

DIN EN 15605

ICS 77.120.30

Ersatz für
DIN CEN/TS 15605:2008-02**Kupfer und Kupferlegierungen –
Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppelter
Plasmaanregung;
Deutsche Fassung EN 15605:2010**

Copper and copper alloys –
Inductively coupled plasma optical emission spectrometry;
German version EN 15605:2010

Cuivre et alliages de cuivre –
Analyse par spectrométrie d'émission optique avec source à plasma induit par haute
fréquence;
Version allemande EN 15605:2010

Gesamtumfang 51 Seiten

Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15605:2010) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 133 „Kupfer und Kupferlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 066-02-06 AA „Analyseverfahren für NE-Metalle“ des Normenausschusses Nichteisenmetalle (FNNE) verantwortlich.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden DIN-ISO-Normen hingewiesen:

ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 5725-3	siehe DIN ISO 5725-3

Änderungen

Gegenüber DIN CEN/TS 15605:2008-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Überführung der Technischen Spezifikation bzw. Vornorm in eine Europäische Norm;
- b) Daten zur Präzision der Verfahren A und E wurden ergänzt;
- c) Daten zur Präzision der Verfahren B, C, D und F wurden verbessert und aktualisiert;
- d) Verfahren G (Beschreibung der Analyse von Kupfer-Zinn-Bleilegierungen) ist auf informativer Basis neu gefasst und berücksichtigt die nicht ausreichende Güte der Daten zur Präzision für dieses Verfahren (siehe Anhang B).

Frühere Ausgaben

DIN CEN/TS 15605: 2008-02

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

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

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

Deutsche Fassung

Kupfer und Kupferlegierungen —
Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv
gekoppelter Plasmaanregung

Copper and copper alloys —
Inductively coupled plasma optical emission spectrometry

Cuivre et alliages de cuivre —
Analyse par spectrométrie d'émission optique avec source
à plasma induit par haute fréquence

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 12. Juni 2010 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 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	6
3 Kurzbeschreibung	6
4 Reagenzien	6
5 Gerät	11
6 Probenahme	11
7 Durchführung	11
7.1 Verfahren A: Kupfer	11
7.2 Verfahren B: Kupfer-Zinn-Legierungen	15
7.3 Verfahren C: Kupfer-Zinn-Legierungen	19
7.4 Verfahren D: Kupfer-Aluminium-Legierungen	23
7.5 Verfahren E: Kupfer-Beryllium-Legierungen	27
7.6 Verfahren F: Kupfer-Nickel-Legierungen	31
8 Angabe der Ergebnisse	35
9 Präzision	35
9.1 Verfahren A — Kupfer	35
9.2 Verfahren B — Kupfer-Zinn-Legierungen	36
9.3 Verfahren C — Kupfer-Zinn-Legierungen	37
9.4 Verfahren D — