

BAM-Referenzmaterialien als Beitrag zur Qualitätssicherung in der Analytik

Historie, aktueller Stand und neue Entwicklungen

Peter Klobes

Bundesanstalt für Materialforschung und-prüfung



BAM ?

Ressortforschungseinrichtung (Bundesoberbehörde) im Geschäftsbereich des BMWi
Auftrag: Entwicklung der deutschen Wirtschaft fördern

Leitlinie:

Sicherheit in Technik und Chemie

- Chemisch-technische Aufgaben
- Material-technische Aufgaben

➤ Sicherheit

➤ Material

➤ Chemie

➤ Umwelt

Tätigkeitsspektrum:

- Forschung und Entwicklung
- Prüfung, Analyse und Zulassung
- Beratung und Information



Standorte



Zweiggelände Fabekstraße
Unter den Eichen 44 – 46



Zweiggelände Adlershof
Richard-Willstätter-Straße 11



Stammgelände Lichterfelde
Unter den Eichen 87



BAM Testgelände Technische Sicherheit (TTS)
An der Düne 44, Baruth/Mark

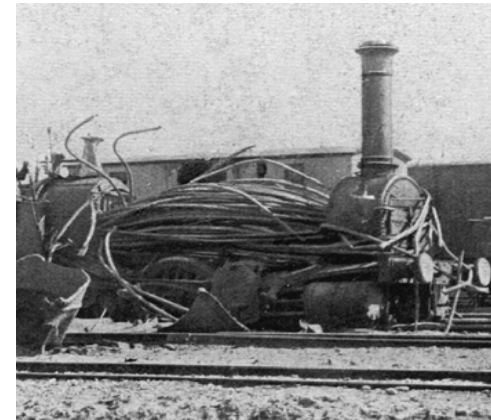
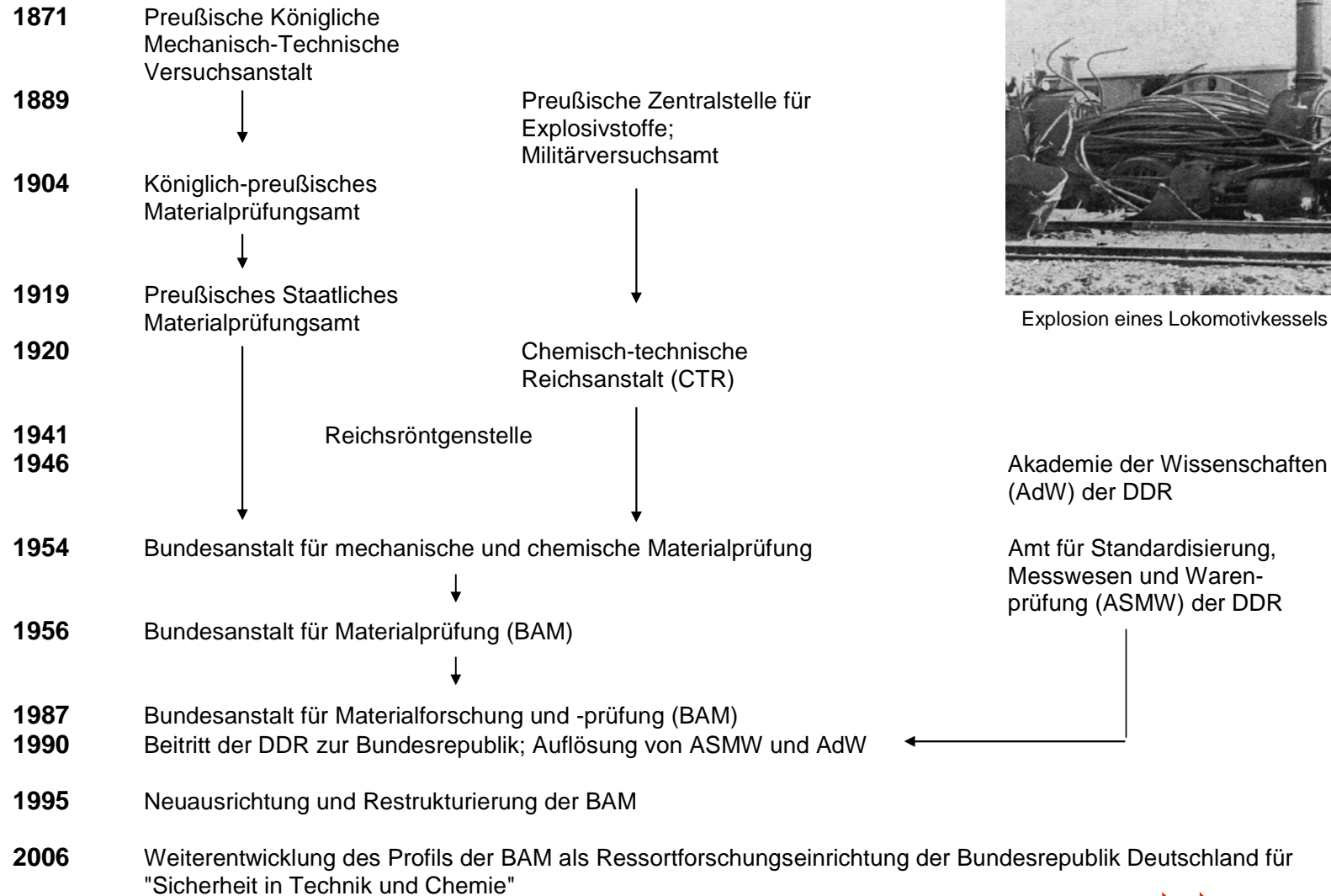


Fachabteilungen

- 1 Analytische Chemie; Referenzmaterialien
- 2 Chemische Sicherheitstechnik
- 3 Gefahrgutumschließungen
- 4 Material und Umwelt
- 5 Werkstofftechnik
- 6 Materialschutz und Oberflächentechnik
- 7 Bauwerkssicherheit
- 8 Zerstörungsfreie Prüfung
- 9 Komponentensicherheit
- S** Akkreditierung, Qualität im Prüfwesen



Geschichte



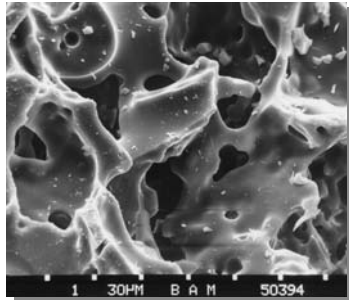
Explosion eines Lokomotivkessels (1871)



Fachaufgaben

- **Hoheitliche Funktionen**
zur technischen Sicherheit insbesondere im Gefahrstoff- und
Gefahrgutrechtsbereich
- **Beratung von Bundesregierung, Wirtschaft sowie nationalen
und internationalen Organisationen**
im Bereich der Materialtechnik und Chemie
- **Mitarbeit bei der Entwicklung entsprechender gesetzlicher Regelungen**
z. B. bei der Festlegung von Sicherheitsstandards und Grenzwerten
- **Unterstützung der Normung und anderer technischer Regeln**
für die Beurteilung von Stoffen, Materialien, Konstruktionen und Verfahren
im Hinblick auf Schadensfrüherkennung bzw. -vermeidung, Umweltschutz
und den Erhalt volkswirtschaftlicher Werte
- **Entwicklung und Bereitstellung**
von Referenzmaterialien und Referenzverfahren, insbesondere der
analytischen Chemie und der Prüftechnik





Was sind eigentlich ... Referenzmaterialien (RM)?

A material or substance one or more properties of which are sufficiently well established to be used for the calibration of an apparatus, the assessment of a measurement method, or for assigning values to materials.

(→ ISO-Guide 30, DIN 32811)

... und zertifizierte Referenzmaterialien (ZRM)?

A reference material or substance one or more of whose property values are certified by a technically valid procedure, accompanied by or traceable to a certificate or other documentation which is issued by a certifying body.

(→ ISO-Guide 30, DIN 32811)

Wichtig: Die Angabe jedes zertifizierten Eigenschaftswertes eines ZRM muss zusammen mit einer Unsicherheitsangabe auf einem ausgewiesenen Vertrauensniveau erfolgen!



Warum Referenzmaterialien?

- Akkreditierung / ISO 17025 etc.
- Qualitätssicherung (QS)
- Qualitätsmanagement (QM)
- Gute Laboratoriumspraxis (GLP)
- ...

Ziel: Richtigkeit + Vergleichbarkeit von analytischen Messresultaten

"Once measured - accepted everywhere"

→ Globale Harmonisierung von Messungen

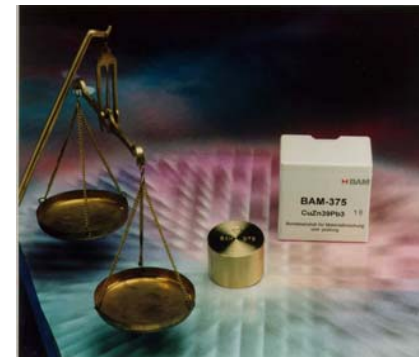
Wichtige Maßnahme: Verwendung von standardisierten Verfahren d.h. Messdurchführung nach Normen (ISO, ASTM, DIN, BSI, AFNOR, ...)

→ **ist jedoch nicht ausreichend!**

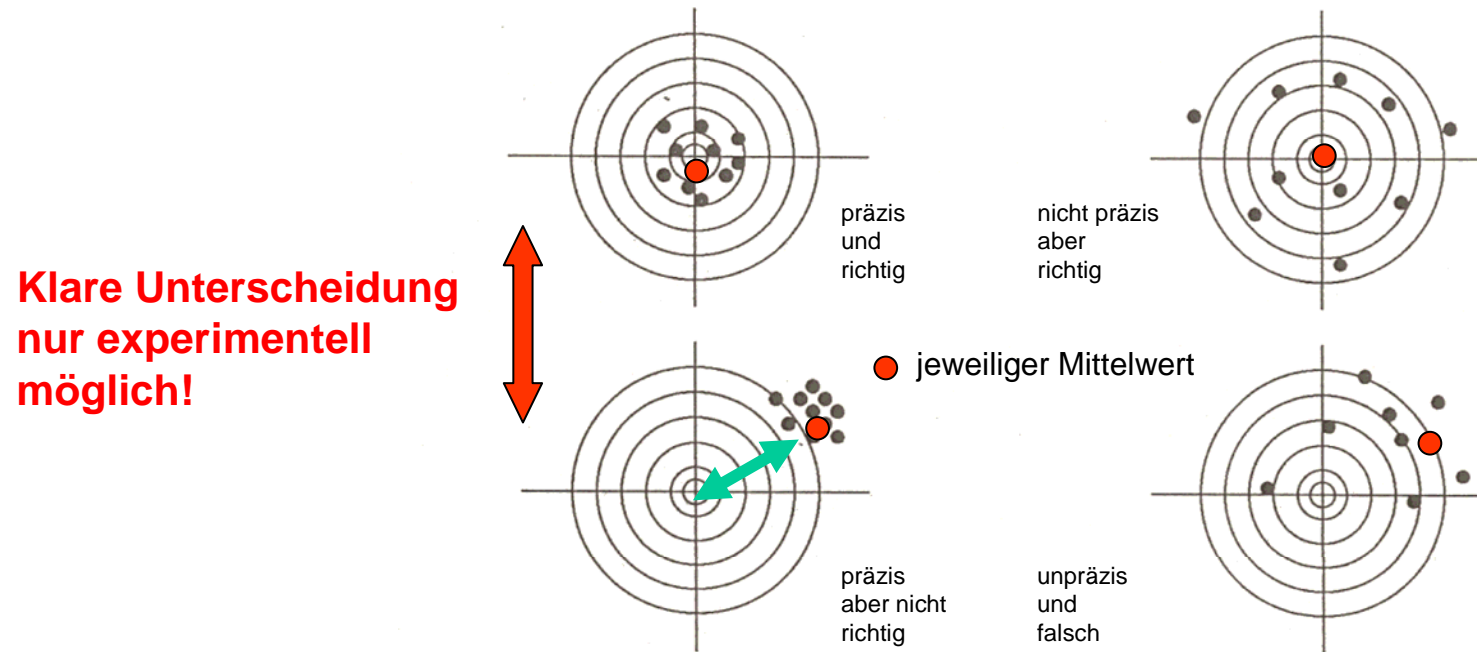
Ursache: **Messunsicherheit**

Richtigkeit → systematische Abweichung

Streuung der Resultate → zufällige Abweichungen



Zielscheibenmodell



Überprüfung der Richtigkeit einer Messung:

- Vergleich mit den Resultaten einer unabhängigen Methode
- Kontrollmessungen unter Verwendung von Referenzmaterialien

Schlussfolgerung: Normen und Referenzmaterialien sind notwendig!

