

DIN EN 14242



ICS 77.040.30; 77.120.10

Ersatz für
DIN EN 14242:2004-12

**Aluminium und Aluminiumlegierungen –
Chemische Analyse –
Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma;
Deutsche Fassung EN 14242:2023**

Aluminium and aluminium alloys –
Chemical analysis –
Inductively coupled plasma optical emission spectrometric analysis;
German version EN 14242:2023

Aluminium et alliages d'aluminium –
Analyse chimique –
Analyse par spectrométrie d'émission optique avec source à plasma induit par haute
fréquence;
Version allemande EN 14242:2023

Gesamtumfang 24 Seiten

DIN-Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 14242:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 132 „Aluminium und Aluminiumlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 066-02-06 AA „Analyseverfahren für NE-Metalle“ im DIN-Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE).

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14242:2004-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Änderung des Titels und des Anwendungsbereichs;
- b) Abschnitte 5, 6, 7 und 8 inhaltlich überarbeitet;
- c) Norm redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN EN 14242: 2004-12

Deutsche Fassung

Aluminium und Aluminiumlegierungen —
Chemische Analyse —
Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem
Plasma

Aluminium and aluminium alloys —
Chemical analysis —
Inductively coupled plasma optical emission
spectrometric analysis

Aluminium et alliages d'aluminium —
Analyse chimique —
Analyse par spectrométrie d'émission optique avec
source à plasma induit par haute fréquence

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 23. Januar 2023 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 CEN-CENELEC-Management-Zentrum 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, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, 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: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien	5
6 Prüfeinrichtung	11
7 Probenahme	11
7.1 Allgemein	11
7.2 Analysenprobe	11
8 Durchführung	12
8.1 Prüfmenge	12
8.2 Löseverfahren I mit Natriumhydroxidlösung	12
8.3 Löseverfahren II mit Salpetersäure und Flusssäure	12
8.4 Löseverfahren III mit einer Mischung aus Salzsäure und Salpetersäure	13
8.5 Löseverfahren IV mit Salzsäure	13
8.6 Kalibrierlösungen und Driftkorrekturlösung	14
8.6.1 Allgemein	14
8.6.2 Herstellung der Kalibrierlösungen	14
8.7 Messungen	15
8.7.1 Anpassung der Prüfeinrichtung	15
8.7.2 Messen der Kalibrierlösungen	15
8.7.3 Messen der Prüflösungen	15
8.8 Kalibrierkurven	15
9 Korrektur der Kurzzeitschwankungen und Drift	15
9.1 Allgemein	15
9.2 Kurzzeitschwankungen	16
9.3 Drift	16
10 Ermitteln von Störungen	16
11 Angabe der Ergebnisse	16
11.1 Korrektur	16
11.2 Ergebnis	16
12 Prüfbericht	17
Anhang A (informativ) Wellenlängen für die Analyse	18
Anhang B (informativ) Optisches Plasma-Emissionsspektrometer – Vorgeschlagene zu prüfende Leistungskriterien	20
B.1 Kurz- und Langzeitstabilität	20
B.2 Evaluierung der Untergrundäquivalentkonzentration	20
B.3 Evaluierung der Nachweisgrenze	21
B.4 Linearität der Kalibrierkurven	21
Literaturhinweise	22

Tabellen

Tabelle A.1 — Wellenlängen, Anwendungsbereich und Störungen	18
---	----

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN 14242:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 132 „Aluminium und Aluminiumlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis September 2023, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis September 2023 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 14242:2004.

Gegenüber der vorherigen Ausgabe wurden die folgenden wesentlichen Änderungen vorgenommen:

- Änderung des Titels und Anwendungsbereichs;
- neuer Unterabschnitt 5.15.6;
- diverse redaktionelle Änderungen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

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

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren für die optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES, en: inductively coupled plasma optical emission spectrometric method) zur Analyse von Aluminium und Aluminiumlegierungen fest.

Dieses Verfahren ist für die Bestimmung von Silicium, Eisen, Kupfer, Mangan, Magnesium, Chrom, Nickel, Zink, Titan, Gallium, Vanadium, Beryllium, Bismut, Calcium, Cadmium, Cobalt, Lithium, Natrium, Blei, Antimon, Zinn, Strontium und Zirkonium in Aluminium und Aluminiumlegierungen anwendbar.

Der Gehalt der zu bestimmenden Elemente sollte mindestens 10-mal höher sein als die entsprechende Nachweisgrenze.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 12258-2:2004, *Aluminium und Aluminiumlegierungen — Begriffe — Teil 2: Chemische Analyse*

EN 14361, *Aluminium und Aluminiumlegierungen — Chemische Analyse — Probenahme von Metallschmelzen*

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

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

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 12258-2:2004.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

Eine Prüfmenge wird gelöst mit:

- einer Natriumhydroxidlösung und anschließender Ansäuerung mit einer Mischung aus Salpetersäure und Salzsäure; oder
- Salpetersäure und Flusssäure; oder
- einer Mischung von Salzsäure und Salpetersäure; oder
- Salzsäure und Wasserstoffperoxid;

je nach Legierungstyp und dem Element, das bestimmt werden soll.

