210	0,98	0,108	0,47
Zentrum	37,81		2,88		0,23		0,209		0,108	
Probe 2114										
Außenring	37,90	0,22	3,04	1,29	0,227	0,56	0,209	0,69	0,107	0,61
Innenring	37,86	0,18	2,95	1,66	0,229	0,53	0,206	0,50	0,108	0,51
Zentrum	37,82		2,90		0,230		0,209		0,107	

Außenring: Mittelwert aus 12 Abfunktungen
 Innenring: Mittelwert aus 6 Abfunktungen
 Zentrum: 1 Abfunktung

ZN Homogenitätsprüfung - Varianzanalyse																
	Streuung innerhalb der Proben		0,0839		Streuung zwischen den Proben		0,0814		Prüfgröße		0,9423		Homogenitäts kennzahl		0,54	
Ergebnis der Varianzanalyse			α 1%		Eine Inhomogenität der Proben ist nicht nachweisbar								Kenndaten			
													M _{gesamt} RSD%			
M _{Dg}	1	37,8385	2	37,7982	3	37,7327	4	37,7954	5	37,7924	6	37,7764	37,7889		0,09	
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	1001	37,6504	1001	37,6417	1001	37,6941	1001	37,7690	1001	37,8419	1001	37,8101	37,7345	0,0846	0,2241	
2	1015	37,8649	1015	37,6639	1015	37,7466	1015	37,7663	1015	37,7555	1015	37,8160	37,7688	0,0680	0,1801	
3	1029	37,7404	1029	37,7943	1029	37,7461	1029	37,8139	1029	37,7570	1029	37,7860	37,7729	0,0295	0,0780	
4	1043	37,9492	1043	37,9187	1043	37,7591	1043	37,8564	1043	37,8188	1043	37,7166	37,8365	0,0900	0,2379	
5	1060	38,0025	1060	37,7532	1060	37,6840	1060	37,7575	1060	37,7340	1060	37,7775	37,7848	0,1113	0,2945	
6	1071	37,8111	1071	37,9217	1071	37,6932	1071	37,9015	1071	37,8112	1071	37,6586	37,7996	0,1066	0,2819	
7	1085	37,7175	1085	37,6722	1085	37,7248	1085	37,9078	1085	37,7753	1085	37,8730	37,7784	0,0934	0,2471	
8	1099	37,8239	1099	37,8059	1099	37,6812	1099	37,8411	1099	37,8238	1099	37,7102	37,7810	0,0676	0,1790	
9	1112	37,7997	1112	37,7656	1112	37,7344	1112	37,7455	1112	37,7793	1112	37,7941	37,7698	0,0262	0,0695	
10	2001	37,7776	2001	37,7225	2001	37,7588	2001	37,7650	2001	37,7449	2001	37,8665	37,7726	0,0497	0,1317	
11	2015	38,0064	2015	37,6061	2015	37,7722	2015	37,8120	2015	37,7712	2015	37,8625	37,8051	0,1309	0,3463	
12	2029	37,7748	2029	37,8884	2029	37,7355	2029	37,8712	2029	37,7736	2029	37,9009	37,8241	0,0708	0,1872	
13	2043	37,7193	2043	37,7673	2043	37,7176	2043	37,7265	2043	37,7235	2043	37,6958	37,7250	0,0234	0,0620	
14	2060	38,0196	2060	37,7734	2060	37,6696	2060	37,7302	2060	37,7432	2060	37,7948	37,7885	0,1210	0,3203	
15	2071	37,6950	2071	37,9487	2071	37,7308	2071	37,8692	2071	37,8116	2071	37,7265	37,7970	0,0982	0,2598	
16	2086	37,8578	2086	37,7217	2086	37,7816	2086	37,7175	2086	37,8723	2086	37,8557	37,8011	0,0706	0,1868	
