

**DIN EN 10361**

ICS 77.040.30

**Legierte Stähle –  
Bestimmung des Nickelanteils –  
Verfahren mittels optischer Emissionsspektrometrie mit  
induktiv gekoppeltem Plasma;  
Deutsche Fassung EN 10361:2015**

Alloyed steels –  
Determination of nickel content –  
Inductively coupled plasma optical emission spectrometric method;  
German version EN 10361:2015

Aciers alliés –  
Détermination du nickel –  
Méthode par spectrométrie d'émission optique avec source à plasma induit;  
Version allemande EN 10361:2015

Gesamtumfang 18 Seiten

DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES)

## **Nationales Vorwort**

Dieses Dokument (EN 10361:2015) wurde vom Technischen Komitee ECISS/TC 102 „Chemische Analyse von Eisen und Stahl“ des Europäischen Komitees für die Eisen- und Stahlnormung (ECISS) ausgearbeitet, 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) im DIN.

Eine entsprechende DIN-Norm gab es bisher nicht.

Deutsche Fassung

Legierte Stähle —  
Bestimmung des Nickelanteils —  
Verfahren mittels optischer Emissionsspektrometrie mit  
induktiv gekoppeltem Plasma

Alloyed steels —  
Determination of nickel content —  
Inductively coupled plasma optical emission  
spectrometric method

Aciers alliés —  
Détermination du nickel —  
Méthode par spectrométrie d'émission optique avec  
source à plasma induit

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 20. Juni 2015 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, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, 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, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

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

## Inhalt

|                                                                                                        | Seite |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort .....                                                                             | 3     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                                              | 4     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                                         | 4     |
| 3 Kurzbeschreibung .....                                                                               | 4     |
| 4 Reagenzien .....                                                                                     | 4     |
| 5 Prüfgeräte .....                                                                                     | 6     |
| 5.1 Filterpapier mit mittlerer Porengröße .....                                                        | 6     |
| 5.2 Platintiegel .....                                                                                 | 6     |
| 5.3 Optisches Emissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma .....                              | 6     |
| 6 Probenahme .....                                                                                     | 6     |
| 7 Verfahren .....                                                                                      | 6     |
| 7.1 Prüfmenge .....                                                                                    | 6     |
| 7.2 Herstellen der Probenlösung, $T_{Ni}$ .....                                                        | 6     |
| 7.3 Vorläufige Bestimmung der Probelösung .....                                                        | 7     |
| 7.4 Herstellung der Kalibrierlösungen für das Eingabelungsverfahren: $T_{I,Ni}$ und $T_{h,Ni}$ .....   | 8     |
| 8 Bestimmung .....                                                                                     | 9     |
| 8.1 Einstellung des Spektrometers .....                                                                | 9     |
| 8.2 Messung der Probenlösungen .....                                                                   | 9     |
| 9 Angabe der Ergebnisse .....                                                                          | 10    |
| 9.1 Berechnungsverfahren .....                                                                         | 10    |
| 9.2 Präzision .....                                                                                    | 10    |
| 10 Prüfbericht .....                                                                                   | 10    |
| Anhang A (informativ) Optische Emissionsspektrometrie – Vorschlag zur<br>Leistungsüberprüfung .....    | 12    |
| Anhang B (informativ) Zusammensetzung der für die Bestimmung der Präzision verwendeten<br>Proben ..... | 14    |
| Anhang C (informativ) Graphische Darstellung der Präzisionsdaten .....                                 | 15    |
| Literaturhinweise .....                                                                                | 16    |

## **Europäisches Vorwort**

Dieses Dokument (EN 10361:2015) wurde vom Technischen Komitee ECISS/TC 102 „Chemische Analyse von 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 Juni 2016, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2016 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente 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, die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien, 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, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

## **1 Anwendungsbereich**

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma fest, das zur Bestimmung von Nickelanteilen (Massenanteilen) in legierten Stählen zwischen 5,0 % und 25,0 % angewendet wird.

Das Verfahren ist nicht auf legierte Stähle anwendbar, die Niobium- und/oder Wolframanteile von mehr als 0,1 % haben.

## **2 Normative Verweisungen**

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten (ISO 648)*

EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben (ISO 1042)*

## **3 Kurzbeschreibung**

Eine Prüfmenge ist in Salzsäure und Salpetersäure zu lösen. Der nicht säurelösliche Rückstand ist zu filtrieren und zu glühen. Siliciumdioxid ist mit Fluorwasserstoffsäure zu entfernen. Der Rückstand ist mit Kaliumhydrogensulfat (oder Kaliumdisulfat) zu schmelzen, die Schmelze ist mit Säure zu lösen, und die auf diese Weise gewonnene Lösung ist dem aufbewahrten Filtrat zuzugeben.

Nach geeigneter Verdünnung und bei Bedarf erfolgt die Zugabe eines internen Referenzelements, die Lösung wird in der Plasmafackel eines Emissionsspektrometers zerstäubt, und die Intensität des emittierten Lichts (einschließlich des möglicherweise angewendeten internen Referenzelements) wird gemessen.

Bei diesem Verfahren wird eine Kalibrierung auf der Grundlage einer sehr dichten Anpassung der Matrix der Kalibrierlösungen an die Probe und Eingabelung der Massenanteile von Nickel zwischen 0,95 und 1,05 in der zu untersuchenden Probe angewendet. Die Anteile aller Elemente in der Probe muss daher annähernd bekannt sein. Ist das nicht der Fall, muss die Probe nach einem halbquantitativen Verfahren analysiert werden. Der Vorteil dieser Vorgehensweise ist, dass alle möglichen Störungen der Matrix kompensiert werden, so dass eine hohe Genauigkeit erreicht wird. Das ist am wichtigsten für spektrale Störungen, die bei sehr hoch legierten Metallen besonders schwerwiegend sein können. Alle möglichen Störungen müssen so gering wie möglich gehalten werden. Daher ist es wichtig, dass das verwendete Spektrometer den Leistungskriterien entspricht, die für die ausgewählten Analysenlinien im Verfahren festgelegt sind.

Untersucht wurden die Analysenlinien, die in Tabelle 1 zusammen mit den schwerwiegendsten möglichen Störungen angegeben sind. Andere Analysenlinien müssen vor ihrer Anwendung sorgfältig überprüft werden. Die Analysenlinie für das interne Referenzelement sollte sorgfältig ausgewählt werden. Empfohlen wird die Anwendung von Scandium bei 363,1 nm oder Yttrium bei 371,0 nm. Diese Linien zeigen keine Interferenz für die Elemente und Konzentrationen, die im Allgemeinen in legierten Stählen anzutreffen sind.

## **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.