



Chemische Analytik

Rückverfolgbare Gehalts- und Reinheitsbestimmungen

Die Reinheit von Chemikalien ist von zentraler Bedeutung für ihren Einsatz in Produkten wie Werkstoffen, Nahrungsmitteln, Pharmazeutika und Kosmetika. Alle chemisch-analytischen Bestimmungsmethoden basieren auf dem Vergleich mit einer Referenzsubstanz bekannten Gehaltes. Mittels hoch genauer coulometrischer, titrimetrischer und chromatographischer Messverfahren bestimmt METAS die Reinheit von Alkali- und Erdalkalichloriden mit einer erweiterten Messunsicherheit unter einem halben Prozent. Der Schweizer Wirtschaft und Forschung stehen damit Gehalts- und Reinheitsbestimmungen ihrer Referenzmaterialien zur Verfügung, deren internationale Rückverfolgbarkeit und Vergleichbarkeit gesichert ist.

Bei der Reinheitsbestimmung werden Verunreinigungen in einer Substanz quantifiziert. Die beiden komplementären Grössen Gehalt der Hauptkomponenten (Reinheit) und Gehalt von Verunreinigungen ergänzen sich auf 100 Prozent. Entsprechend dem Gehalt an Verunrei-

nungen unterscheiden die Hersteller und Vertreiber von Chemikalien im Allgemeinen die folgenden Reinheitsgrade: roh, technisch, zur Synthese, rein, reinst sowie zur Analyse usw.

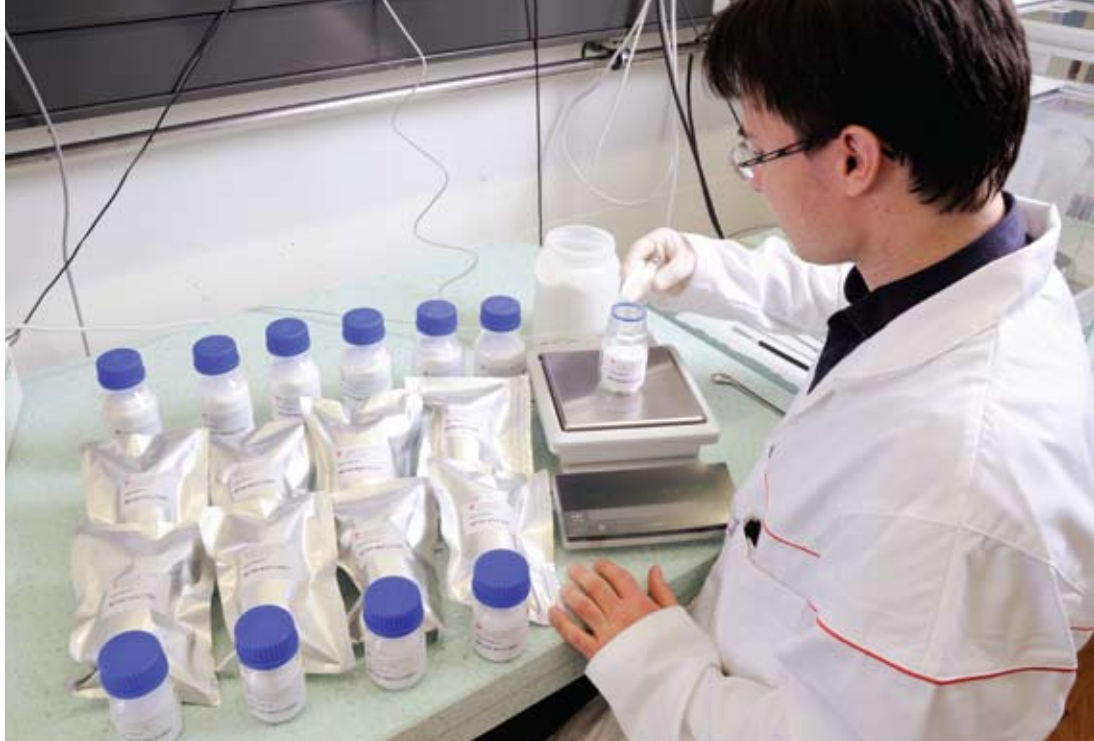
Rückverfolgbare Messmethoden

Als nationales Referenzlabor kann sich METAS nicht auf die deklarierten Gehaltsangaben kommerzieller Hersteller oder Lieferanten abstützen, da deren Rückverfolgbarkeit auf anerkannte Referenzwerte des Internationalen Einheitensystems (SI) nicht immer gewährleistet ist. Einerseits kann der deklarierte Gehalt unrichtig, andererseits keine oder eine zu kleine Unsicherheit angegeben sein. Deshalb bestimmt METAS, in Zusammenarbeit mit nationalen Metrologieinstituten im Ausland, den Gehalt und die Reinheit durch die Anwendung rückverfolgbarer coulometrischer, titrimetrischer, chromatographischer und weiterer Messmethoden.