17	2100	37,8372	2100	37,7648	2100	37,7371	2100	37,7401	2100	37,7658	2100	37,7521	37,7662	0,0368	0,0974	
18	2114	37,6794	2114	37,8504	2114	37,7901	2114	37,7333	2114	37,8496	2114	37,6617	37,7607	0,0824	0,2182	
19	3001	38,0044	3001	37,7620	3001	37,6856	3001	37,7987	3001	37,8045	3001	37,6753	37,7884	0,1192	0,3155	
20	3015	38,1213	3015	37,8860	3015	37,7526	3015	37,8058	3015	37,7999	3015	37,6956	37,8436	0,1500	0,3963	
21	3030	37,6979	3030	37,7548	3030	37,6641	3030	37,7722	3030	37,7632	3030	37,8060	37,7430	0,0522	0,1383	
22	3044	37,7931	3044	37,7585	3044	37,7730	3044	37,8763	3044	37,8086	3044	37,7886	37,7997	0,0413	0,1093	
23	3060	37,8638	3060	37,7470	3060	37,8082	3060	37,8094	3060	37,8760	3060	37,9044	37,8348	0,0574	0,1516	
24	3073	37,6983	3073	37,7832	3073	37,7374	3073	37,7437	3073	37,8430	3073	37,7704	37,7626	0,0492	0,1302	
25	3087	37,9357	3087	37,9000	3087	37,7178	3087	37,7553	3087	37,7060	3087	37,8263	37,8069	0,0964	0,2548	
26	3102	37,7667	3102	37,9380	3102	37,7580	3102	37,8874	3102	37,8800	3102	37,9426	37,8621	0,0814	0,2151	
27	3115	37,7447	3115	37,7356	3115	37,7702	3115	37,8030	3115	37,7788	3115	37,7543	37,7644	0,0247	0,0654	
28	4001	38,0313	4001	37,9098	4001	37,8205	4001	37,7547	4001	37,7774	4001	37,6978	37,8319	0,1207	0,3191	
29	4015	37,7491	4015	37,7996	4015	37,6735	4015	37,8240	4015	37,8464	4015	37,7867	37,7799	0,0618	0,1635	
30	4030	37,8080	4030	37,8015	4030	37,6649	4030	37,7004	4030	37,7002	4030	37,7289	37,7340	0,0585	0,1550	
31	4044	37,8249	4044	37,8943	4044	37,6563	4044	37,7968	4044	37,7846	4044	37,7663	37,7872	0,0782	0,2069	
32	4060	37,7118	4060	37,7204	4060	37,7327	4060	37,7689	4060	37,8098	4060	37,7354	37,7465	0,0366	0,0970	
33	4073	38,0962	4073	37,8674	4073	37,7149	4073	37,8219	4073	37,7411	4073	37,8186	37,8433	0,1361	0,3595	
34	4087	37,9773	4087	37,8656	4087	37,7066	4087	37,7910	4087	37,8174	4087	37,6755	37,8056	0,1097	0,2902	
35	4102	37,9029	4102	37,7234	4102	37,8346	4102	37,7732	4102	37,7909	4102	37,7177	37,7905	0,0703	0,1859	
36	4115	37,7319	4115	37,9072	4115	37,7505	4115	37,8269	4115	37,8463	4115	37,8023	37,8108	0,0644	0,1704	

PB Homogenitätsprüfung - Varianzanalyse															
Streuung innerhalb der Proben		0,0456		Streuung zwischen den Proben		0,0443		Prüfgröße		0,9453		Homogenitäts kennzahl		0,54	
Ergebnis der Varianzanalyse			α 1%		Eine Inhomogenität der Proben ist nicht nachweisbar								Kenndaten		
													M _{gesamt} RSD%		
M _{Dg}	1	3,0075	2	3,0035	3	3,0080	4	2,9714	5	2,9831	6	2,9660	2,9899		0,63
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	1001	2,9658	1001	3,0021	1001	2,9560	1001	2,9024	1001	3,0263	1001	2,9562	2,9682	0,0428	1,4416
