

DIN EN 10351

ICS 77.140.10; 77.140.45

**Chemische Analyse von Eisenwerkstoffen –
Analyse von unlegierten und niedrig legierten Stählen mittels optischer
Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma –
Bestimmung von Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, V, Co, Al (gesamt) und Sn
[Routineverfahren];
Deutsche Fassung EN 10351:2011**

Chemical analysis of ferrous materials –
Inductively coupled plasma optical emission spectrometric analysis of unalloyed and low
alloyed steels –
Determination of Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, V, Co, Al (total) and Sn [Routine method];
German version EN 10351:2011

Analyse chimique des matériaux ferreux –
Analyse des aciers non alliés et faiblement alliés par spectrométrie d'émission optique
avec source à plasma induit –
Détermination de Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, V, Co, Al (total) et Sn [Méthode de routine];
Version allemande EN 10351:2011

Gesamtumfang 42 Seiten

Normenausschuss Eisen und Stahl (FES) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 10351:2011) wurde vom Technischen Komitee ECISS/TC 102 „Chemische Analysen für Eisen und Stahl“ des Europäischen Komitees für die Eisen- und Stahlnormung (ECISS) erarbeitet, dessen Sekretariat vom SIS (Schweden) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 021-00-30 AA „Analyseverfahren“ des Normenausschusses Eisen und Stahl (FES).

Eine entsprechende DIN-Norm gab es bisher nicht.

Deutsche Fassung

Chemische Analyse von Eisenwerkstoffen - Analyse von
unlegierten und niedrig legierten Stählen mittels optischer
Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma -
Bestimmung von Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, V, Co, Al (gesamt) und
Sn [Routineverfahren]

Chemical analysis of ferrous materials - Inductively coupled
plasma optical emission spectrometric analysis of
unalloyed and low alloyed steels - Determination of Mn, P,
Cu, Ni, Cr, Mo, V, Co, Al (total) and Sn [Routine method]

Analyse chimique des matériaux ferreux - Analyse des
aciers non alliés et faiblement alliés par spectrométrie
d'émission optique avec source à plasma induit -
Détermination de Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo, V, Co, Al (total) et
Sn [Méthode de routine]

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 15. Januar 2011 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Reagenzien	5
5 Geräte	8
6 Probenahme	9
7 Herstellung von Probelösungen	9
8 Kalibrierverfahren	10
9 Bestimmung	13
10 Angabe der Ergebnisse	16
11 Präzision	16
12 Prüfbericht	20
Anhang A (informativ) Optisches Emissionsspektrometer — Vorschläge für die zu überprüfenden Leistungskriterien	21
Anhang B (normativ) Überblick über die in Abschnitt 9 beschriebenen Arbeitsschritte	25
Anhang C (informativ) Für die Überprüfung der Präzision verwendete Untersuchungsproben	26
Anhang D (informativ) Detaillierte Ergebnisse der Präzisionsüberprüfung	27
Anhang E (informativ) Graphische Darstellung der Präzisionsdaten	35
Literaturhinweise	40

Vorwort

Dieses Dokument (EN 10351:2011) wurde vom Technischen Komitee ECISS/TC 102 „Chemische Analysen für Eisen und Stahl“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SIS gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 2011, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2011 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-Emissionsspektrometrie) fest, das routinemäßig zur Analyse unlegierter und niedrig legierter Stähle anzuwenden ist, die einen Eisengehalt von mindestens 95 % haben.

Das Verfahren ist auf die in Tabelle 1 aufgeführten Elemente innerhalb der angegebenen Bereiche anwendbar.

Tabelle 1 — Anwendungsbereiche

Element	Massenanteil in %	
	min.	max.
Mn	0,005	2,00
P	0,005	0,05
Cu	0,005	0,80
Ni	0,010	2,00
Cr	0,010	1,60
Mo	0,005	0,80
V	0,002	0,40
Co	0,002	0,10
Al (gesamt)	0,020	0,30
Sn	0,001	0,10

Alle angegebenen Bereiche können erweitert oder (nach einer Validierung) so angepasst werden, dass auch andere Massenanteile zu bestimmen sind, sofern die zu analysierenden Proben einen Eisenanteil von mehr als 95 % haben.