Messmöglichkeiten Reinheitsanalytik

Messgrösse	Messbereich $/(mol \cdot kg^{-1})$	Relative erweiterte Messunsicherheit /%
Stoffmengengehalt Wasser	$10^{-5} \dots 10^{-2}$	50 ... 0.5
	$10^{-2} \dots 55.5$	< 0.5
Stoffmengengehalt Natrium	$> 5 \cdot 10^5$	< 1.0
Stoffmengengehalt Kalium	$> 5 \cdot 10^5$	< 1.0
Stoffmengengehalt Magnesium	$5 \cdot 10^5 \dots 10$	< 1.0
	> 10	< 0.1
Stoffmengengehalt Calcium	$5 \cdot 10^5 \dots 10$	< 1.0
	> 10	< 0.1
Stoffmengengehalt Chlorid	$> 5 \cdot 10^5$	< 1.0
weitere Analyte	auf Anfrage	auf Anfrage

Die Reinheit einer Substanz berechnet sich in einem konservativen Ansatz als 100 Prozent minus der Summe des Massenanteils der quantifizierten und der nicht quantifizierten Verunreinigungen in Prozent. Der Massenanteil der nicht quantifizierten Verunreinigungen entspricht der halben Nachweisgrenze. Selbstverständlich sind auch Angaben in anderen Einheiten möglich.



Referenzmaterialien des METAS: Die Reinheit des Natriumchlorids C0001, bezogen auf den Chloridgehalt, beträgt $99.94\% \pm 0.03\%$, die Reinheit der Glukose C0001 $99.7\% \pm 0.4\%$ (95 % Vertrauensniveau).

Analytische Messmethoden

Wasser kann mit der coulometrischen Methode nach Karl-Fischer am zuverlässigsten bestimmt werden. Diese Methode basiert auf einer kombinierten elektrochemisch-chemischen Reaktion in einem trockenen Karl-Fischer-Medium definierter Zusammensetzung. Die Messwerte der Stoffmenge werden mit dieser Methode direkt auf die beiden Basisgrößen elektrische Stromstärke und Zeit zurückgeführt.

Die Ionen von Natrium, Kalium, Magnesium, Calcium und Chlorid werden durch eine ununterbrochene Kette von titrimetrischen und/oder chromatographischen Vergleichsmessungen mit gravimetrisch hergestellten Referenzlösungen bestimmt. Die Rückverfolgbarkeit der Messwerte erfolgt hier relativ zu den Werten eines primären,

zertifizierten Referenzmaterials. Diese Referenzmaterialien werden von ausländischen nationalen Metrologieinstituten bezogen.

Die Fachleute des Labors Chemie

- bestimmen den Wassergehalt in Feststoffen und Flüssigkeiten nach der Methode von Karl-Fischer;
- bestimmen die Hauptkomponenten von Alkali- und Erdalkalichloriden mit titrimetrischen und chromatographischen Messmethoden;
- stellen gravimetrisch hergestellte wässrige Mischungen beliebiger Zusammensetzung aus zertifizierten Referenzmaterialien her;
- bestimmen die Dichte homogener Flüssigkeiten;
- bieten auf Anfrage die Bestimmung weiterer Analyte in wässrigen Medien an.



METAS ist das nationale Metrologieinstitut der Schweiz. Es realisiert und vermittelt international abgestimmte und anerkannte Referenzmasse mit der erforderlichen Genauigkeit.

Die Sektion *Analytische Chemie* erbringt Dienstleistungen für die Verwendung von Messmitteln in den Bereichen Umwelt und Gesundheit. Sie stellt Normale für die Messung von Luftfremdstoffen sowie für die Bestimmung der chemischen Aktivität physiologisch wichtiger Stoffe bereit.

Kontakt

Telefon +41 31 32 33 111
purity@metas.ch

Dienstleistungen

www.metas.ch/services

Aktuelle Internetseite

www.metas.ch/purity

Juni 2009. Änderungen vorbehalten.

Bundesamt für Metrologie METAS

Lindenweg 50, CH-3003 Bern-Wabern, Telefon +41 31 32 33 111, www.metas.ch