Direkter Test der Geräte-Performance nur mit Referenzmaterialien möglich!



Anforderungen an Referenzmaterialien

- Langzeitstabilität ("long shelf life")
- genügende Homogenität
- Verfügbarkeit in ausreichender Quantität
(BAM: ca. 5 kg bei porösen ZRM)



Referenzmaterialprogramm der BAM

Mehr als 300 Materialien im Katalog 2012

- Eisen und Stahl
- Nichteisenmetalle
- Sonderwerkstoffe
- Primäre Kalibriersubstanzen
- Umwelt-ZRM
- ZRM für die Lebensmittelanalytik
- Kalibriergase
- Elastomermaterialien
- **Poröse Referenzmaterialien**
- Polymer-Referenzmaterialien
- Isotopen-Referenzmaterialien
- Schicht-Referenzmaterialien

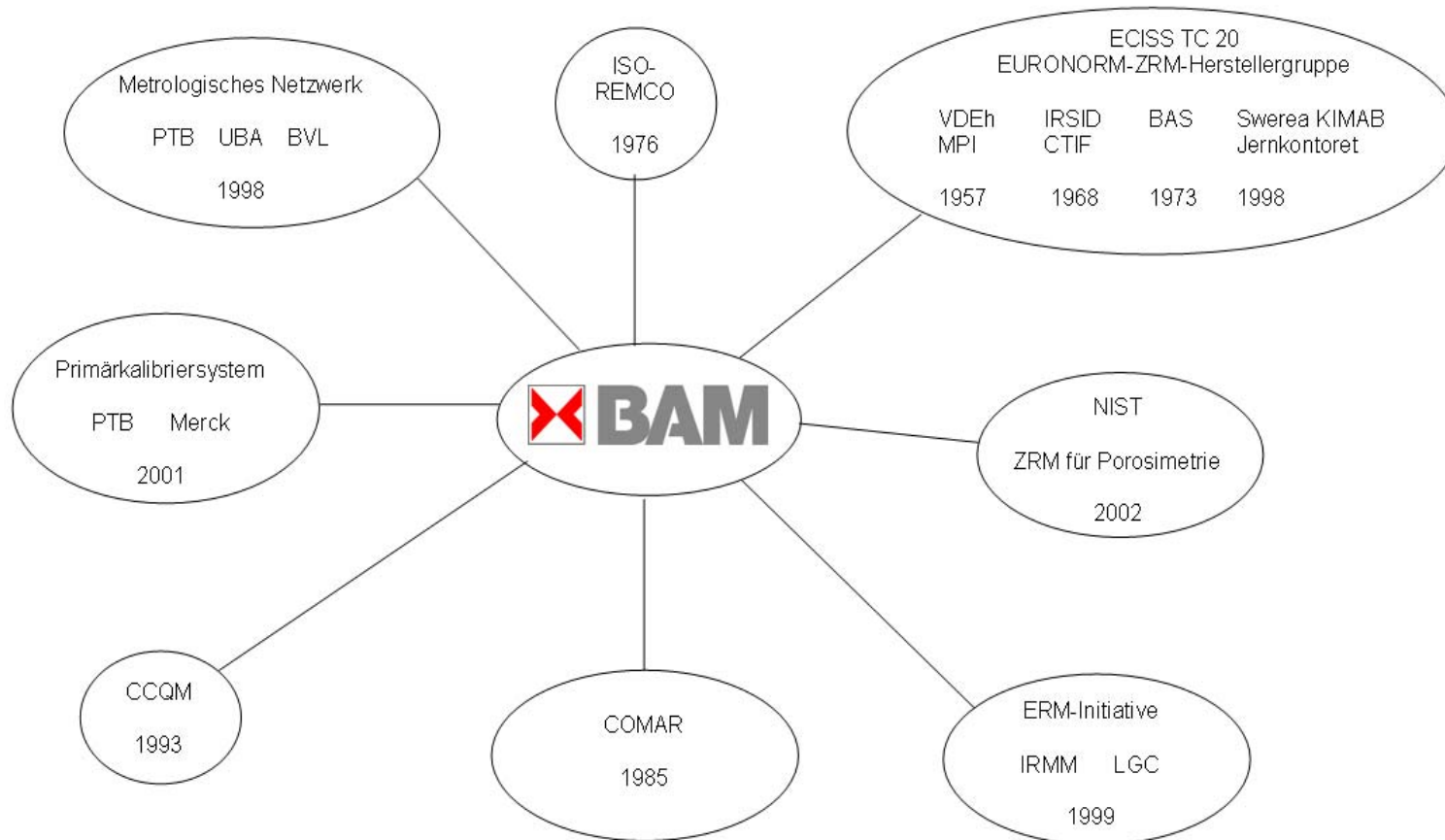


Entwicklung der RM- und Metrologie-Aktivitäten

- 1912** erste RM: "Normalstähle" des damaligen königlichen Materialprüfungsamtes
- 1925** Metallische Nichteisen-RM und Kautschuk-RM
- 1954** Kooperation mit regionalen Materialprüfinstituten zur RM-Herstellung
- 1957** beginnende RM-Industriekooperationen
- 1968** Beitritt zur EURONORM-ZRM-Herstellergruppe (Eisen- und Stahl-RM)
- 1976** Mitarbeit im BCR-Programm, nachfolgenden EU-Rahmenprogrammen + ISO/REMCO
- 1985** COMAR-Datenbank
- 1993** CCQM-Aktivitäten
- 1998** Metrologisches Netzwerk (mit PTB UBA BVL)
- 1999** ERM-Initiative (zusammen mit IRMM und LGC)
- 2000** Vereinbarung mit dem NIST zur RM-Entwicklung
- 2001** Primärkalibriersystem (mit PTB und Merck)
- 2002** erstes gemeinsames BAM-NIST-Referenzmaterial



Metrologisches Netzwerk der BAM



→ Synergie-Effekte, Vermeidung von Doppelarbeit etc.



Zertifizierungsstrategien für BAM-RM

- Ringvergleiche mit kompetenten externen Partnern
- Einsatz eines besonders qualifizierten Messverfahrens innerhalb der BAM ("Elitemethoden-Ansatz", analog dem NIST, vorzugsweise Primärverfahren)
- Anwendung mehrerer unabhängiger, validierter Verfahren innerhalb der BAM
- Primärmethoden-Ansatz
z.B. IDMS für Isotopen-ZRM oder Gravimetrie für Kalibrier-Gasgemische

Zertifizierung der meisten BAM-Referenzmaterialien erfolgt durch Zertifizierungsringvergleiche mit externen Laboratorien.

Einsatz mehrerer unabhängiger Messverfahren, wenn möglich.

Implementierung der Regelungen von ISO Guide 34

ISO 17025-Akkreditierung der Abt. 1 und anderer messender BAM-Bereiche

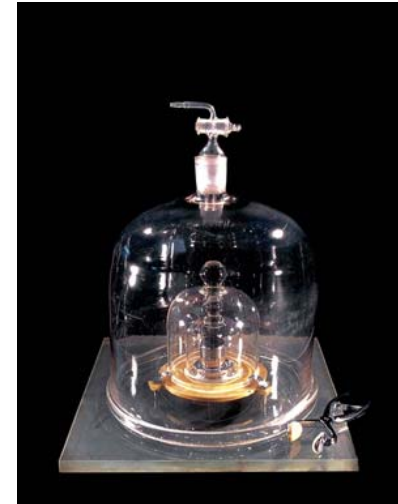


Wichtig bei Zertifizierungen: Metrologische Rückführung

- auf primäre Standards
 - kommerziell erhältliche Lösungen
 - reine Metalle oder stöchiometr. Verbindungen

- Rückführung auf andere ZRMs

Rückführungskette muss nachvollziehbar dokumentiert werden!



Besonderheit bei verfahrensspezifischen Kenngrößen:

- Kenngröße durch das Messverfahren definiert
- Einsatz von vorab festgelegten, in der Regel genormten Messverfahren unabdingbar
- Bezugnahme auf die Prüfnorm und strikte Einhaltung der Messvorschrift ersetzt die messtechnische Rückführung



Eisen und Stahl (Euronorm-ZRM)

Zertifizierung der Massenanteile von Haupt-, Neben- und Spurenbestandteilen

Stahl mit zertifizierten Sauerstoff- und Stickstoffgehalten

Unlegierter Stahl

Reineisen

Legierter Stahl

Hochlegierter Stahl

Sonderlegierungen

Roh- und Gusseisen

Ferrolegerungen

Erze, Eisenoxide

Feuerfestmaterialien

Schlacken

Spektrometer-Einstellprobe



Nichteisenmetalle und -legierungen

Aluminium

Kupfer

Blei

Zink



Sonderwerkstoffe

Zertifizierung der Massenanteile von Haupt-, Neben- und Spurenbestandteilen

- Hochleistungskeramikpulver (BN, SiC, Si₃N₄, B₄C)
- Refraktärmetalle (Wolfram-Metallpulver)
- anorg. Reinst-Stoffe (SiO₂, Al₂O₃, CaCO₃, Ni, NiO, MgO)
- ZRM für Pt-Metalle in Autoabgas-Katalysatoren
- Pb, Br, Cd und Cr in Acrylnitril-Butadien-Styrol- Copolymerisat (ABS)
- ZRM für Elektronikschrott
- Chrom(VI) in Glas
- Glas-Multi-Element-Standard für XRF



Nationale Primäre Kalibriersubstanzen (Typ A-Standards)

Zertifizierung des Massenanteils der Hauptkomponenten verschiedener Reinstelemente oder Reinstsalze als nationale Normale für die Stoffmenge (Mol)

