

## Primäre Elementlösungen

Praktische Basis für die Rückführung elementanalytischer Messergebnisse auf das Internationale Einheitensystem (SI)

- Strategie:
- Gravimetrische Herstellung unter Verwendung primärer Reinstmaterialien der BAM (nationale Normale)
  - Bewahrung durch ein konsistentes System primärer Lösungen
  - Weitergabe an Kalibrierlaboratorien mit Hilfe von DKD und DAP

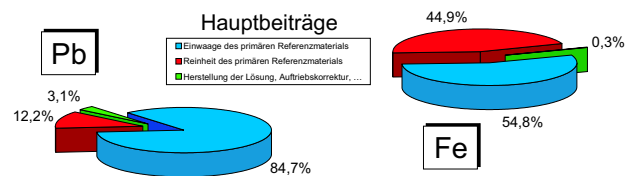
$$n \frac{1}{M} m$$

### Gravimetrische Herstellung

- Oberflächenbehandlung des Reinstmaterials
- Wägung des Reinstmaterials
- Wägung der fertigen Lösungen
- Auftriebskorrektur
- Wasser und Säuren höchster Reinheit
- hochgradig gereinigte Gefäße (Quarz, PTFE)

### Messunsicherheit

des Massenanteils primärer Lösungen am Beispiel Blei und Eisen für  $w = 2500 \mu\text{g/g}$  beträgt  
 $U_{\text{rel}}(w(\text{Pb})) = 7 \cdot 10^{-5}$  bzw.  $U_{\text{rel}}(w(\text{Fe})) = 4 \cdot 10^{-5}$



### Bewahrung

- Massenanteil  $w$  ersetzt Konzentration  $c$  und schafft Unabhängigkeit von Temperatur und Lagerungsdauer (Verdunstung)
- Absicherung der primären Lösungen  
Problem: Kein absolutes Messverfahren zur direkten Gehaltsbestimmung verfügbar  
Konzept: System primärer Lösungen mit Konsistenzprüfung durch Wägung (Verdunstungsverlust) und ICP OES-Messungen zum Vergleich aller Lösungen untereinander

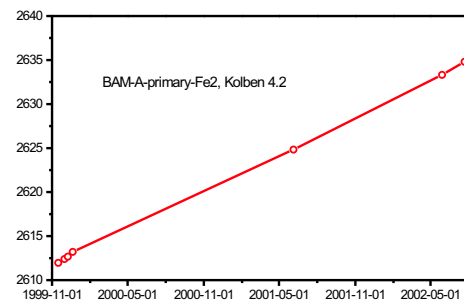
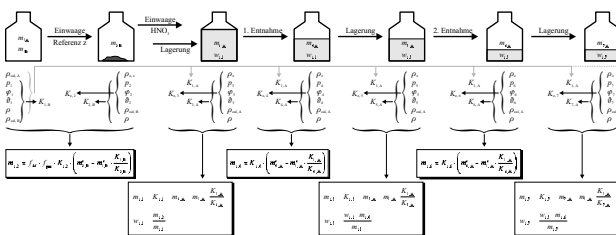


Abbildung 1: Verdunstung verringert die Masse einer primären Fe-Lösung (550 g) in diesem Beispiel um ca. 4 g in 2 Jahren, hierdurch ändert sich der rechnerisch korrigierte Gehalt



### Weitergabe (an Kalibrierlaboratorien)

- Bereitstellung von Transferlösungen
- Vergleichsmessungen zur Verifizierung von Messverfahren des Kalibrierlaboratoriums

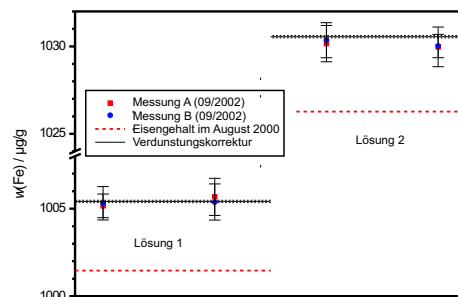


Abbildung 2: Konsistenzprüfung einer verdünnten Fe-Lösung, Vergleich Korrekturrechnung/ICP OES-Präzisionsmessung