

DIN 51086-2



ICS 81.040.10; 81.060.10

Prüfung von oxidischen Roh- und Werkstoffen für Keramik, Glas und Glasuren –**Teil 2: Bestimmung von Ag, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cu, Er, Eu, Fe, La, Mg, Mn, Mo, Nd, Ni, P, Pb, Pr, S, Sb, Se, Sn, Sr, Ti, V, W, Y, Yb, Zn, Zr durch optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES)**

Testing of oxidic raw materials and materials for ceramics, glass and glazes –

Part 2: Determination of Ag, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cu, Er, Eu, Fe, La, Mg, Mn, Mo, Nd, Ni, P, Pb, Pr, S, Sb, Se, Sn, Sr, Ti, V, W, Y, Yb, Zn, Zr by optical emission spectrometry with inductively coupled plasma (ICP OES)

Essai des matières premières pour la fabrication des matériaux en céramique, verre ou émail –

Partie 2: Dosage de Ag, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cu, Er, Eu, Fe, La, Mg, Mn, Mo, Nd, Ni, P, Pb, Pr, S, Sb, Se, Sn, Sr, Ti, V, W, Y, Yb, Zn, Zr par spectrométrie d'émission avec plasma à couplage induit par haute fréquence et détecteur optique (ICP OES)

Gesamtumfang 20 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

	Seite
Vorwort.....	2
1 Anwendungsbereich.....	3
2 Normative Verweisungen.....	4
3 Begriffe	5
4 Grundlagen des Verfahrens.....	5
5 Störungen	5
6 Bezeichnung.....	10
7 Geräte.....	10
8 Reinigung der Geräte	10
9 Reagenzien	11
10 Probenvorbehandlung.....	12
11 Durchführung der Messungen	13
12 Auswertung	15
13 Angabe der Ergebnisse.....	16
14 Präzision des Verfahrens	17
15 Prüfbericht.....	17
Anhang A (informativ) Verfahrenskennndaten für die Qualitätssicherung	18
Literaturhinweise	20

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 261 „Chemische Analyse von oxidischen Roh- und Werkstoffen“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) und dem Unterausschuss Glasanalyse im FA I der Deutschen Glastechnischen Gesellschaft (DGG) ausgearbeitet.

In dieser Norm bedeutet % bei Angabe von Gehalten Massenanteile in Prozent.

In dieser Norm werden aggressive und toxische Chemikalien verwendet. Beim Umgang mit diesen Chemikalien gelten die Gefahrstoffverordnung und die Richtlinien für Laboratorien.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Ag, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Ce, Co, Cr, Cu, Er, Eu, Fe, La, Mg, Mn, Mo, Nd, Ni, P, Pb, Pr, S, Sb, Se, Sn, Sr, Ti, V, W, Y, Yb, Zn, Zr in oxidischen Roh- und Werkstoffen für Keramik, Glas und Glasuren, z. B. Feldspäten, Kaolinen, Tonen, Kalkstein, Quarz, in den in Tabelle 1 aufgeführten Konzentrationsbereichen fest.

Tabelle 1 — Untere Grenze des Anwendungsbereiches häufig verwendeter Emissionslinien des ICP-OES-Verfahrens in oxidischen und keramischen Roh- und Werkstoffen; $E = 1\,000\text{ mg}/100\text{ ml}$

Element	Emissions-Linie nm	Untere Grenze des Anwendungs- bereiches Massenanteil mg/kg	Element	Emissions-Linie nm	Untere Grenze des Anwendungs- bereiches Massenanteil mg/kg
Ag	328,068	10	Er	337,271	5
	338,289	10		349,910	10
As	328,068	10	Eu	381,967	1
	338,289	10		412,970	2
B	208,959	3	Fe	238,204	10
	249,678	3		239,562	10
	249,773	5		259,940	10
Ba	233,527	2	La	333,749	5
	455,403	1		408,672	5
	493,409	2			
Ca	315,887	50	Mg	279,079	15
	317,933	5		279,553	0,5
	393,366	0,5			
Cd	214,438	5	Mn	257,610	1
	226,502	5		293,306	10
	228,802	5			
Ce	413,380	30	Mo	202,030	15
	418,660	30		204,598	30
Co	228,616	5	Nd	401,225	30
	238,892	5		430,358	40
Cr	205,552	5	Ni	231,604	10
	267,716	5		232,003	10
	283,563	5			
Cu	324,754	5	P	178,287	300
	327,396	5		213,018	50
				214,914	50

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Element	Emissions-Linie nm	Untere Grenze des Anwendungs- bereiches Massenanteil mg/kg	Element	Emissions-Linie nm	Untere Grenze des Anwendungs- bereiches Massenanteil mg/kg
Pb	220,353	50	V	290,882	5
				292,402	5
				310,230	5
				311,071	5
Pr	390,844	20	W	207,911	15
				209,860	30
				239,709	30
				222,589	30
				202,998	40
S	182,036	300	Y	328,937	3
Sb	206,833	50	Yb	328,937	1
	217,581	50			
Se	196,026	50	Zn	206,191	5
	203,985	50		213,856	3
Sn	235,848	50	Zr	343,823	5
	189,980	50		339,198	5
Sr	407,711	0,5			
	421,552	5			
Ti	334,941	3			
	336,121	5			
	337,280	5			
	368,520	5			