(in Zusammenarbeit mit der PTB; Weitergabe nur an Staatsinstitute)

BAM-Y001	hochreines Kupfer
BAM-Y002	hochreines Eisen
BAM-Y003	hochreines Silizium
BAM-Y004	hochreines Blei
BAM-Y005	hochreines Zinn
BAM-Y006	hochreines Wolfram
BAM-Y007	hochreines Bismut
BAM-Y008	hochreines Gallium
BAM-Y009	hochreines Natriumchlorid
BAM-Y010	hochreines Kaliumchlorid



Messung aller Verunreinigungen, einschl. N und O
Ansatz: 100% - Summe aller Verunreinigungen



Beispiel: BAM-A-Primary-Cu-1 (BAM-Y001)

H < 2.1																	He < 0.001			
Li < 0.31	Be < 1.1														B < 3.2	C 0.04	N 0.2	O 1	F < 2	Ne < 0.001
Na 0.002	Mg < 0.05														Al < 0.07	Si < 0.002	P < 2	S 5.4	Cl < 0.6	Ar < 0.001
K < 0.002	Ca 0.1	Sc < 0.06	Ti < 0.32	V < 0.04	Cr 0.07	Mn 0.01	Fe < 5	Co < 0.11	Ni 1.64	Cu matrix	Zn 0.057	Ga < 0.11	Ge < 0.12	As 0.5	Se 0.22	Br < 0.014	Kr < 0.001			
Rb < 0.05	Sr < 0.014	Y < 0.03	Zr < 0.015	Nb < 0.02	Mo < 0.06	Tc < 0.001	Ru < 0.03	Rh < 1.6	Pd < 0.014	Ag 11.3	Cd < 0.015	In < 0.05	Sn 0.14	Sb 1	Te < 0.22	I < 0.09	Xe < 0.001			
Cs < 0.005	Ba < 0.017	La < 0.002	Hf < 0.003	Ta < 0.003	W < 0.12	Re < 0.009	Os < 0.004	Ir < 0.007	Pt < 0.007	Au < 0.008	Hg < 0.03	Tl < 0.005	Pb 0.47	Bi 0.23	Po < 0.001	At < 0.001	Rn < 0.001			
Fr < 0.001	Ra < 0.001	Ac < 0.001																		
			Ce < 0.005	Pr < 0.002	Nd < 0.21	Pm < 0.001	Sm < 0.007	Eu < 0.003	Gd < 0.001	Tb < 0.001	Dy < 0.001	Ho < 0.001	Er < 0.001	Tm < 0.001	Yb < 0.001	Lu < 0.002				
			Th < 0.02	Pa < 0.001	U < 0.001															

Determined below limits of determinations
 Determined above limits of determinations
 Determination not relevant; estimated

$$w(\text{Cu, BAM-Y001}) = 0.999\ 968 \pm 0.000\ 010 \quad \text{with } k=2$$



Matrix-Referenzmaterialien für die Umweltanalytik

Zertifizierung der Massenanteile verschiedener organischer Verunreinigungen

Beispiele:

- Mineralölkohlenwasserstoffe (MKW), polyzyklische Aromaten (PAH), Organochlorpestizide (OCP) in Boden, Holz, Abfall
- PCB in Altöl (z.B. Transformatoröl),
- Schwefel in Öl und Benzin



Weiteres Beispiel:

ERM® "Sulfur in petrol" zur Kontrolle und Einhaltung der Schwefel-Grenzwerte

ERM-EF211: $48.8 \pm 1.7 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$

ERM-EF212a: $20.2 \pm 1.1 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$

ERM-EF213: $9.1 \pm 0.8 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$



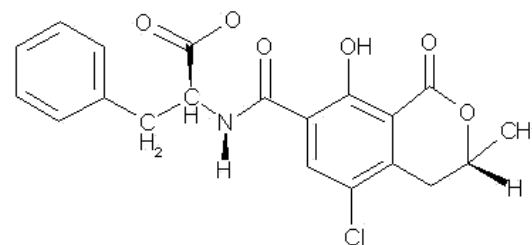
Setting standards
in analytical science



Referenzmaterialien für die Lebensmittel-Analytik

ERM®-BD272	Acrylamid in Knäckebrot
ERM®-BD274	Acrylamid in Zwieback
ERM®-BD475	Ochratoxin A (OTA) in gemahlenem Röstkaffee
ERM®-BD476	Ochratoxin A (OTA) in Rotwein
ERM®-BC600	Fusarium Mykotoxine in Weizenmehl

Zertifizierung der Massenanteile



Structure of ochratoxin A



Kalibriergase



Zertifizierte Referenzgasgemische der BAM (ZRM), die von der BAM oder unter Mandat der BAM von Industriepartnern hergestellt werden:

- Binäre Kalibriergasgemische
- Multikomponenten-Kalibriergasgemische
- Kalibriergase für Kfz-Abgasuntersuchungen
- Kalibriergase für Gaskalorimeter
- Kalibriergase für Prozess-Gaschromatographen

Zertifizierung ausschließlich durch BAM



Isotopen-Referenzmaterialien

Zertifizierung der Isotopenzusammensetzung unterschiedlicher Materialien,
Schwerpunkt ^{10}B / ^{11}B

Bedeutung für Sicherheit in der Kerntechnik
(Reaktor- und Transportbehälter-Werkstoffe)



Elastomer-Referenzmaterialien

Zertifizierung der definierten Härte zur Bestimmung der Abrasion sowie des Quellverhaltens vulkanisierter Kautschukproben

Polymer-Referenzmaterialien

Zertifizierung der Molmasse und inhärenten Viskosität von Polymer-Materialien

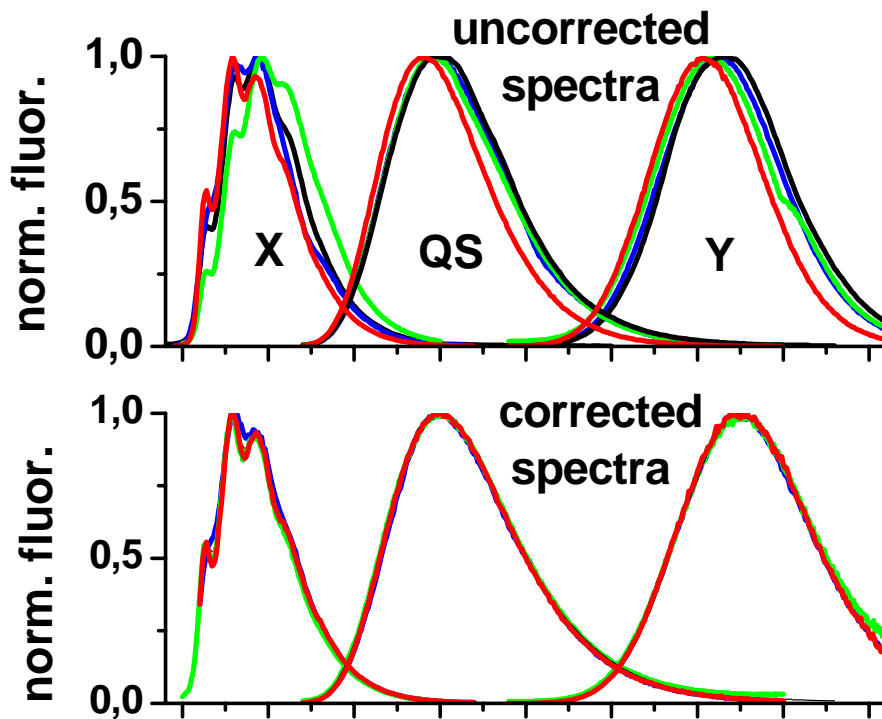
Beispiele:

- Polystyrol (PS)
- Polymethylmethacrylate (PMMA)
- Polyethylenoxid (PEO)
- Polystyrol (PS)
- Polyethylenoxid (PEO)



Fluoreszenzstandards

Zertifizierung der Emissionsspektren verschiedener Farbstoffe zur rückführbaren Charakterisierung von Fluoreszenzmessungen



Referenzmaterialien für Schicht- und Oberflächenanalytik



Zertifizierung

- a) der Dicke von Schichten und Mehrschichtsystemen,
- b) definierter Gehalte an Hydroxylgruppen in Gläsern



Poröse Referenzmaterialien

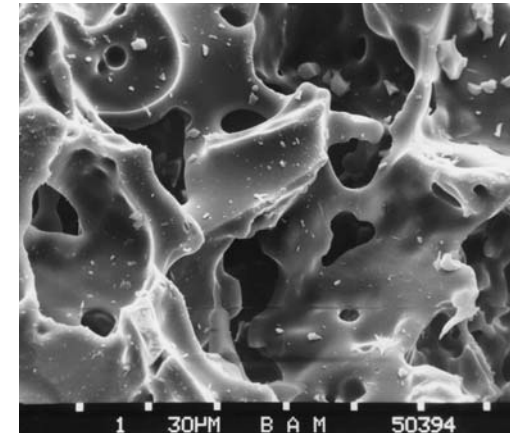
Methoden / Verfahren:

Gasadsorption

Hg-Porosimetrie

Wichtige Kenngrößen :

- Porenvolumen
- Porengröße und -verteilung
- spezifische Oberfläche



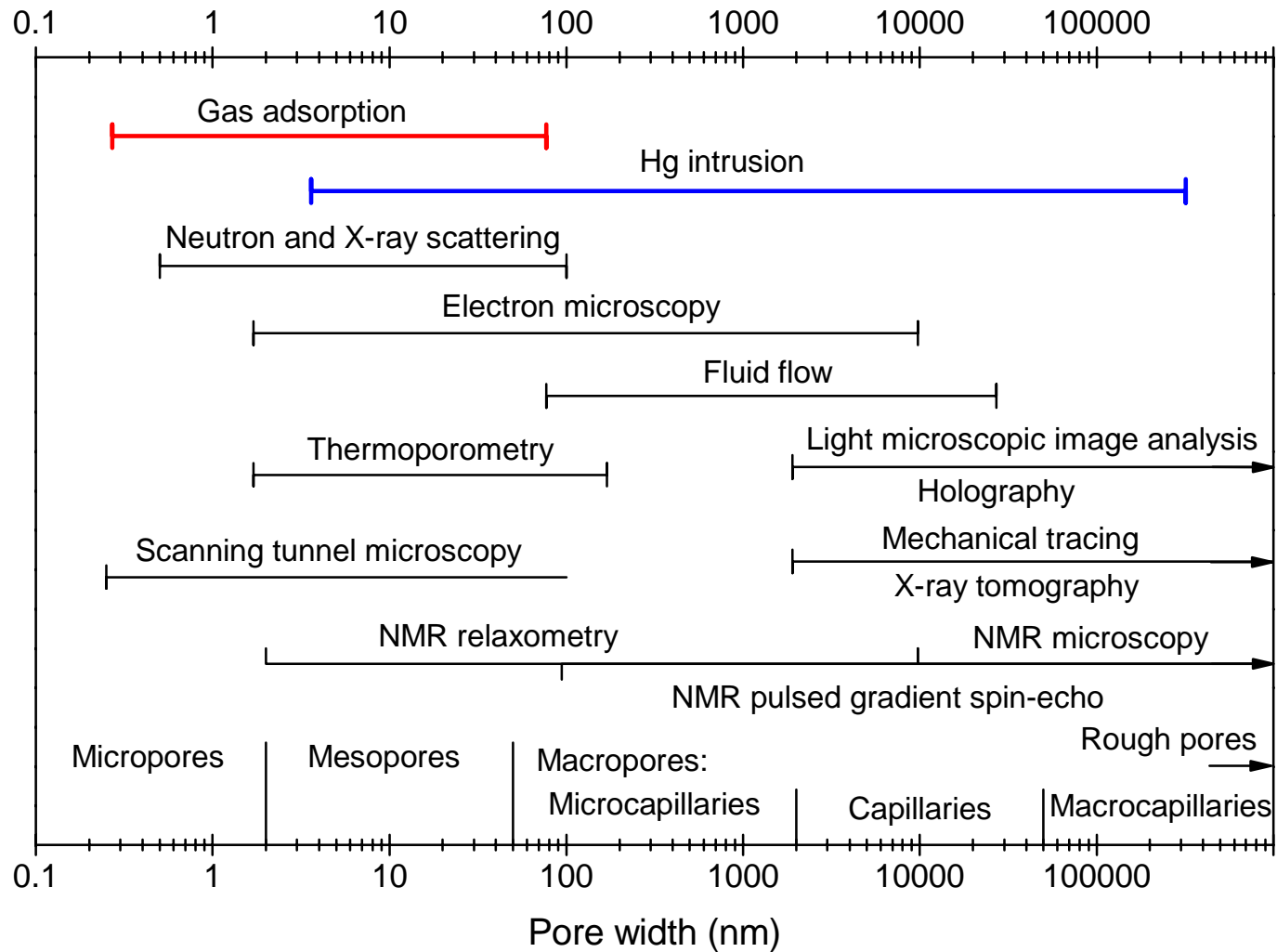
Modellabhängigkeit, d.h. verfahrensbasierte Kenngrößen
teilweise Fraktal-Charakter
keine Absolutwerte
Ergebnisse stets methodenbezogen zu interpretieren