Das Verfahren darf auch dann angewendet, wenn weitere Elemente enthalten sind. Diese Elemente und ihre Massenanteile sollten jedoch unter Berücksichtigung möglicher Störungen, der Empfindlichkeit, der Auflösung und der Linearitätskriterien für jedes ICP-Emissionsspektrometer und für jede Wellenlänge sorgfältig überprüft werden.

Entsprechend der Empfindlichkeit des jeweiligen ICP-Emissionsspektrometers kann es notwendig sein, geeignete Verdünnungen der Kalibrier- und der Untersuchungsprobenlösungen anzuwenden.

Obwohl das beschriebene Verfahren zur „Mehrelementbestimmung“ angewendet wird, müssen nicht unbedingt alle im Anwendungsbereich angegebenen Elemente gleichzeitig bestimmt werden; die Messbedingungen sind in jedem Prüflaboratorium in Abhängigkeit von den Leistungsparametern der verfügbaren Prüfgeräte zu optimieren.

ANMERKUNG 1 Für Phosphorgehalte von 0,05 % bis 0,1 % ist die Genauigkeit dieses Verfahren nicht zufrieden stellend.

ANMERKUNG 2 Für Vanadiumgehalte unter 0,05 % konnte die Richtigkeit des Verfahrens nicht überprüft werden.

ANMERKUNG 3 Für Aluminiumgehalte (Gesamtgehalte) unter 0,02 % ist die Präzision dieses Verfahrens nicht zufrieden stellend.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

CEN/TR 10345:2008, *Richtlinien für statistische Verfahren der Probenahme und Analyse von Eisen, Stahl und anderen Eisenmetallen*

EN ISO 14284, *Stahl und Eisen — Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung (ISO 14284:1996)*

ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben*

ISO 5725-1:1994, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

ISO 5725-2:1994, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

ISO 5725-3:1994, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 3: Präzisionsmaße eines vereinheitlichten Messverfahrens unter Zwischenbedingungen*

3 Kurzbeschreibung

Lösen einer Prüfmenge in Salpetersäure und Salzsäure. Filtrieren und Glühen des säureunlöslichen Rückstands. Entfernen von Siliciumdioxid mit Fluorwasserstoffsäure. Schmelzen des Rückstands in einer Mischung aus Orthoborsäure und Kaliumcarbonat, Lösen der Schmelze in Säure und Vereinigung dieser Lösung mit dem aufbewahrten Filtrat.

Nach geeigneter Verdünnung und bei Bedarf Zugabe eines internen Referenzelements, Zerstäuben der Lösung in der Plasmafackel eines Emissionsspektrometers und Messen der Intensität des emittierten Lichts eines jeden Elementes (einschließlich des möglicherweise angewendeten internen Referenzelements).

4 Reagenzien

Zur Analyse sind nur Reagenzien in anerkannter Analysenreinheit sowie nur destilliertes Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit zu verwenden.

Zur Herstellung der Kalibrierlösungen und der Probenlösungen sollten die gleichen Reagenzien verwendet werden.

4.1 Salzsäure, HCl ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$)

4.2 Salzsäurelösung verdünnt, 1 ♦ 1

Zu 500 ml Wasser sind 500 ml Salzsäure (4.1) hinzuzufügen.

4.3 Salpetersäure, HNO₃ ($\rho_{20} = 1,33 \text{ g/ml}$)

4.4 Salpetersäurelösung, verdünnt 1♦1

Zu 500 ml Wasser sind 500 ml Salpetersäure (4.3) hinzuzufügen.

4.5 Fluorwasserstoffsäure, HF ($\rho_{20} = 1,13 \text{ g/ml}$)

WARNUNG — Fluorwasserstoffsäure wirkt gegenüber Haut und Schleimhäuten stark reizend und korrosiv und führt zu schweren, nur langsam heilenden Hautverbrennungen. Bei Kontakt mit der Haut ist gut mit Wasser zu waschen, dann ist ein topisches Gel mit 2,5 % (Massenanteil) Calciumgluconat aufzutragen, und es ist unverzüglich eine medizinische Behandlung zu veranlassen.