2	1015	2,9926	1015	2,9756	1015	3,0088	1015	2,9803	1015	2,9511	1015	2,9271	2,9726	0,0294	0,9879
3	1029	2,9705	1029	2,9599	1029	2,9860	1029	3,0116	1029	2,9898	1029	2,8969	2,9691	0,0395	1,3320
4	1043	2,9870	1043	2,9710	1043	3,0243	1043	2,9424	1043	2,9751	1043	2,9346	2,9724	0,0324	1,0900
5	1060	3,1130	1060	2,9888	1060	3,0129	1060	3,0368	1060	2,9448	1060	3,0159	3,0187	0,0559	1,8516
6	1071	2,9919	1071	2,9507	1071	3,1005	1071	2,9861	1071	2,9593	1071	2,9412	2,9883	0,0584	1,9554
7	1085	2,9391	1085	2,9962	1085	3,0458	1085	2,9655	1085	2,9493	1085	2,9488	2,9741	0,0405	1,3603
8	1099	2,9675	1099	2,9991	1099	3,0625	1099	3,0100	1099	3,0289	1099	3,0079	3,0127	0,0316	1,0496
9	1112	3,0105	1112	3,1106	1112	3,0255	1112	2,9791	1112	2,9797	1112	2,9761	3,0136	0,0516	1,7114
10	2001	3,0290	2001	3,0518	2001	3,0188	2001	2,9245	2001	2,9495	2001	2,9705	2,9907	0,0499	1,6701
11	2015	2,9271	2015	3,0779	2015	3,0663	2015	2,9884	2015	3,0041	2015	2,9498	3,0023	0,0607	2,0221
12	2029	2,9399	2029	2,9753	2029	3,0229	2029	2,9593	2029	2,9986	2029	3,0136	2,9849	0,0323	1,0831
13	2043	2,9459	2043	2,9863	2043	3,0564	2043	2,9569	2043	2,9729	2043	3,0009	2,9865	0,0395	1,3227
14	2060	3,0485	2060	2,9363	2060	2,9593	2060	2,9947	2060	3,0073	2060	2,9881	2,9890	0,0389	1,3013
15	2071	2,9934	2071	2,9918	2071	2,9762	2071	3,0119	2071	2,9982	2071	2,9083	2,9800	0,0369	1,2398
16	2086	3,0243	2086	3,0180	2086	3,0199	2086	2,9827	2086	2,9519	2086	2,8680	2,9775	0,0605	2,0325
17	2100	3,0263	2100	2,9592	2100	2,9434	2100	3,0284	2100	2,9527	2100	2,9866	2,9828	0,0374	1,2541
18	2114	3,0120	2114	2,9888	2114	2,9898	2114	2,9746	2114	2,9614	2114	3,0189	2,9909	0,0218	0,7280
19	3001	3,1167	3001	3,0398	3001	3,0532	3001	3,0376	3001	2,9196	3001	3,0071	3,0290	0,0647	2,1348
20	3015	3,0344	3015	3,0106	3015	2,9378	3015	2,9133	3015	2,9985	3015	2,9964	2,9818	0,0463	1,5524
21	3030	2,8808	3030	2,9778	3030	3,0462	3030	2,9857	3030	2,9910	3030	2,9800	2,9769	0,0535	1,7986
22	3044	2,9029	3044	3,0256	3044	2,9818	3044	2,9526	3044	2,9975	3044	2,9024	2,9604	0,0506	1,7097
23	3060	3,0075	3060	3,0633	3060	2,9161	3060	2,9087	3060	2,9094	3060	2,9443	2,9582	0,0637	2,1523
24	3073	2,9844	3073	2,9821	3073	2,9587	3073	2,9148	3073	2,9837	3073	3,0362	2,9767	0,0396	1,3287
25	3087	3,0097	3087	2,9618	3087	3,0081	3087	3,0360	3087	2,9853	3087	3,0130	3,0023	0,0256	0,8513
26	3102	2,9688	3102	2,9841	3102	3,0138	3102	2,9448	3102	3,0147	3102	2,9360	2,9770	0,0335	1,1255
27	3115	3,0013	3115	3,0836	3115	3,0389	3115	2,9549	3115	3,0244	3115	3,0139	3,0195	0,0425	1,4083