Daher:

- Einsatz von genau definierten Verfahren notwendig (Normung!)
- enger Zusammenhang zwischen Normung und ZRM-Entwicklung



Porenbestimmungsverfahren



Poröse ZRM 2012

CRM Producer	Number of CRMs
BAM (Germany)	15
BCR / IRMM (EU)	6
BAM & BCR	2
NIST (USA)	4
BAM & NIST	1
APPIE (Japan)	3
Total:	31



Typische Entwicklungsschritte von porösen BAM-ZRM

Machbarkeits-Studie

Auswahl der Kandidaten-Materialien

Homogenitäts- und Stabilitätstests

Auswahl der Ringversuchs-Laboratorien

Zertifizierungs-Ringversuch


Statistische Auswertung der Ringversuchsdaten

Zertifizierungsbericht

Bestätigung des Zertifikats und ZRM-Freigabe



Auswahl von geeigneten porösen Kandidatenmaterialien:

-  trotz einer großen Anzahl neuer sehr interessanter Materialien (u.a. MOF, mesoporöse Zeolithe ...)
oftmals schwierig

Problem:

häufig nur Kleinstmengen pro Synthese-Ansatz verfügbar,
Reproduzierbarkeit nachfolgender Ansätze oft noch ungenügend



Disperse Materialien: Probenteilung und Homogenisierung

Probenteilungsschema von Van der Veen & Nater (1993)

1	2	3	4	5	6	7	8		
⇓	⇓	⇓	⇓	⇓	⇓	⇓	⇓		
1-8	2-7	3-6	4-5	5-4	6-3	7-2	8-1	⇒	H
1-7	2-6	3-5	4-4	5-3	6-2	7-1	8-8	⇒	G
1-6	2-5	3-4	4-3	5-2	6-1	7-8	8-7	⇒	F
1-5	2-4	3-3	4-2	5-1	6-8	7-7	8-6	⇒	E
1-4	2-3	3-2	4-1	5-8	6-7	7-6	8-5	⇒	D
1-3	2-2	3-1	4-8	5-7	6-6	7-5	8-4	⇒	C
1-2	2-1	3-8	4-7	5-6	6-5	7-4	8-3	⇒	B
1-1	2-8	3-7	4-6	5-5	6-4	7-3	8-2	⇒	A

Einsatz von Rotationsprobenteilern



Kompakte Materialien:

Homogenitäts-Test mit Hilfe von speziellen statistischen Designs

Accred Qual Assur (2006) 11: 107–115
DOI 10.1007/s00769-006-0103-2

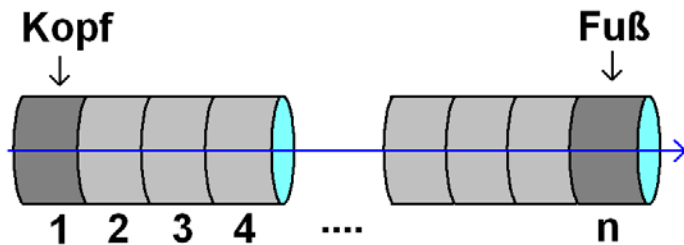
GENERAL PAPER

Barbara Röhl-Kuhn
Jörg Polzehl
Peter Klobes

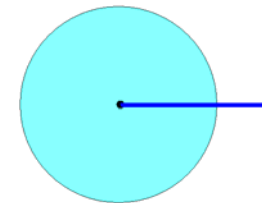
**Simultaneous confidence and prediction
bands in the certification
of pressure-volume curves for the pore
size analysis of solids by means
of mercury porosimetry**



→ ähnliche Probleme u.a. bei kompakten metallischen ZRM:



Axialer Gehaltsgradient bei inhomogenem Material



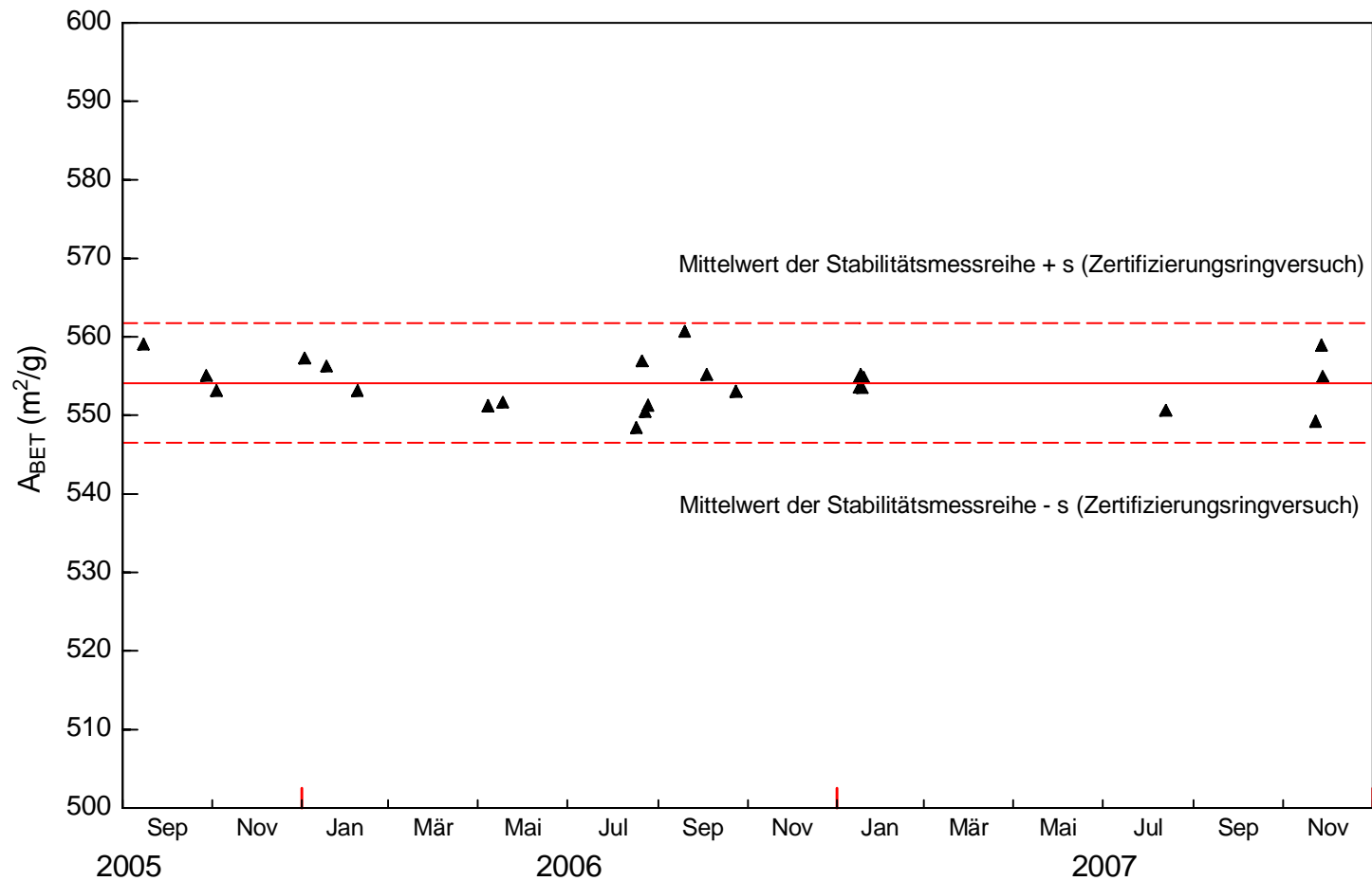
Radialer Gehaltsgradient bei inhomogenem Material



Probe nach dem partiellen Abfunken



Stabilitätstests: Beispiel: BAM-P108



Keine signifikanten Veränderungen innerhalb von 3 Jahren



Homogenitätstests: **Beispiel: BAM-P108**

$$u_{bb} = \sqrt{\frac{s_{between}^2 - s_{within}^2}{n}}$$

ISO Guide 35

u_{bb} standard uncertainty due to inhomogeneity

n number of measurements

$s_{between}^2$ bottle-to-bottle variation (17 bottles, duplicate measurements each)

s_{within}^2 variation within one bottle (1 additional bottle, 6 measurements)

s_{within} (m ² /g)	$s_{between}$ (m ² /g)	u_{bb} (m ² /g)	Difference between samples significant?	
			95 %	99%
1.636	2.10	0.931	no	no