Nach geeigneter Verdünnung und gegebenenfalls Zugabe eines internen Referenzelements wird die Lösung in ein optisches Emissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma zerstäubt, und die Intensität des emittierten Lichts (gegebenenfalls auch die des internen Referenzelements) wird gemessen. Die Emissionssignale auf den ausgewählten Analysenlinien (siehe Anhang A) werden mit denen der Kalibrierlösungen verglichen.

ANMERKUNG 1 Die Anwendungsbereiche und die Präzision des Verfahrens oder alle abweichenden Schritte werden vom Laboratorium validiert. Ungefähre Anwendungsbereiche sind in Anhang A angegeben.

ANMERKUNG 2 Alle Geräte einschließlich Software, die in den Laboratorien verwendet werden, sind unterschiedlich und unterliegen Veränderungen. Deshalb sind für die Kalibrierung und die Messung nur allgemeine Kriterien festgelegt.

5 Reagenzien

Während der Analyse sind, sofern keine anderslautenden Festlegungen bestehen, nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und Wasser des Reinheitsgrades 2 nach EN ISO 3696 oder von gleichwertiger Qualität zu verwenden.

Für die Herstellung von Kalibrierlösungen und Probenlösungen sollten die gleichen Reagenzien verwendet werden.

5.1 Aluminium, Reinheit $\geq 99,999\%$ Massenanteil.

5.2 Natriumcarbonat (Na_2CO_3)

5.3 Kaliumcarbonat (K_2CO_3)

5.4 Natriumnitrit (NaNO_2)

5.5 Kaliumdisulfat ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$)

5.6 Salpetersäure, $\rho \approx 1,40$ g/ml.

5.7 Salpetersäurelösung, 1 + 1

400 ml Wasser vorlegen, vorsichtig 500 ml Salpetersäure (5.6) zugeben, abkühlen lassen, mit Wasser auf 1 l verdünnen und mischen.

5.8 Salpetersäurelösung, 4 mol/l

50 ml Wasser vorlegen, vorsichtig 27,7 ml Salpetersäure (5.6) zugeben, abkühlen lassen, mit Wasser auf 100 ml verdünnen und mischen.

5.9 Salzsäure, $\rho \approx 1,19$ g/ml

5.10 Salzsäurelösung, 1 + 1

400 ml Wasser vorlegen, vorsichtig 500 ml Salzsäure (5.9) zugeben, abkühlen lassen, mit Wasser auf 1 l verdünnen und mischen.

5.11 Flusssäure, $\rho \approx 1,14$ g/ml.

5.12 Schwefelsäure, $\rho \approx 1,84$ g/ml.

5.13 Wasserstoffperoxid, 30%ige (Massenanteil) Lösung.

5.14 Natriumhydroxidlösung, 400 g/l

400,0 g Natriumhydroxid (NaOH) in einen Kunststoffbecher mit Deckel überführen und vorsichtig 500 ml Wasser zugeben. Die Lösung in einen 1 000-ml-Messkolben aus Kunststoff überführen.

Bis zur Markierung mit Wasser verdünnen und mischen.

5.15 Standardlösungen

Die Standardlösungen müssen auf die internationalen SI-Einheiten für Masse und Substanzmenge, d. h. Kilogramm (kg) oder Mol (mol), zurückgeführt werden können. Sie sollten aus reinen Metallen oder stöchiometrischen Verbindungen hergestellt werden.

Für die Bestimmung von Elementen, die unlösliche Verbindungen mit Sulfationen bilden, dürfen keine Standardlösungen mit Sulfationen verwendet werden.

Standardlösungen und Kalibrierlösungen mit Elementkonzentrationen von ≤ 50 mg/l können instabil sein und müssen vor der Verwendung kontrolliert werden.

ANMERKUNG 1 Kalibrierlösungen können durch Gewichtsmessung direkt aus Standardlösungen hergestellt werden (siehe 8.6).

ANMERKUNG 2 Für Routineanalysen können auch kommerzielle Standardlösungen mit angegebener Rückführbarkeit verwendet werden.

Bei Lösungen, die vor der Verwendung hergestellt und in geeigneten Gefäßen aufbewahrt werden, muss vor der Verwendung entweder ihre Konzentration kontrolliert oder ihre Stabilität im Laufe der Zeit dokumentiert werden.

5.15.1 Antimon-Standardlösung, 200 mg/l

0,100 g Antimon (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 250-ml-Becher mit Deckel überführen. 50 ml Salzsäure (5.9) und 2 ml Salpetersäure (5.6) zugeben und bis zum vollständigen Lösen erwärmen. Abkühlen lassen. Vorsichtig 50 ml Wasser und 50 ml Salzsäure (5.9) zugeben und die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen. Bis zur Markierung mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 200 µg Antimon.

5.15.2 Beryllium-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Beryllium (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 20 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben. Falls erforderlich, bis zum vollständigen Lösen leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Bis zur Markierung mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Beryllium.

5.15.3 Bismut-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Bismut (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 18 ml Salzsäure (5.9), 6 ml Salpetersäure (5.6) und 10 ml Wasser zugeben. Falls erforderlich, bis zum vollständigen Lösen leicht erwärmen. 160 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Bis zur Markierung mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Bismut.

5.15.4 Cadmium-Standardlösung, 1 g/l