4.6 Schwefelsäure, H_2SO_4 ($\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$)

4.7 Schwefelsäurelösung, verdünnt 1♦1

Zu 25 ml Wasser sind 25 ml Schwefelsäure (4.6) hinzuzufügen und man lässt diese Lösung abkühlen.

4.8 Aufschlussreagenzien

4.8.1 Aufschlussmischung

Ein Masseteil Orthoborsäure, H_3BO_3 , und ein Masseteil wasserfreies Kaliumcarbonat, K_2CO_3 , sind zu mischen.

4.8.2 Lösung der Aufschlussmischung, 100 g/l

In einem geeigneten Becherglas sind 25 g der Aufschlussmischung (4.8.1) zu lösen. Bei Bedarf ist die Aufschlussmischung zu erhitzen. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 250-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

4.9 Aluminium, Standardlösung, 1 g/l

($0,5 \pm 0,001$) g reines Aluminium (Reinheit 99,99 %) sind zu wägen und in ein 400-ml-Becherglas zu überführen. 50 ml Salzsäurelösung (4.2) sind hinzuzufügen und vorsichtig zu erhitzen, bis das Aluminium vollständig gelöst ist. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Al.

4.10 Chrom, Standardlösung, 1 g/l

($0,5 \pm 0,001$) g reines Chrom (Reinheit 99,99 %) sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. 40 ml Salzsäure (4.1) sind hinzuzufügen und vorsichtig zu erhitzen, bis das Chrom vollständig gelöst ist. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Cr.

4.11 Cobalt, Standardlösung, 1 g/l

($0,5 \pm 0,001$) g reines Cobalt (Reinheit 99,99 %) sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. Das Cobalt ist in 5 ml Salzsäure (4.1) und 5 ml Salpetersäure (4.3) zu lösen. Die Lösung ist vorsichtig zu erhitzen, bis das Metall vollständig gelöst ist, dann ist die Lösung kochen zu lassen, bis Stickoxiddämpfe ausgetrieben wurden. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Co.

4.12 Kupfer, Standardlösung, 1 g/l

($0,5 \pm 0,001$) g reines Kupfer (Reinheit 99,99 %) sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. Das Kupfer ist in 10 ml Salpetersäurelösung (4.4) zu lösen. Die Lösung ist vorsichtig zu erhitzen, bis das Metall gelöst ist, dann ist die Lösung sieden zu lassen, bis Stickoxiddämpfe ausgetrieben wurden. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Cu.

4.13 Mangan, Standardlösung, 1 g/l

Um das zur Herstellung der Standardlösung benutzte Mangan von eventuellen Oxiden zu reinigen, werden einige Gramm des Metalls in ein 250-ml-Becherglas eingebracht, das 150 ml bis 160 ml Wasser und 15 ml bis 20 ml Schwefelsäure (4.6) enthält. Die Lösung ist zu schütteln, nach einigen Sekunden absetzen zu lassen, und dann ist Wasser hinzuzufügen. Diese Reinigung mit Wasser ist mehrere Male zu wiederholen. Das metallische Mangan ist zu entnehmen und mit Aceton zu spülen. Anschließend ist das Mangan mit einem Haartrockner oder in einem Wärmeschrank 2 Minuten bei 100 °C zu trocknen. Die Abkühlung erfolgt in einem Exsikkator.

($0,5 \pm 0,001$) g des gereinigten Mangans sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. Das Mangan ist in 5 ml Salzsäure (4.1) und 10 ml Salpetersäurelösung (4.4) zu lösen. Die Lösung ist vorsichtig zu erhitzen, bis das Metall gelöst ist. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Mn.

