Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

in Zusammenarbeit mit dem Chemikerausschuß der GDMB
Gesellschaft für Bergbau, Metallurgie, Rohstoff- und Umwelttechnik

Referenzmaterial
für die Kalibrierung von Emissionsspektrometern

BAM-379/1
Reinkupfer

Element	Massenanteil in µg/g	Unsicherheit * in µg/g
Sauerstoff	38	± 4

Das als Spektralkalibrierprobe für die Emissionsspektralanalyse vorgesehene Material ist erhältlich in Form von ca. 3 cm hohen Zylindern mit einem Durchmesser von etwa 4 cm. Beim Abfunken ist am Rand ein 5 mm breiter Ring auszusparen.

Messreihenmittelwerte für ein Analysenverfahren in einem Laboratorium

Massenanteile *w* an Sauerstoff in µg/g

Lfd.Nr.	*w*(O)
1	---
2	---
3	34,0
4	36,1
5	36,1
6	36,9
7	37,4
8	37,6
9	37,8
10	38,1
11	38,6
12	40,4
13	40,6
14	41,7
M :	37,9
s:	2,2
$\overline{s_i}$**:**	0,06

*) Die Unsicherheit wurde in Anlehnung an den „Guide to the expression of uncertainty in measurement“ (GUM) folgendermaßen berechnet:

$U = k * u_c$ k = 2 ($\hat{=}$ dem Vertrauensbereich bei einem Vertrauensgrad von ca. 95 %)

$$u_c = \sqrt{\frac{s^2}{n} + s_{inh}^2}$$

wobei s die Standardabweichung der Messreihenmittelwerte
s_{inh} der Beitrag der Inhomogenität und
n=12 die Anzahl der Messreihenmittelwerte ist.

Die durch " --- " gekennzeichneten Plätze vertreten Messreihenmittelwerte, die nach einem statistischen Test als Ausreißer erkannt und entfernt wurden. Eine Messreihe umfasst die jeweiligen Einzelwerte eines Laboratoriums (mindestens 5, im Normalfall 6 Einzelwerte)

M: Arithmetisches Mittel der Messreihenmittelwerte
s: Standardabweichung der Messreihenmittelwerte
$\overline{s_i}$: Arithmetisches Mittel der Messreihenstandardabweichungen unter Wiederholbedingungen

Ausgabedatum: Juli 2000

Analysenverfahren

Element Lfd. Nr.

O	8; 14	Trägergasheissextraktion mit IR-Detection (Gaskalibrierung)
	3; 4; 5; 6; 7; 9; 10; 11; 13	Trägergasheissextraktion mit IR-Detection (Kalibrierung mit Referenzmaterialien)
	12	Trägergasheissextraktion nach Photonenaktivierung (PAA)

Beteiligte Laboratorien

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin
KM Europa Metal AG, Osnabrück
Deutsche Gießdraht AG, Emmerich
Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart
Mansfelder Kupfer und Messing GmbH - Süd, Hettstedt
Norddeutsche Affinerie AG, Hamburg
Union Minière, Olen
Montanwerke Brixlegg GmbH, Brixlegg
Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung, Dresden
Max-Planck-Institut für Chemische Physik fester Stoffe, Dresden
Wieland-Werke, Ulm

Probenvorbereitung

Vor dem Abfunken ist die Oberfläche der Probe zu entfernen. Dabei ist darauf zu achten, dass sich die Probe nur wenig erwärmt. Bei Verwendung von Kühlmitteln ist darauf zu achten, dass keine Reste auf der Probenoberfläche verbleiben.

BAM Berlin
Abteilung I
Analytische Chemie;
Referenzmaterialien

Prof. Dr. A. Zschunke
(Abteilungsleiter)

BAM Berlin
Fachgruppe I.1
Anorganisch-chemische Analytik;
Referenzmaterialien

Prof. Dr. K. Meyer
(Fachgruppenleiter)

Berlin,

Probenvertrieb durch die Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung,
Richard-Willstätter-Str. 11, 12489 Berlin
Telefon: 030 - 8104 2061 Telefax: 030 - 8104 1117 Email: angelika.selmke@bam.de

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

in co-operation with the Committee of Chemists of the GDMB
Gesellschaft für Bergbau, Metallurgie, Rohstoff- und Umwelttechnik

Reference Material

BAM-379/1

Pure copper

Certified values

Element	Mass fraction in µg/g	Uncertainty * in µg/g
Oxygen	38	± 4

The Reference Material is available in the form of 40 mm diameter discs (30 mm height). The disc sample is intended for establishing and checking the calibration of Spark Emission Spectrometers for the analysis of samples of similar materials.
An outer ring of 5 mm width must not be used for Spark Emission.

Date of issue: July 2000

Means of accepted data sets
(for one method at one laboratory, respectively)

Mass fraction in µg/g

Line no.	O
1	---
2	---
3	34,0
4	36,1
5	36,1
6	36,9
7	37,4
8	37,6
9	37,8
10	38,1
11	38,6
12	40,4
13	40,6
14	41,7
M :	37,9
s:	2,2
$\overline{s_i}$**:**	0,06

*) The uncertainty has been evaluated with reference to the „Guide to the expression of uncertainty in measurement“ (GUM):

$U = k * u_c$ $k = 2$ (according to 95 % confidence interval)

$$u_c = \sqrt{\left(\frac{s}{n}\right)^2 + s_{inh}^2}$$

where s is the standard deviation of means of data sets, s_{inh} the inhomogeneity and n the number of means of data sets.

The laboratory mean values have been examined statistically to eliminate outlying values. Where a ” --- ” appears in the table it indicates that an outlying value has been omitted. A data set consists of at least 5 but usually 6 single values of one laboratory.

M: mean of means of data sets

s: standard deviation of means of data sets

$\overline{s_i}$: mean of standard deviations of data sets in case of repeatability

Methods of analysis

Element	Line no.	method
O	8; 14	Carrier gas hot extraction with R-detection (gas calibration)
	3; 4; 5; 6; 7; 9; 10; 11; 13	Carrier gas hot extraction with R-detection (calibration with reference material)
	12	Carrier gas hot extraction after Photon Activation Analysis

Participating laboratories

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin
KM Europa Metal AG, Osnabrück
Deutsche Gießdraht AG, Emmerich
Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart
Mansfelder Kupfer und Messing GmbH - Süd, Hettstedt
Norddeutsche Affinerie AG, Hamburg
Union Minière, Olen (Belgium)
Montanwerke Brixlegg GmbH, Brixlegg (Austria)
Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung, Dresden
Max-Planck-Institut für Chemische Physik fester Stoffe, Dresden
Wieland-Werke, Ulm

Preparation of sample

The surface layer of the sample has to be removed before sparking. Take care that the sample does not get very hot. In case of using a cooling agent take care that the sample surface is not contaminated by it.

BAM Berlin
Department I
Analytical Chemistry;
Reference Materials

Prof. Dr. A. Zschunke
(Head of Department)

BAM Berlin
Division I.1
Inorganic-chemical Analysis;
Reference Materials

Dr. R. Matschat
(Head of Division)

Berlin, _____

Sale of the reference material: Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Richard-Willstätter-Straße 11, 12489 Berlin

Tel: ++49 (0)30 - 8104-2061, 8104-1119 Fax: ++49 (0)30 - 8104-1117
e-mail: angelika.selmke@bam.de