Beispiel: BAM-P108 Zertifizierungs-Ringversuch

Participating Laboratories

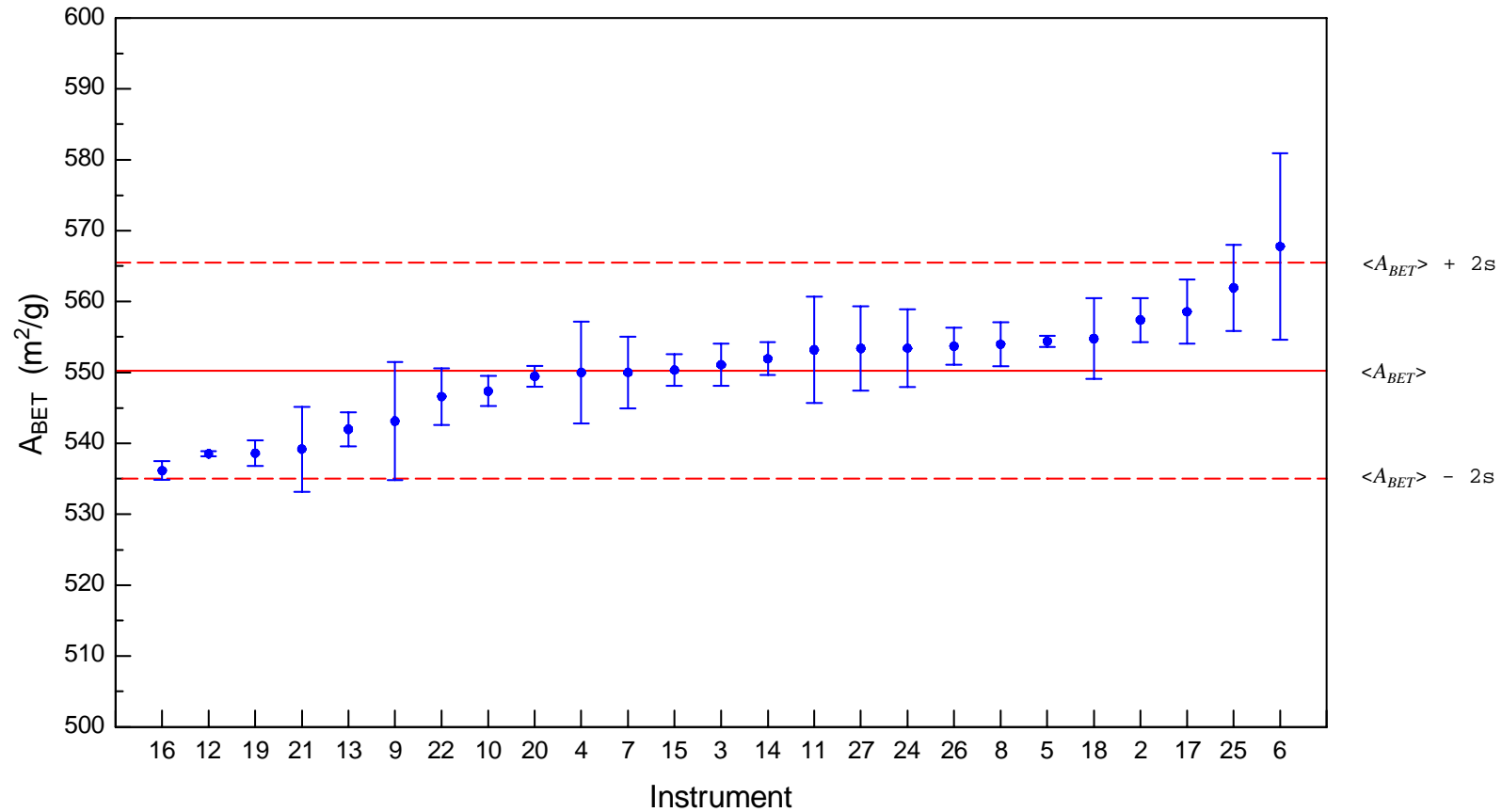
	Germany	16
	USA	3
	The Netherlands	2
	France	1
	Italy	1
	Japan	1
	Spain	1

5 replicate measurements per laboratory, final evaluation with BAM software

11 different types of gas adsorption instruments



Beispiel: BAM-P108 Ringversuchs-Resultate



Beispiel: BAM-P108 zertifizierter Wert mit Unsicherheit

	Certified Value $x_{cert} = \langle A_{BET} \rangle$	Combined Standard Uncertainty u_c	Expanded Uncertainty $U = k \cdot u_c$ (with $k = 2$)
	in m ² /g		
BET surface area	550	2.06	5

Erweiterungsfaktor $k = 2$ entspricht einem Konfidenzintervall von etwa 95 %.

$$u_c^2(\langle A_{BET} \rangle) = \frac{s_{A_{BET}}^2}{n_{instrument}} + \frac{1}{n_{instrument}^2} \sum_{i=1}^n s_{instrument,i}^2 + u_{bb}^2$$

$$x_{cert}(\text{BAM-P108}) = \langle A_{BET} \rangle \pm U = 550 \pm 5 \text{ m}^2/\text{g}$$

The certified value is expressed as the mean of the instrument averages of 25 instruments which participated in the interlaboratory comparison measurements:

The value of u_c includes both a combined estimate of the variation of the averages and the variation due to material inhomogeneity according to ISO Guide 35



Entwicklung von Porositäts-ZRM an der BAM

- **1995 - 1996** Erste 4 poröse ZRM für die Gasadsorptions-Porosimetrie
- **1997 - 2000** 3 ZRM für die Hg-Porosimetrie (Hochdruckbereich)
1 mikroporöses ZRM
- **2000 - 2002** Erstes von NIST und BAM gemeinsam zertifiziertes Referenzmaterial (Hg-Porosimetrie-Standard)
- **2002 - 2005** 4 ZRM für die Hg-Porosimetrie (niedriger Intrusionsdruck-Bereich)
- **2006 - 2007** 1 mikroporöses ZRM mit großer BET-Oberfläche
- **2008 - 2010** 1 mesoporöses + 1 mikroporöses ZRM ($A_{\text{BET}} > 1000 \text{ m}^2/\text{g}$)

Zusätzlich:

- **1997 - 1999** 2 mikroporöse ZRM im Rahmen eines EU-SM&T-Projekts (zertifiziert 2003)



Dezember 1996:

BAM-PM-101, -102, -103, -104 → Erste poröse BAM-ZRM

Zertifizierte Kenngrößen

PM-101 u. -102: Spez. Oberfläche (BET)

PM-103 u. -104: - Spez. Oberfläche (BET)

- Spez. Porenvolumen
- Porendurchmesser (BJH)



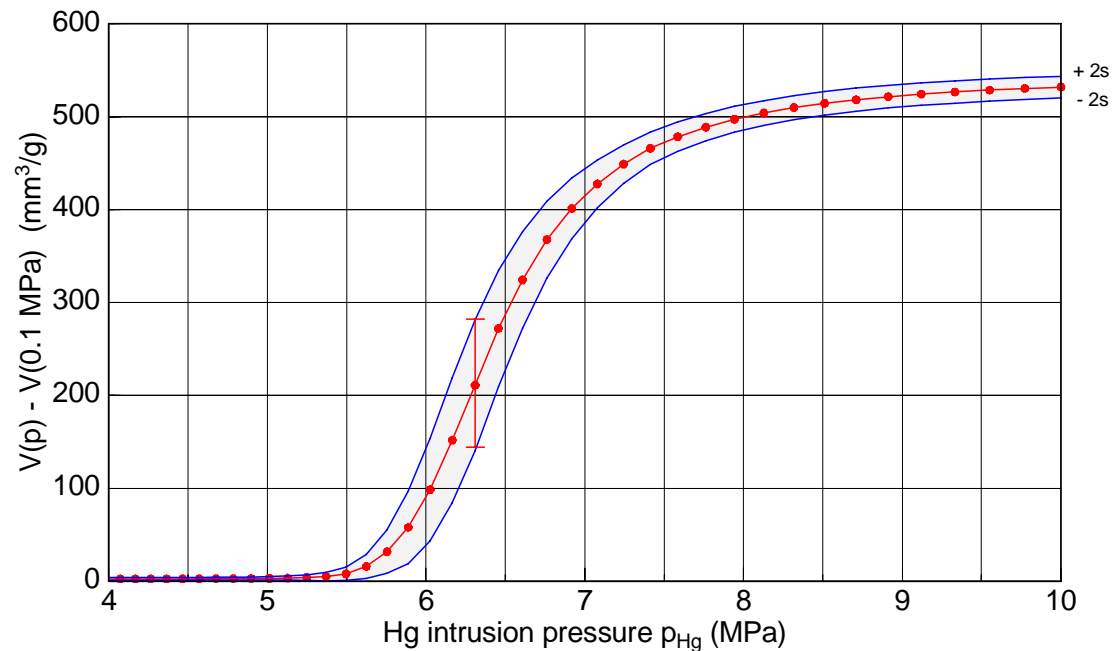
weltweit zum ersten Mal



Juli 2000:

BAM-PM-120, -121, -122 → Weltweit erste ZRM für Hg-Porosimetrie

jetzt:
ERM[®]-FD120,
-FD121,
-FD122



Neues Konzept:
Zertifizierung der gesamten Intrusionskurve

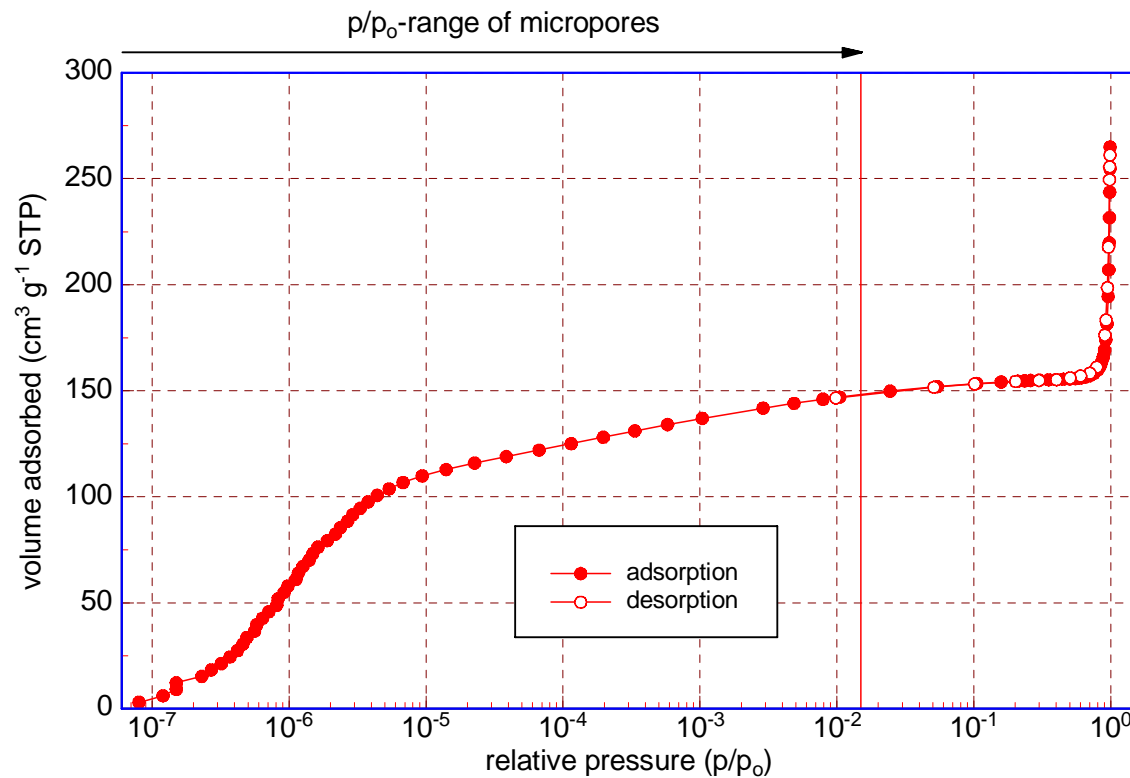


November 2000:

BAM-P107 → Weltweit erstes mikroporöses ZRM

N_2 an Zeolith

jetzt: **ERM[®]- FD123**



August 2002:

Hg-Porosimetrie-Standard
NIST SRM 1917 / CRM BAM-P127



Erstes von NIST und BAM
gemeinsam zertifiziertes Referenzmaterial

P. Klobes⁽¹⁾, D. B. Minor⁽²⁾, B. Röhl-Kuhn⁽¹⁾, A. Zimathies⁽¹⁾, C. Prinz⁽¹⁾,
S. D. Leigh⁽²⁾, N. A. Heckert⁽²⁾, B. S. MacDonald⁽²⁾

- ⁽¹⁾ Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), D-12200 Berlin, Deutschland
⁽²⁾ National Institute of Standards and Technology (NIST), Gaithersburg, MD 20899-8520, USA





National Institute of
Standards & Technology



Standard Reference Material®
NIST SRM 1917

Certified Reference Material
CRM BAM-P127

CERTIFICATE

Mercury Porosimetry Standard

This SRM/CRM jointly developed and certified by NIST and BAM is intended for use in calibrating and monitoring the performance of mercury porosimeters. The SRM/CRM unit consists of a single bottle containing approximately 10 g of alumina beads.