4.14 Molybdän, Standardlösung, 1 g/l

($0,5 \pm 0,001$) g reines Molybdän (Reinheit 99,99 %) sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. Das Molybdän ist in 10 ml Salzsäure (4.1) und 10 ml Salpetersäure (4.3) zu lösen. Die Lösung ist vorsichtig zu erhitzen, bis das Metall gelöst ist. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Mo.

4.15 Nickel, Standardlösung, 1 g/l

($0,5 \pm 0,001$) g reines Nickel (Reinheit 99,99 %) sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. Das Nickel ist in 10 ml Salpetersäurelösung (4.4) zu lösen. Die Lösung ist vorsichtig zu erhitzen, bis das Metall gelöst ist, dann ist sie sieden zu lassen, bis Stickoxiddämpfe ausgetrieben wurden. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Ni.

4.16 Phosphor, Standardlösung, 1 g/l

($2,197 \pm 0,001$) g getrocknetes Kaliumdihydrogenphosphat sind zu wägen, in ein 250-ml-Becherglas zu überführen und in Wasser zu lösen. Die Lösung ist quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg P.

4.17 Zinn, Standardlösung, 1 g/l (frisch angesetzt)

($0,5 \pm 0,001$) g reines Zinn (Reinheit 99,99 %) sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. Das Zinn ist in 50 ml Salzsäure (4.1) zu lösen. Die Lösung ist vorsichtig zu erhitzen, bis das Metall gelöst ist. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Sn.

4.18 Vanadium, Standardlösung, 1 g/l

($0,5 \pm 0,001$) g reines Vanadium (Reinheit 99,99 %) sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. Das Vanadium ist in 30 ml Salzsäure (4.1) und 10 ml Salpetersäure (4.3) zu lösen. Die Lösung ist vorsichtig zu erhitzen, bis das Metall gelöst ist. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg V.

ANMERKUNG Anstelle der Standardlösungen, deren Herstellung in den Absätzen 4.9 bis 4.18 beschrieben wird, können im Handel erhältliche Standardlösungen angewendet werden, vorausgesetzt, sie werden von einem anerkannten Hersteller bezogen und ihre Rückverfolgbarkeit ist vollständig dokumentiert.

4.19 Interne Referenzelement-Lösung, 1 g/l

Es ist ein geeignetes Element auszuwählen, das als internes Referenzelement zuzugeben ist; für dieses Element ist eine Lösung mit 1 g/l herzustellen.

ANMERKUNG Bei der Überprüfung der Präzision dieses Verfahrens wurden Elemente, wie z. B. Cd, Fe, Sc und Y, zur Validierung angewendet.

4.20 Reines Eisen

Die Reinheit des ausgewählten Eisens muss mindestens zehnmal besser sein als die unteren Grenzwerte, die im Anwendungsbereich für die nach diesem Verfahren zu bestimmenden Elemente angegeben werden.

5 Geräte

Alle Volumenmessgeräte aus Glas müssen Klasse A entsprechen und kalibriert sein nach ISO 648 oder ISO 1042.

5.1 Filterpapier, feinporig und/oder Zellulosenitrat-Filter, 0,45 µm

5.2 Filternutsche, geeignet für 0,45-µm-Filter

Zweiteiliger säurebeständiger Trichter mit Stützsieb (Filterplatte) zwischen dem oberem Trichterteil und dem Trichterstiel, für das Filtrieren von Flüssigkeiten unter Vakuum. Der Trichterstiel ist mit einem Schliffglasstopfen oder einem Gummistopfen ausgestattet, der in die Öffnung des Vakuumgefäßes passt.

5.3 Vakuumgefäß

Behältnis mit einer Öffnung, in die der Gummistopfen des Filtertrichters einzusetzen ist.

5.4 Platintiegel mit Platindeckel

5.5 Optisches Emissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma

Das Spektrometer muss mit einer Sprüheinrichtung ausgestattet sein. Das verwendete Gerät ist dann zufrieden stellend, wenn nach dem Optimieren der Bedingungen entsprechend der Anleitung des Herstellers die in Anhang A angegebenen Leistungskriterien erfüllt sind.