28	4001	3,0481	4001	3,0046	4001	3,0053	4001	2,9949	4001	3,0263	4001	2,9783	3,0096	0,0245	0,8141
29	4015	3,0478	4015	3,0066	4015	2,9588	4015	2,9438	4015	2,9911	4015	2,9617	2,9850	0,0384	1,2860
30	4030	3,0632	4030	3,0311	4030	3,0693	4030	2,9306	4030	2,9851	4030	2,9496	3,0048	0,0587	1,9522
31	4044	3,0399	4044	2,9448	4044	2,9797	4044	2,9163	4044	3,0095	4044	2,9739	2,9774	0,0442	1,4829
32	4060	3,0278	4060	3,0303	4060	3,0190	4060	2,9167	4060	2,9799	4060	2,9601	2,9890	0,0453	1,5158
33	4073	3,1206	4073	2,9352	4073	3,0053	4073	2,9664	4073	3,0030	4073	2,9112	2,9903	0,0738	2,4675
34	4087	3,0896	4087	3,0039	4087	3,0321	4087	2,9601	4087	3,0080	4087	2,9615	3,0092	0,0484	1,6079
35	4102	3,0302	4102	3,0775	4102	2,9909	4102	3,0392	4102	3,0063	4102	2,9958	3,0233	0,0327	1,0806
36	4115	3,0116	4115	3,0235	4115	2,9981	4115	3,0176	4115	2,9570	4115	2,9437	2,9919	0,0336	1,1222

FE Homogenitätsprüfung - Varianzanalyse																
Streuung innerhalb der Proben		0,0020		Streuung zwischen den Proben		0,0021		Prüfgröße		1,1605		Homogenitäts kennzahl		0,66		
Ergebnis der Varianzanalyse		α 1%		Eine Inhomogenität der Proben ist nicht nachweisbar								Kenndaten		M _{gesamt} RSD%		
M _{Dg}	1	0,2368	2	0,2374	3	0,2372	4	0,2378	5	0,2376	6	0,2386	0,2376		0,26	
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	1001	0,2391	1001	0,2353	1001	0,2360	1001	0,2377	1001	0,2380	1001	0,2383	0,2374	0,0014	0,6043	
2	1015	0,2378	1015	0,2366	1015	0,2380	1015	0,2377	1015	0,2380	1015	0,2375	0,2376	0,0005	0,2215	
3	1029	0,2388	1029	0,2370	1029	0,2378	1029	0,2406	1029	0,2385	1029	0,2386	0,2385	0,0012	0,4965	
4	1043	0,2366	1043	0,2403	1043	0,2376	1043	0,2391	1043	0,2378	1043	0,2406	0,2387	0,0016	0,6681	
5	1060	0,2363	1060	0,2360	1060	0,2370	1060	0,2374	1060	0,2378	1060	0,2382	0,2371	0,0009	0,3635	
6	1071	0,2375	1071	0,2391	1071	0,2346	1071	0,2379	1071	0,2358	1071	0,2379	0,2371	0,0016	0,6847	
7	1085	0,2381	1085	0,2367	1085	0,2368	1085	0,2389	1085	0,2369	1085	0,2378	0,2375	0,0009	0,3753	
8	1099	0,2369	1099	0,2379	1099	0,2366	1099	0,2374	1099	0,2360	1099	0,2390	0,2373	0,0010	0,4391	
9	1112	0,2349	1112	0,2356	1112	0,2378	1112	0,2382	1112	0,2358	1112	0,2370	0,2366	0,0013	0,5630	
10	2001	0,2348	2001	0,2337	2001	0,2377	2001	0,2375	2001	0,2351	2001	0,2418	0,2368	0,0029	1,2356	
11	2015	0,2390	2015	0,2361	2015	0,2361	2015	0,2390	2015	0,2391	2015	0,2498	0,2399	0,0051	2,1136	
12	2029	0,2403	2029	0,2393	2029	0,2376	2029	0,2354	2029	0,2380	2029	0,2518	0,2404	0,0058	2,4278	