Certified properties:

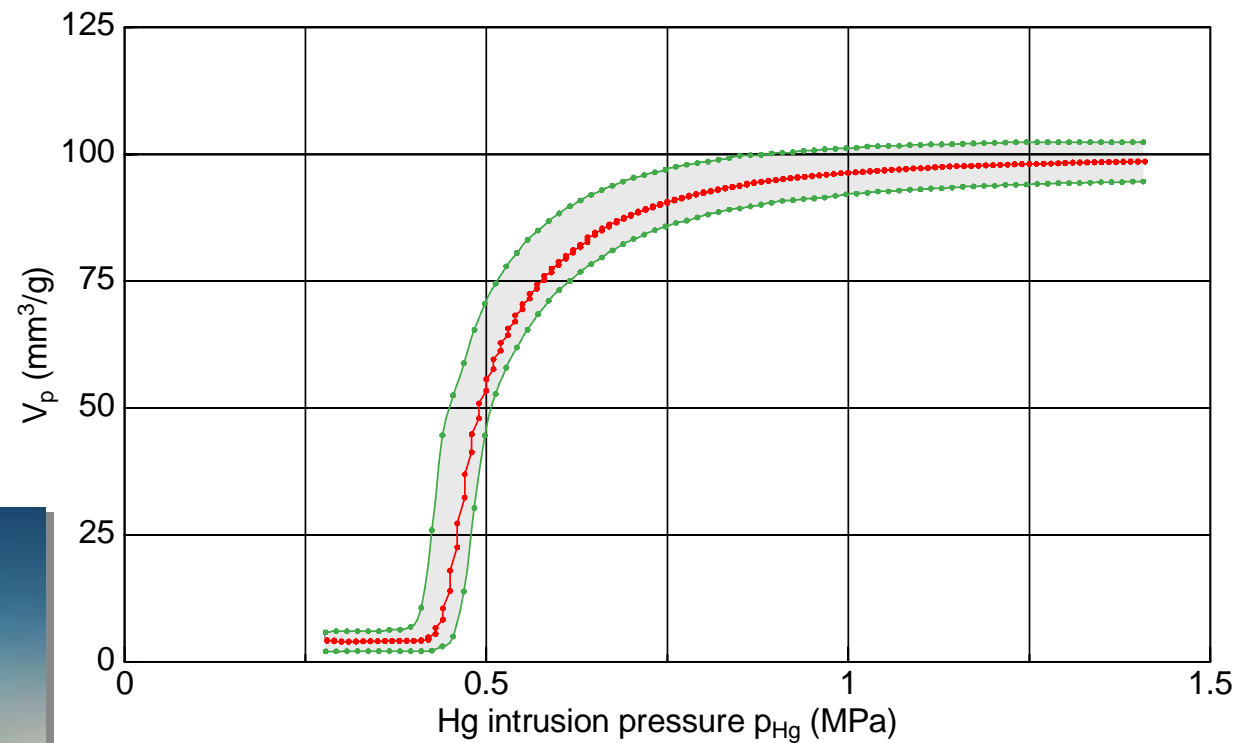
- A) Pressure-volume curve (mercury intrusion curve) between 0.1 MPa and 400 MPa (see Fig. A1 and A2 in Annex 2 and Table in Annex 3 for values at each data point)
- B) Diameter-volume curve (cumulative pore volume curve) between 3.7 nm and 14708 nm (see Fig. A3 and A4 in Annex 2 and Table in Annex 3 for values at each data point)
- C) (i) Pore volume values at selected intrusion pressure points; (ii) Values for the pore diameter (see Table 1)



Dezember 2002:

BAM-P123 → Erstes ZRM für den niedrigen Hg-Intrusionsdruckbereich

jetzt: **ERM[®]- FD123**



Zertifizierte Druck-Volumen-Kurve (rot) mit simultanem Vorhersage-Band beim Signifikanz-Niveau 0.95 (grün)



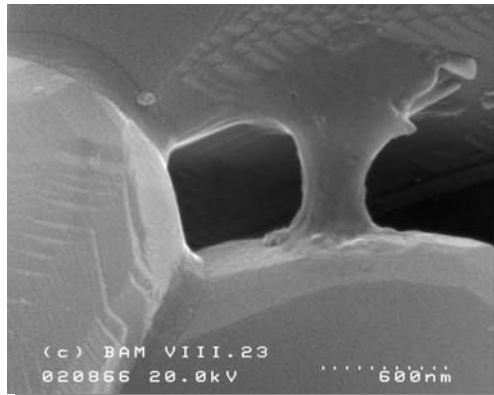
Dezember 2003:

BAM-P125

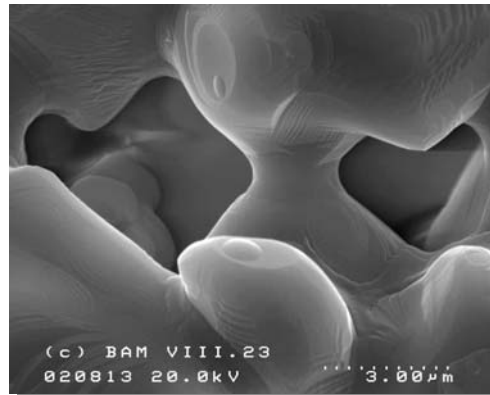
Februar 2005:

BAM-P124 und -P126

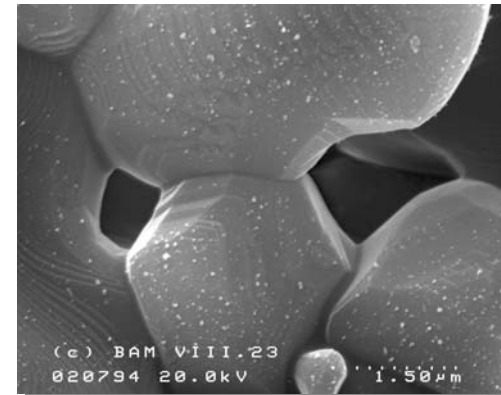
→ Weitere ZRM für niedrigen Hg-Intrusionsdruck



BAM-P125



BAM-P124



BAM-P126



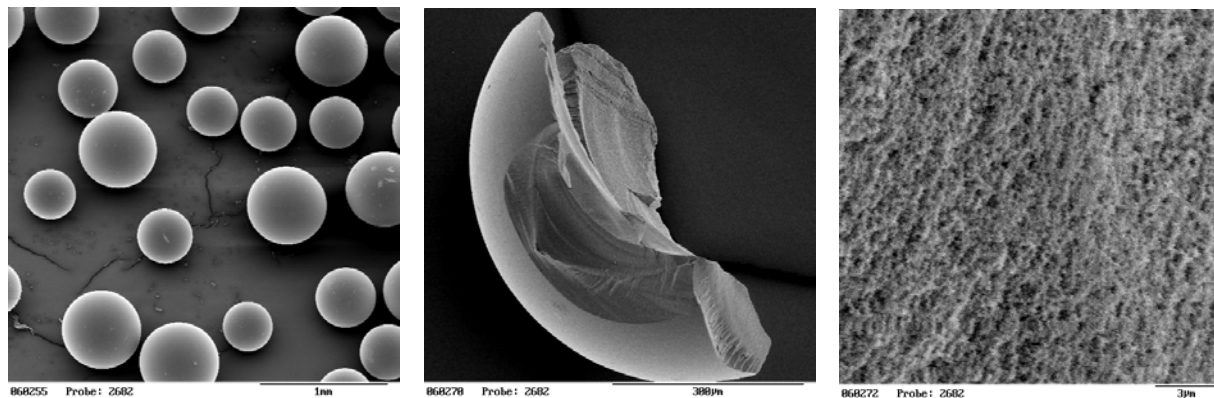
ERM[®]-FD123 and BAM-P124, BAM-P125, BAM-P126



Dezember 2007:

BAM-P108

- binderfreies hochporöses Kohlenstoffmaterial mit Porenweiten von etwa 0,8 nm
- Kompakte Kohlenstoff-Kugeln, Partikelgrößen zwischen 250 und 500 μm
- zertifizierte BET-Oberfläche von $550 \pm 5 \text{ m}^2/\text{g}$



SEM micrographs of CRM BAM-P108

a) General view of the carbon beads

b) Fragment of a single carbon bead

c) Magnified view of a typical fracture plane



Januar 2009:

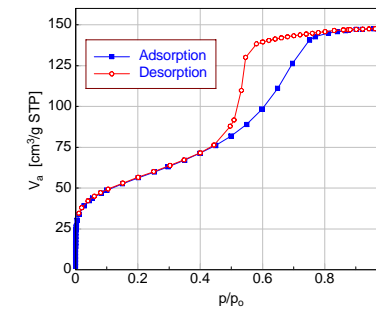
BAM-P105

Nanoporöses Glas
N₂ Adsorption / Desorption bei 77 K

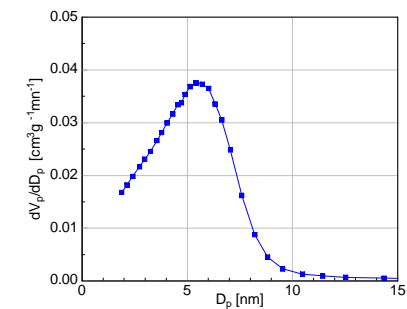


Zertifizierte Kenngrößen

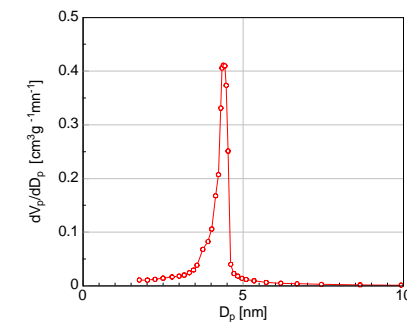
- Porendurchmesser (Ads. / Des.)
- Porenvolumen
- BET-Oberfläche



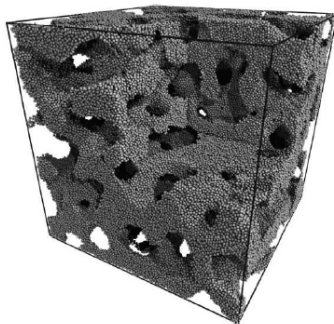
N₂-Isotherme



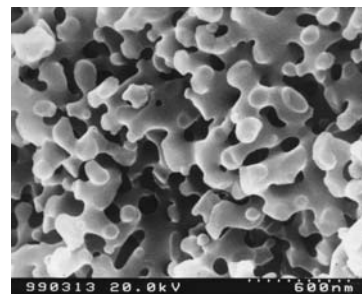
Porengrößenverteilung (Ads.)