6 Probenahme

Die Probenahme ist nach EN ISO 14284 oder nach einer für Stahl geeigneten nationalen Norm durchzuführen.

7 Herstellung von Probelösungen

7.1 Prüfmenge

1 g der Analysenprobe ist auf 0,001 g zu wägen.

7.2 Vorbereitung der Probenlösung

7.2.1 Lösen der Prüfmenge

Die Prüfmenge (7.1) ist in ein 250-ml- oder ein 400-ml-Becherglas zu überführen.

5 ml Salpetersäure (4.3) und 20 ml Salzsäurelösung (4.2) sind hinzuzufügen. Das Becherglas ist abzudecken und vorsichtig zu erhitzen, bis die Angriffsreaktion beendet ist. Für etwa 5 min ist auf eine Temperatur von etwa 95 °C zu erhitzen. Die Lösung ist abkühlen zu lassen.

Deckel und Wandungen des Becherglases sind mit Wasser zu spülen.

7.2.2 Filtrieren der Prüflösung

7.2.2.1 Mit Bestimmung des Aluminium-Gesamtgehalts

Ein 0,45-µm-Zellulosenitratfilter (5.1) ist auf das Stützsieb einer Filternutsche (5.2) aufzubringen. Das Filter ist mit Wasser zu befeuchten, Trichterteil und Trichterstiel sind zu verbinden. Der Trichterstiel, der in ein Vakuumgefäß (5.3) mündet, ist mit dem Stopfen zu verschließen. An das Vakuumgefäß ist vorsichtig ein Vakuum anzulegen, und die Lösung ist zu filtrieren. Die Seitenwände des Trichters und der Rückstand sind mehrere Male mit warmem Wasser zu waschen.

Das Vakuum ist vorsichtig zu unterbrechen.

Die Seitenwände des Trichters sind mit feinporigem Filterpapier abzuwischen, dann ist das Zellulosenitratfilter in dieses Filterpapier einzulegen und mit ihm zusammen zu falten.

Die ineinander gefalteten Filterpapiere sind in einen Platintiegel (5.4) zu überführen und mit einem geeigneten Platindeckel abzudecken.

Das Filtrat ist quantitativ in einen 200-ml-Messkolben zu überführen.

7.2.2.2 Ohne Bestimmung des Aluminium-Gesamtgehalts

Die Lösung ist durch feinporiges Filterpapier zu filtrieren, und das Filtrat ist in einem 200-ml-Messkolben aufzufangen.

Das Filterpapier und der Rückstand sind mehrere Male mit warmem Wasser zu waschen, und das Waschwasser ist in einem Messkolben aufzufangen.

Das Filterpapier ist in einen Platintiegel (5.4) zu überführen, und der Tiegel ist mit einem passenden Deckel aus Platin abzudecken.

7.2.3 Behandlung des unlöslichen Rückstands

Der Tiegel ist in einen KALTEN Muffelofen einzubringen, der dann auf eine Temperatur von etwa 900 °C zu erhitzen ist. Diese Temperatur ist etwa 15 Minuten beizubehalten. Dann ist der Tiegel abzukühlen. In den Tiegel sind 0,5 ml bis 1,0 ml Schwefelsäure (4.7) und 2 ml Fluorwasserstoffsäure (4.5) zu geben. Die Lösung ist bis zur Trockne einzudampfen und abzukühlen.

1,00 g der Aufschlussmischung (4.8.1) ist hinzuzufügen. Der Inhalt des Tiegels ist in einem Muffelofen 15 bis 20 Minuten bei 1 000 °C zu schmelzen. Der Tiegel ist abzukühlen, zu der fest gewordenen Schmelze sind 20 ml Salzsäurelösung (4.2) zuzugeben. Der Tiegelinhalt ist vorsichtig zu erwärmen, um die Schmelzprodukte zu lösen. Der Tiegel ist abkühlen zu lassen, und die Lösung ist quantitativ in den 200-ml-Messkolben mit dem Filtrat zu überführen.