13	2043	0,2387	2043	0,2370	2043	0,2377	2043	0,2380	2043	0,2390	2043	0,2378	0,2380	0,0007	0,3034	
14	2060	0,2345	2060	0,2378	2060	0,2389	2060	0,2386	2060	0,2381	2060	0,2357	0,2372	0,0018	0,7455	
15	2071	0,2391	2071	0,2395	2071	0,2362	2071	0,2397	2071	0,2393	2071	0,2374	0,2385	0,0014	0,5834	
16	2086	0,2348	2086	0,2368	2086	0,2364	2086	0,2368	2086	0,2392	2086	0,2387	0,2371	0,0016	0,6661	
17	2100	0,2356	2100	0,2377	2100	0,2385	2100	0,2364	2100	0,2369	2100	0,2378	0,2371	0,0011	0,4472	
18	2114	0,2390	2114	0,2366	2114	0,2379	2114	0,2371	2114	0,2372	2114	0,2379	0,2376	0,0009	0,3586	
19	3001	0,2352	3001	0,2355	3001	0,2357	3001	0,2394	3001	0,2409	3001	0,2379	0,2375	0,0023	0,9887	
20	3015	0,2343	3015	0,2393	3015	0,2374	3015	0,2375	3015	0,2358	3015	0,2380	0,2370	0,0017	0,7346	
21	3030	0,2401	3030	0,2372	3030	0,2366	3030	0,2387	3030	0,2375	3030	0,2374	0,2379	0,0013	0,5395	
22	3044	0,2409	3044	0,2372	3044	0,2363	3044	0,2365	3044	0,2370	3044	0,2385	0,2377	0,0017	0,7298	
23	3060	0,2343	3060	0,2376	3060	0,2399	3060	0,2369	3060	0,2373	3060	0,2448	0,2385	0,0036	1,4958	
24	3073	0,2371	3073	0,2374	3073	0,2373	3073	0,2386	3073	0,2386	3073	0,2363	0,2375	0,0009	0,3884	
25	3087	0,2363	3087	0,2400	3087	0,2372	3087	0,2369	3087	0,2358	3087	0,2379	0,2373	0,0015	0,6333	
26	3102	0,2375	3102	0,2381	3102	0,2378	3102	0,2381	3102	0,2384	3102	0,2370	0,2378	0,0005	0,2204	
27	3115	0,2367	3115	0,2348	3115	0,2363	3115	0,2365	3115	0,2360	3115	0,2361	0,2361	0,0007	0,2804	
28	4001	0,2348	4001	0,2383	4001	0,2379	4001	0,2388	4001	0,2381	4001	0,2357	0,2373	0,0016	0,6864	
29	4015	0,2371	4015	0,2377	4015	0,2384	4015	0,2374	4015	0,2377	4015	0,2363	0,2374	0,0007	0,2943	
30	4030	0,2371	4030	0,2365	4030	0,2364	4030	0,2378	4030	0,2380	4030	0,2381	0,2373	0,0007	0,3116	
31	4044	0,2334	4044	0,2383	4044	0,2357	4044	0,2393	4044	0,2358	4044	0,2362	0,2365	0,0021	0,8780	
32	4060	0,2376	4060	0,2362	4060	0,2387	4060	0,2375	4060	0,2374	4060	0,2351	0,2371	0,0012	0,5192	
33	4073	0,2354	4073	0,2402	4073	0,2362	4073	0,2376	4073	0,2380	4073	0,2389	0,2377	0,0017	0,7340	
34	4087	0,2354	4087	0,2370	4087	0,2375	4087	0,2358	4087	0,2377	4087	0,2387	0,2370	0,0012	0,5181	
35	4102	0,2333	4102	0,2379	4102	0,2366	4102	0,2367	4102	0,2368	4102	0,2370	0,2364	0,0016	0,6770	
36	4115	0,2363	4115	0,2381	4115	0,2376	4115	0,2380	4115	0,2389	4115	0,2365	0,2376	0,0010	0,4247	

Homogenitätsprüfung - Varianzanalyse															
Streuung innerhalb der Proben		0,000564		Streuung zwischen den Proben		0,000601		Prüfgröße		1,1359		Homogenitäts kennzahl		0,65	