Das nach dieser Norm festgelegte Verfahren ist darüber hinaus gegebenenfalls auf weitere Elemente/Oxide anwendbar, sofern die Richtigkeit der Ergebnisse mit genormten Verfahren überprüft wird.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 5030-3, *Spektrale Strahlungsmessung — Spektrale Aussonderung — Begriffe und Kennzeichnungsmerkmale.*

DIN 12691, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten mit einer Marke, schnellablaufend, Wartezeit 15 Sekunden, Klasse AS.*

DIN 51008-2, *Optische Emissionsspektrometrie (OES) — Teil 2: Begriffe für Systeme mit Flammen und Plasmen.*

DIN 51061-2, *Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe — Teil 2: Probenahme keramischer Rohstoffe.*

DIN 51083-1, *Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe — Chemische Analyse von Alumosilicaten der Feinkeramik — Teil 1: Allgemeine Angaben, Prüfbericht.*

DIN 51083-3, *Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe — Chemische Analyse von Alumosilicaten der Feinkeramik — Teil 3: Aufschlussverfahren.*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben (ISO 1042:1998); Deutsche Fassung EN ISO 1042:1999.*

DIN EN ISO 8655-2, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 2: Kolbenhubpipetten (ISO 8655-2:2002); Deutsche Fassung EN ISO 8655-2:2002.*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987.*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die in DIN 5030-3 und DIN 51008-2 angegebenen Begriffe.

4 Grundlagen des Verfahrens

Die optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) ist eine Messtechnik zum Nachweis und zur Bestimmung von Elementen mit Hilfe der Atomemission. Die Messlösung wird zerstäubt und das Aerosol mit Hilfe eines Trägergases in ein induktiv gekoppeltes Plasma (ICP) transportiert. Dort werden die Elemente zur Strahlung angeregt. Diese Emission wird in einem Spektrometer spektral zerlegt, und die Intensitäten der emittierten Elementlinien werden mit Detektoren gemessen. Eine quantitative Aussage ist durch Kalibrierung mit Bezugslösungen möglich, wobei in einem weiten Bereich (meist mehrere Dekaden) ein linearer Zusammenhang zwischen den Intensitäten der Emissionslinien und Konzentrationen der Elemente besteht. Die Elemente können entweder gleichzeitig (simultan) oder nacheinander (sequentiell) bestimmt werden.

5 Störungen

5.1 Allgemeines

In Einzelfällen können u. a. nachfolgend beschriebene spektrale und nichtspektrale Störungen auftreten. Weitere Störungen werden in der Literatur beschrieben (siehe [1]). Davon haben in der Praxis die Linienkoinzidenzen und die Störungen bei der Probenzuführung die größte Bedeutung.

5.2 Beschreibung der Störungen

5.2.1 Spektrale Störungen

5.2.1.1 Linienkoinzidenzen

Diese Störung entsteht durch Überlappung von Spektrallinien. Linienkoinzidenzen machen sich erst ab einem kritischen Konzentrationsverhältnis von Stör- und Analyselement bemerkbar. Sie hängen von der spektralen Auflösung des Spektrometers ab. In einer Untersuchung wurden die bei der Analyse von Alumosilikaten möglicherweise auftretenden Linienkoinzidenzen ermittelt. Die Ergebnisse dieser Untersuchung sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

Tabelle 2 — Wichtige spektrale Interferenzen bei der Analyse in oxidischen und keramischen Roh- und Werkstoffen mit dem ICP-OES-Verfahren (Analyt: Störelement = 1:100)

Element $\beta = 1 \text{ mg/l}$	Linie nm	Störelemente $\beta \geq 100 \text{ mg/l}$	Element $\beta = 1 \text{ mg/l}$	Linie nm	Störelemente $\beta \geq 100 \text{ mg/l}$
Ag	328,068 338,289	Cr	Ce	413,380 418,660	Fe, V
As	193,696 197,197 189,042	Fe, Al Fe, Al Al	Co	228,616 238,892	Ti Al, Fe
B	208,959 249,678 247,773	Al, Mo Fe, Cr Fe	Cr	205,552 267,716 283,563 284,325	Fe, Mo Mn, V Fe, Mo Fe
Ba	233,527 455,403 493,409	Fe, V	Cu	324,754 327,396	Fe, Ti V
Be	313,042 234,861 313,107	V Fe	Er	337,271 349,910	V
Bi	223,061 306,772	Cu Fe, V	Eu	381,967 412,970	Fe
Ca	315,887 317,933 393,366	Co Fe, V	Fe	238,204 239,562 259,940	Co
Cd	214,438 226,502 228,802	Fe Fe As, Co	La	333,749 408,672	Fe, Ti