Porengrößenverteilung (Des.)



Nanoporöses Glasmodell (Gelb et al. 1999)



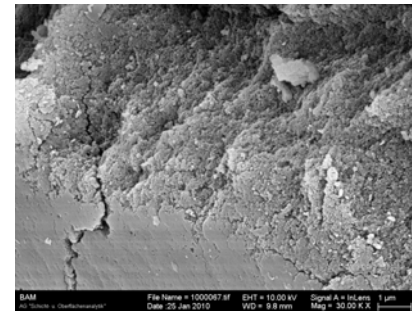
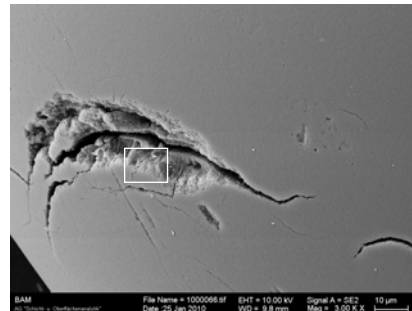
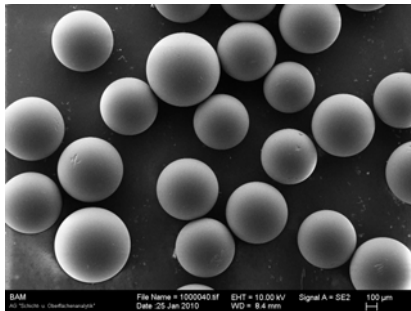
REM-Aufnahme von BAM-P105



Februar 2010: BAM-P109

- mikroporöses Kohlenstoffmaterial analog zu BAM-P108, jedoch höher aktiviert
- zertifizierte BET-Oberfläche von $1394 \pm 25 \text{ m}^2/\text{g}$

 largest certified SSA available at the moment



SEM micrographs of CRM BAM-P109

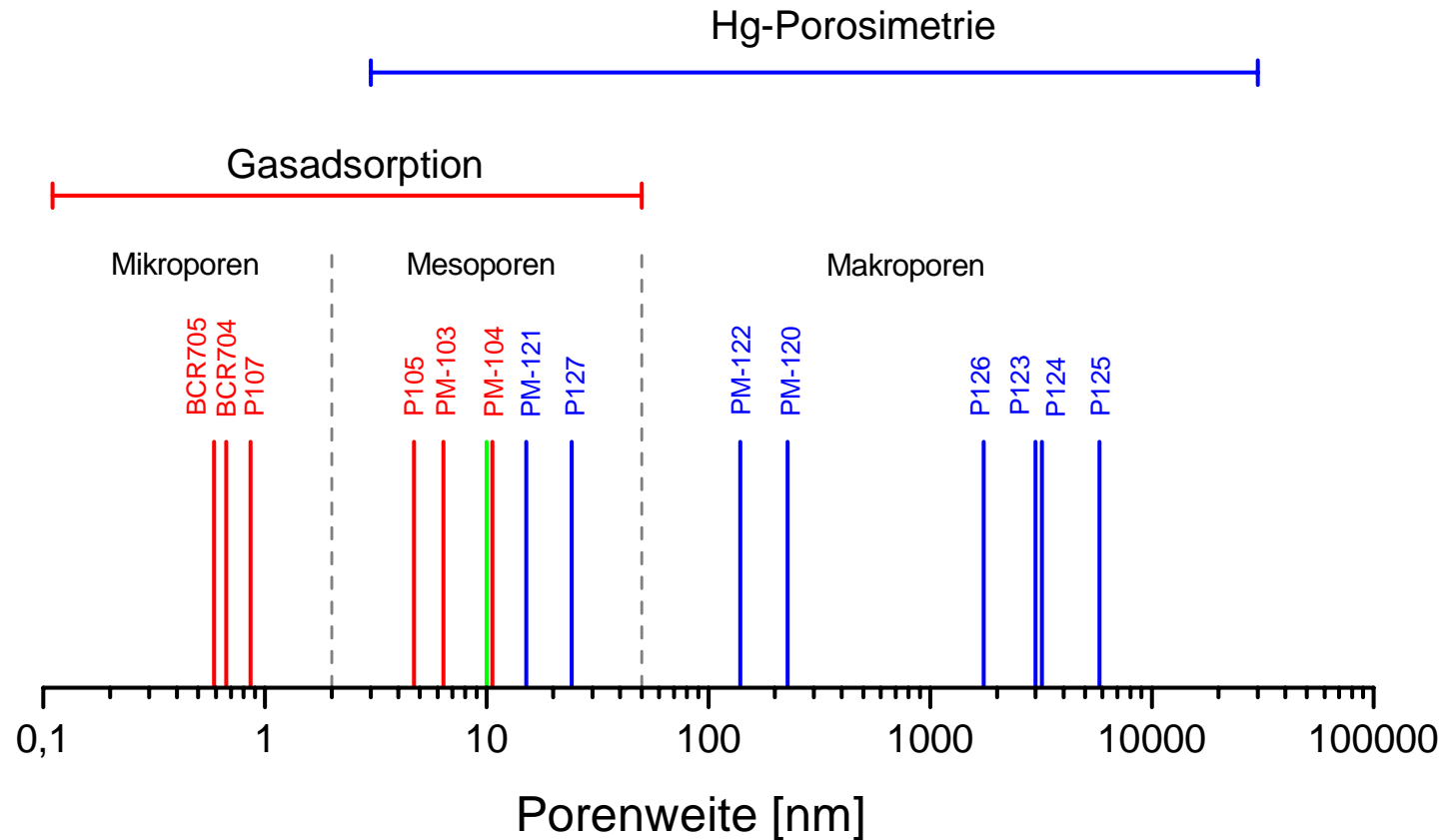
a) General view of the carbon beads

b) Fragment of a single carbon bead

c) Magnified view of a typical fracture plane



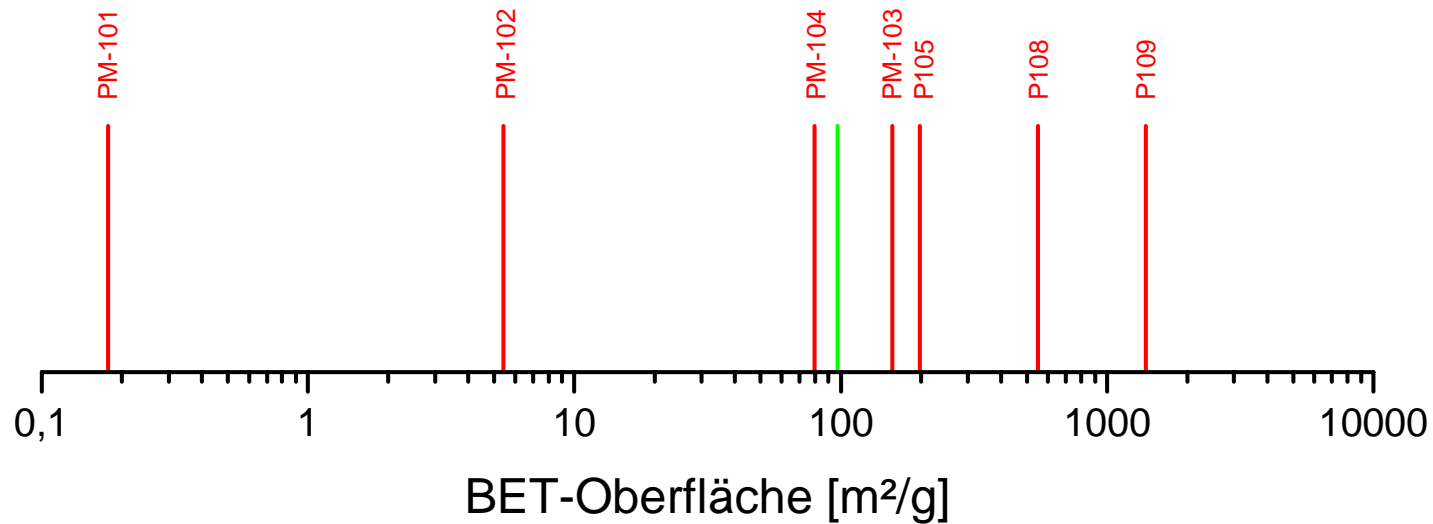
Porenweiten der porösen BAM-ZRM



In Vorbereitung: BAM-P106, ca. 9,7 nm



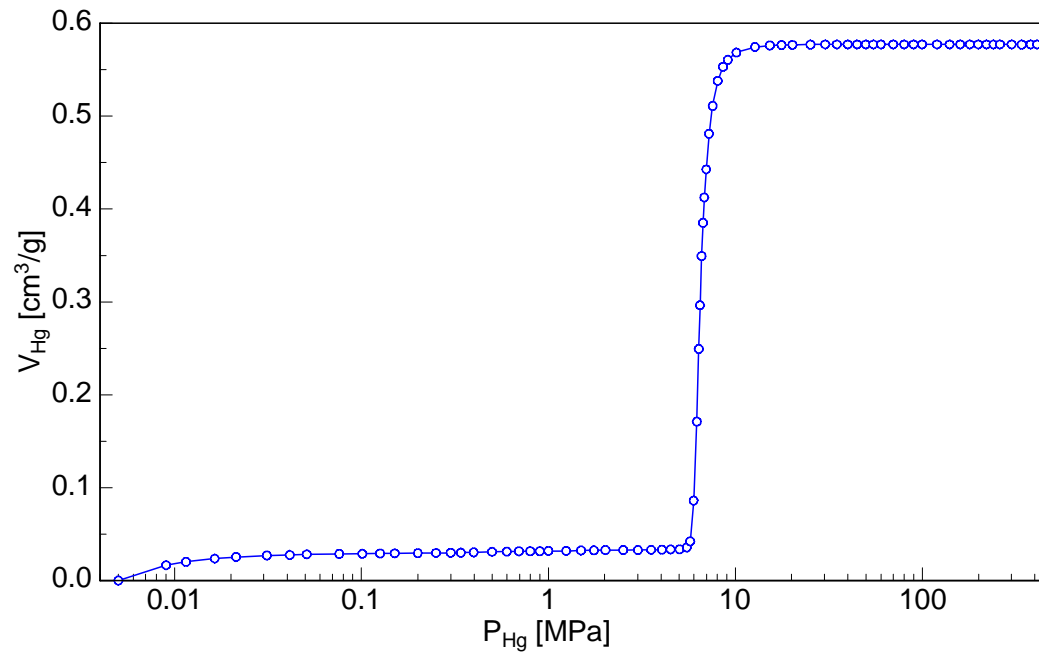
Spez. Oberflächen der porösen BAM-ZRM



In Vorbereitung: BAM-P106, ca. 97 m²/g



Zum Zertifizierungskonzept der gesamten Intrusionskurve:
 $V_{\text{Hg}} = f(p_{\text{Hg}})$