Ergebnis der Varianzanalyse		α 1%		Eine Inhomogenität der Proben ist nicht nachweisbar								Kenndaten M _{gesamt} RSD%			
M _{Dg}	1	0,1132	2	0,1129	3	0,1129	4	0,1130	5	0,1129	6	0,1131	0,1130		0,11
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	1001	0,1141	1001	0,1121	1001	0,1130	1001	0,1143	1001	0,1130	1001	0,1140	0,1134	0,0009	0,7692
2	1015	0,1136	1015	0,1140	1015	0,1130	1015	0,1137	1015	0,1130	1015	0,1122	0,1132	0,0007	0,5828
3	1029	0,1139	1029	0,1130	1029	0,1130	1029	0,1132	1029	0,1130	1029	0,1123	0,1131	0,0005	0,4653
4	1043	0,1132	1043	0,1130	1043	0,1130	1043	0,1125	1043	0,1130	1043	0,1143	0,1132	0,0006	0,5319
5	1060	0,1134	1060	0,1130	1060	0,1126	1060	0,1119	1060	0,1130	1060	0,1142	0,1130	0,0008	0,6940
6	1071	0,1135	1071	0,1130	1071	0,1121	1071	0,1126	1071	0,1130	1071	0,1139	0,1130	0,0006	0,5688
7	1085	0,1131	1085	0,1130	1085	0,1130	1085	0,1118	1085	0,1130	1085	0,1120	0,1127	0,0006	0,5072
8	1099	0,1138	1099	0,1130	1099	0,1123	1099	0,1128	1099	0,1121	1099	0,1134	0,1129	0,0006	0,5617
9	1112	0,1119	1112	0,1121	1112	0,1125	1112	0,1129	1112	0,1130	1112	0,1127	0,1125	0,0004	0,3788
10	2001	0,1134	2001	0,1130	2001	0,1131	2001	0,1142	2001	0,1130	2001	0,1132	0,1133	0,0005	0,4074
11	2015	0,1136	2015	0,1127	2015	0,1120	2015	0,1129	2015	0,1124	2015	0,1144	0,1130	0,0009	0,7664
12	2029	0,1138	2029	0,1130	2029	0,1132	2029	0,1133	2029	0,1120	2029	0,1144	0,1133	0,0008	0,7075
13	2043	0,1131	2043	0,1130	2043	0,1123	2043	0,1138	2043	0,1138	2043	0,1141	0,1133	0,0007	0,5759
14	2060	0,1123	2060	0,1130	2060	0,1140	2060	0,1128	2060	0,1122	2060	0,1121	0,1127	0,0007	0,6339
15	2071	0,1141	2071	0,1130	2071	0,1130	2071	0,1121	2071	0,1130	2071	0,1132	0,1131	0,0006	0,5443
16	2086	0,1128	2086	0,1130	2086	0,1130	2086	0,1131	2086	0,1130	2086	0,1134	0,1130	0,0002	0,1861
17	2100	0,1130	2100	0,1130	2100	0,1130	2100	0,1129	2100	0,1130	2100	0,1127	0,1129	0,0001	0,1205
18	2114	0,1131	2114	0,1130	2114	0,1130	2114	0,1129	2114	0,1130	2114	0,1137	0,1131	0,0003	0,2618
19	3001	0,1133	3001	0,1129	3001	0,1130	3001	0,1133	3001	0,1140	3001	0,1132	0,1133	0,0004	0,3417
20	3015	0,1123	3015	0,1130	3015	0,1130	3015	0,1134	3015	0,1130	3015	0,1136	0,1130	0,0004	0,3896
21	3030	0,1141	3030	0,1130	3030	0,1130	3030	0,1128	3030	0,1130	3030	0,1121	0,1130	0,0006	0,5661
22	3044	0,1141	3044	0,1130	3044	0,1130	3044	0,1133	3044	0,1122	3044	0,1123	0,1130	0,0007	0,6363
23	3060	0,1121	3060	0,1120	3060	0,1130	3060	0,1133	3060	0,1130	3060	0,1133	0,1128	0,0006	0,5315
24	3073	0,1130	3073	0,1120	3073	0,1130	3073	0,1131	3073	0,1130	3073	0,1121	0,1127	0,0005	0,4539