Falls ein internes Referenzelement verwendet wird, sind mit einer kalibrierten Pipette 10 ml der Lösung des internen Referenzelements (4.19) hinzuzufügen.

ANMERKUNG 1 In Abhängigkeit von den Leistungsparametern des ICP-Emissionsspektrometers sind möglicherweise unterschiedliche Volumina oder Konzentrationen der Lösung des internen Referenzelements anzuwenden.

Der Inhalt des Messkolbens ist bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und zu mischen.

ANMERKUNG 2 In Abhängigkeit von den Leistungsparametern des ICP-Emissionsspektrometers kann es notwendig sein, geeignete Verdünnungen der Probenlösung und der Kalibrierlösungen anzuwenden.

8 Kalibrierverfahren

8.1 Schritte

Beim Kalibrierverfahren ist zwischen einer Kalibrierung und einer Nachkalibrierung zur Driftkompensierung zu unterscheiden.

8.2 Herstellung von Kalibrierlösungen für Mehrelementbestimmungen

Die in Tabelle 2 angegebenen Mengen reines Eisen (4.20) sind zu wägen und jeweils in eine Reihe von 250-ml- oder 400-ml-Bechergläser einzubringen.

In jedes Becherglas sind 20 ml Salzsäurelösung (4.2) zu geben. Jedes Becherglas ist mit einem Uhrglas abzudecken und vorsichtig zu erhitzen. Wenn die Angriffsreaktion aufhört, sind 5 ml Salpetersäure (4.3) hinzuzufügen. Die Lösung ist zu erhitzen, bis Stickoxiddämpfe (nitrose Gase) ausgetrieben wurden.

Deckel und Wandungen des Becherglases sind mit Wasser zu spülen, dann ist bis zum Sieden zu erhitzen.

Die Lösung ist abkühlen zu lassen, und alle Kalibrierlösungen sind einzeln in jeweils einen 200-ml-Messkolben zu überführen.

Mit kalibrierten Pipetten sind die in Tabelle 2 für jedes Element angegebenen Mengen (Volumina) der entsprechenden Einzelement-Standardlösungen (4.9 bis 4.18) oder der im Handel verfügbaren Einzelement-Standardlösungen hinzuzufügen.

In jeden Messkolben sind 10 ml der Aufschlusslösung (4.8.2) und 10 ml Salzsäure (4.1) zu geben.

Falls ein internes Referenzelement angewendet wird, sind mit einer kalibrierten Pipette 10 ml der Lösung des internen Referenzelementes (4.19) hinzuzufügen.

ANMERKUNG 1 Es wird auf die unter 7.2.3 angegebene ANMERKUNG 1 verwiesen.

Die Lösung ist bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und zu mischen.

ANMERKUNG 2 Es wird auf die unter 7.2.3 angegebene ANMERKUNG 2 verwiesen.

Nach demselben Ablauf ist eine Lösung von reinem Eisen (in Tabelle 2 mit F0 bezeichnet) herzustellen, mit der zu überprüfen ist, ob der niedrigste Gehalt für jedes Element hoch genug ist, um sich eindeutig „vom Nullpunkt zu unterscheiden“.

Es sollte sehr sorgfältig darauf geachtet werden, dass die Menge der Säuren in den Kalibrierlösungen (**besonders bei Anwendung von im Handel verfügbaren Standardlösungen**), in den Probenlösungen und in den Lösungen der CRMs (zertifizierten Referenzmaterialien), die zur Überprüfung der Richtigkeit der Kalibrierung angesetzt werden, etwa gleich bleibt.

Die ermittelten Kalibrierkurven können in einem Computer gespeichert werden, der mit dem ICP-Emissionsspektrometers verbunden ist.

ANMERKUNG 3 Die Richtigkeit dieser Kalibrierfunktionen sollte überprüft werden, indem mindestens zwei geeignete CRM- oder IRM-Probenlösungen gemessen werden (unmittelbar oberhalb des unteren und unmittelbar unterhalb des oberen Wertes für jeden Kalibrierbereich).