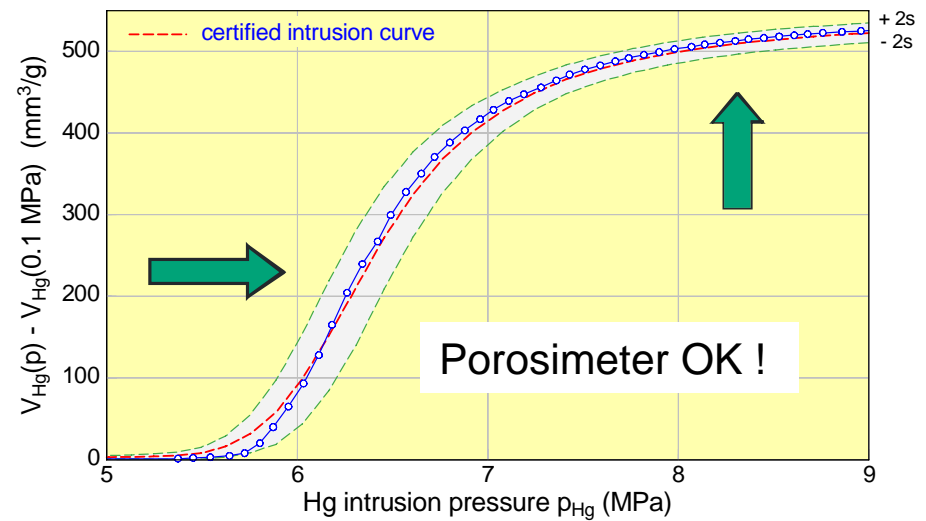
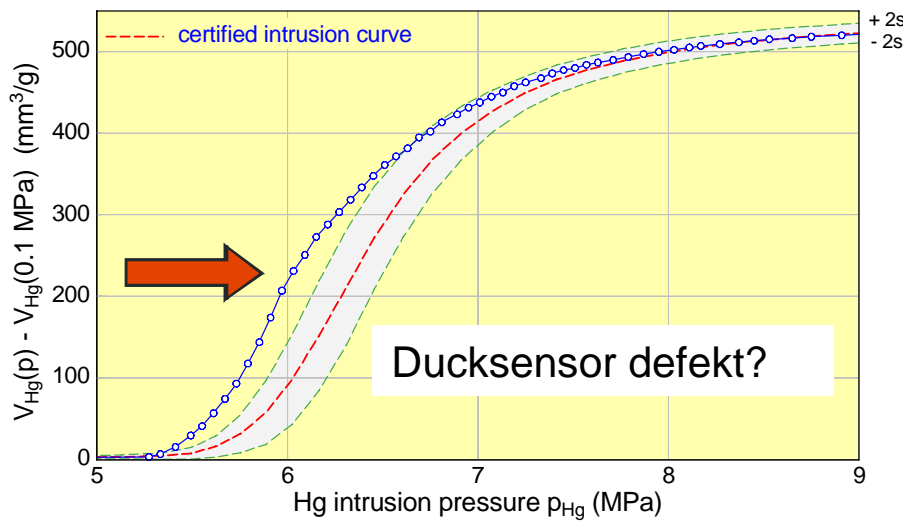
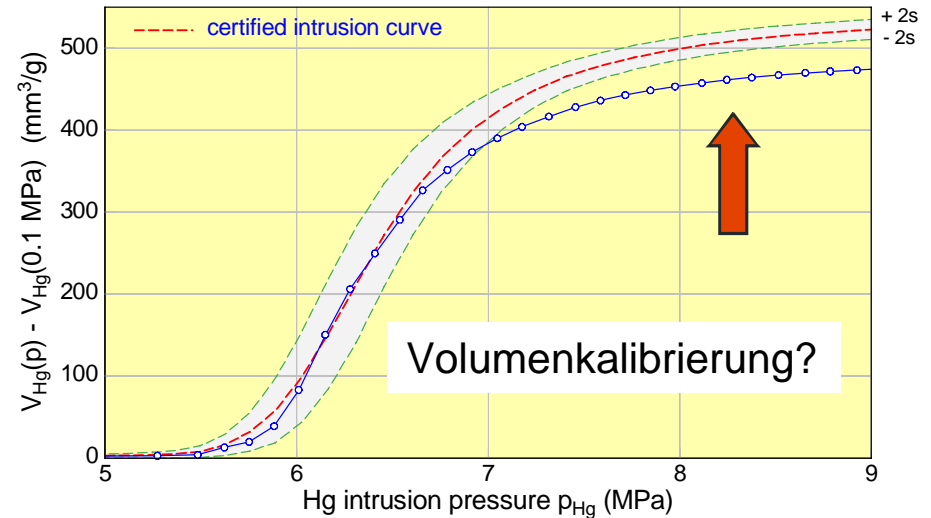


**Modellunabhängigkeit dieser Daten,
simultane Testung von Volumenkalibrierung und Drucksensor möglich**



**Anwendungsbeispiel für zertifizierte
Intrusionskurven:**

**Hg-Porosimeter-Überprüfung mit dem
ZRM ERM-FD120 (BAM-PM-120)**



Normung und ZRM-Entwicklung:

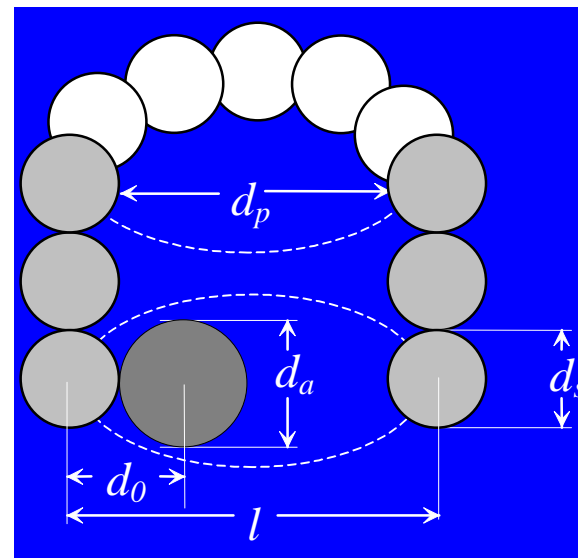
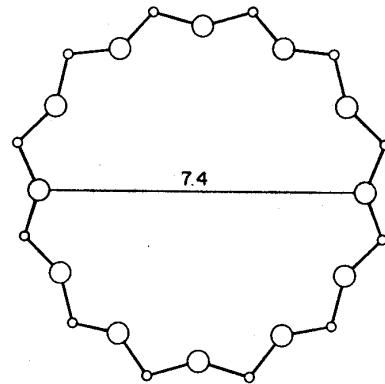
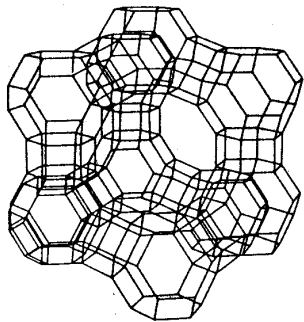
Mikroporöses ZRM
ERM[®]-FD107 (BAM-P107)
 N₂ an Faujasit

DIN 66134-4

Potentialparameter für Saito-Foley-Modell

$$\ln\left(\frac{p}{p_0}\right) = \frac{3}{4} \cdot \frac{\pi N_A}{RT} \cdot \frac{N_s A_s + N_a A_a}{d_0^4} \cdot f_{SF}(\alpha, \beta, l, d_0)$$

$$f_{SF}(\alpha, \beta, l, d_0) = \sum_{k=0}^{\infty} \left[\frac{1}{1+k} \cdot \left(1 - \frac{d_0}{l}\right)^{2k} \cdot \left\{ \frac{21}{32} \alpha_k \left(\frac{d_0}{l}\right)^{10} - \beta_k \left(\frac{d_0}{l}\right)^4 \right\} \right]$$



Künftige ZRM-Entwicklungen an der BAM

Generell:

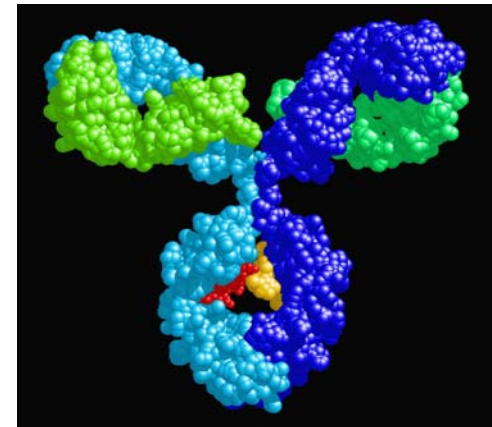
Weitere ZRM innerhalb der bereits vorhanden Material-Kategorien in Vorbereitung

Darüber hinaus:

Erweiterung des ZRM-Spektrums der BAM
(neue Referenzmaterial-Klassen)

u.a.

- Partikelgrößen-Standards für Laser-Beugung
- Nanosilber-Partikelstandard
- RM mit funktionalisierten Partikel-Oberflächen
- Immuno-RM (Antikörper als RM?)



→ teilweise "metrologisches Neuland", noch zahlreiche Grundsatzfragen zu klären!



BAM-Webshop - Microsoft Internet Explorer

Datei Bearbeiten Ansicht Favoriten Extras ?

Zurück Vorwärts Abbrechen Aktualisieren Startseite Suchen Favoriten Medien Verlauf E-Mail Drucken Bearbeiten Diskussion

Adresse <http://www.webshop.bam.de/default.php?cPath=1000&PHPSESSID=3e847a529ebab78588fb85de81f44a7d> Wechseln zu Links >>


BAM
Webshop Home Login Neuer Kunde Warenkorb AGB Kontakt

Produkte Produkte > [Referenzmaterialien](#)

Referenzmaterialien

- Eisen und Stahl
- NE - Metalle
- Isotopenstandards
- Spezialwerkstoffe
- Poröse Materialien
- Elastomer Materialien
- Umwelt und Boden



Schnellsuche



Bitte verwenden Sie Schlüsselwörter, um ein Produkt zu finden.








erweiterte Suche

Warenkorb
ist leer.

Sprachen
 

Katalog

Kategorien

 Eisen und Stahl	 NE - Metalle	 Isotopenstandards
 Spezialwerkstoffe	 Poröse Materialien	 Elastomer Materialien
 Umwelt und Boden		

BAM
Bundesanstalt für
Materialforschung
und -prüfung

© Impressum

www.webshop.bam.de

Start | Internet | Vortrag Leipzig 28-1... | Präsentation1 | Microsoft Word | Tutoren.ppt | BAM-Webshop - ... | 13:55

Danke für die Aufmerksamkeit.

Weitere Informationen:

www.bam.de