25	3087	0,1131	3087	0,1130	3087	0,1130	3087	0,1128	3087	0,1130	3087	0,1128	0,1130	0,0001	0,1057
26	3102	0,1131	3102	0,1130	3102	0,1130	3102	0,1129	3102	0,1130	3102	0,1129	0,1130	0,0001	0,0611
27	3115	0,1130	3115	0,1130	3115	0,1130	3115	0,1133	3115	0,1121	3115	0,1120	0,1127	0,0005	0,4820
28	4001	0,1123	4001	0,1130	4001	0,1130	4001	0,1131	4001	0,1123	4001	0,1125	0,1127	0,0004	0,3130
29	4015	0,1137	4015	0,1120	4015	0,1130	4015	0,1133	4015	0,1130	4015	0,1124	0,1129	0,0006	0,5517
30	4030	0,1134	4030	0,1130	4030	0,1130	4030	0,1137	4030	0,1140	4030	0,1143	0,1136	0,0005	0,4750
31	4044	0,1125	4044	0,1130	4044	0,1130	4044	0,1133	4044	0,1120	4044	0,1125	0,1127	0,0005	0,4198
32	4060	0,1139	4060	0,1130	4060	0,1130	4060	0,1132	4060	0,1130	4060	0,1126	0,1131	0,0004	0,3770
33	4073	0,1124	4073	0,1130	4073	0,1130	4073	0,1126	4073	0,1126	4073	0,1131	0,1128	0,0003	0,2478
34	4087	0,1125	4087	0,1130	4087	0,1128	4087	0,1132	4087	0,1130	4087	0,1142	0,1131	0,0006	0,5207
35	4102	0,1123	4102	0,1120	4102	0,1130	4102	0,1131	4102	0,1130	4102	0,1120	0,1126	0,0005	0,4526
36	4115	0,1130	4115	0,1130	4115	0,1130	4115	0,1119	4115	0,1140	4115	0,1138	0,1131	0,0007	0,6360

SN		Homogenitätsprüfung - Varianzanalyse													
	Streuung innerhalb der Proben		0,00190		Streuung zwischen den Proben		0,00185		Prüfgröße		0,9454		Homogenitäts kennzahl		0,54
Ergebnis der Varianzanalyse			α 1%		Eine Inhomogenität der Proben ist nicht nachweisbar								Kenndaten		
													M _{gesamt}		RSD%
M _{Dg}	1	0,2112	2	0,2123	3	0,2125	4	0,2111	5	0,2126	6	0,2110	0,2118		0,35
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	1001	0,2116	1001	0,2092	1001	0,2124	1001	0,2110	1001	0,2138	1001	0,2092	0,2112	0,0018	0,8628
2	1015	0,2120	1015	0,2108	1015	0,2133	1015	0,2130	1015	0,2116	1015	0,2084	0,2115	0,0018	0,8338
3	1029	0,2117	1029	0,2127	1029	0,2125	1029	0,2130	1029	0,2132	1029	0,2097	0,2121	0,0013	0,6080
4	1043	0,2124	1043	0,2137	1043	0,2118	1043	0,2110	1043	0,2114	1043	0,2082	0,2114	0,0018	0,8666
5	1060	0,2128	1060	0,2129	1060	0,2117	1060	0,2134	1060	0,2118	1060	0,2130	0,2126	0,0007	0,3271
6	1071	0,2091	1071	0,2113	1071	0,2155	1071	0,2140	1071	0,2124	1071	0,2098	0,2120	0,0025	1,1639
7	1085	0,2107	1085	0,2113	1085	0,2120	1085	0,2088	1085	0,2133	1085	0,2106	0,2111	0,0015	0,7058
8	1099	0,2084	1099	0,2122	1099	0,2140	1099	0,2109	1099	0,2158	1099	0,2126	0,2123	0,0026	1,2085
9	1112	0,2116	1112	0,2133	1112	0,2119	1112	0,2082	1112	0,2122	1112	0,2089	0,2110	0,0020	0,9501
10	2001	0,2114	2001	0,2154	2001	0,2133	2001	0,2124	2001	0,2115	2001	0,2134	0,2129	0,0015	0,6955
11	2015	0,2060	2015	0,2103	2015	0,2130	2015	0,2122	2015	0,2142	2015	0,2122	0,2113	0,0029	1,3801
12	2029	0,2098	2029	0,2128	2029	0,2118	2029	0,2141	2029	0,2162	2029	0,2151	0,2133	0,0023	1,0892
13	2043	0,2090	2043	0,2108	2043	0,2130	2043	0,2097	2043	0,2115	2043	0,2109	0,2108	0,0014	0,6737
14	2060	0,2133	2060	0,2136	2060	0,2095	2060	0,2099	2060	0,2152	2060	0,2115	0,2122	0,0022	1,0596
15	2071	0,2116	2071	0,2105	2071	0,2137	2071	0,2109	2071	0,2131	2071	0,2103	0,2117	0,0014	0,6695
16	2086	0,2120	2086	0,2131	2086	0,2144	2086	0,2104	2086	0,2110	2086	0,2074	0,2114	0,0024	1,1349
17	2100	0,2120	2100	0,2092	2100	0,2088	2100	0,2111	2100	0,2118	2100	0,2107	0,2106	0,0013	0,6332
18	2114	0,2117	2114	0,2101	2114	0,2108	2114	0,2099	2114	0,2086	2114	0,2107	0,2103	0,0010	0,4979
19	3001	0,2127	3001	0,2125	3001	0,2133	3001	0,2120	3001	0,2075	3001	0,2116	0,2116	0,0021	0,9878
20	3015	0,2115	3015	0,2144	3015	0,2114	3015	0,2080	3015	0,2139	3015	0,2106	0,2117	0,0023	1,0930
21	3030	0,2076	3030	0,2109	3030	0,2152	3030	0,2102	3030	0,2121	3030	0,2127	0,2114	0,0025	1,2018
22	3044	0,2098	3044	0,2114	3044	0,2146	3044	0,2121	3044	0,2140	3044	0,2087	0,2118	0,0023	1,0818
23	3060	0,2106	3060	0,2145	3060	0,2075	3060	0,2111	3060	0,2088	3060	0,2113	0,2106	0,0024	1,1474
24	3073	0,2114	3073	0,2105	3073	0,2126	3073	0,2083	3073	0,2101	3073	0,2147	0,2113	0,0022	1,0535
25	3087	0,2105	3087	0,2127	3087	0,2112	3087	0,2116	3087	0,2131	3087	0,2116	0,2118	0,0010	0,4503
26	3102	0,2102	3102	0,2127	3102	0,2101	3102	0,2107	3102	0,2122	3102	0,2088	0,2108	0,0015	0,6923
27	3115	0,2109	3115	0,2145	3115	0,2114	3115	0,2081	3115	0,2155	3115	0,2127	0,2122	0,0027	1,2700
28	4001	0,2110	4001	0,2128	4001	0,2125	4001	0,2138	4001	0,2143	4001	0,2137	0,2130	0,0012	0,5561
29	4015	0,2139	4015	0,2126	4015	0,2109	4015	0,2122	4015	0,2122	4015	0,2122	0,2124	0,0010	0,4484
30	4030	0,2132	4030	0,2140	4030	0,2141	4030	0,2084	4030	0,2125	4030	0,2091	0,2119	0,0025	1,1958
31	4044	0,2126	4044	0,2118	4044	0,2150	4044	0,2131	4044	0,2155	4044	0,2121	0,2134	0,0015	0,7243
32	4060	0,2127	4060	0,2129	4060	0,2125	4060	0,2091	4060	0,2119	4060	0,2120	0,2119	0,0014	0,6587
33	4073	0,2128	4073	0,2127	4073	0,2137	4073	0,2101	4073	0,2139	4073	0,2105	0,2123	0,0016	0,7559
34	4087	0,2134	4087	0,2127	4087	0,2132	4087	0,2113	4087	0,2140	4087	0,2101	0,2124	0,0015	0,6956
35	4102	0,2122	4102	0,2124	4102	0,2141	4102	0,2135	4102	0,2109	4102	0,2117	0,2125	0,0012	0,5482
36	4115	0,2102	4115	0,2137	4115	0,2116	4115	0,2135	4115	0,2111	4115	0,2083	0,2114	0,0021	0,9700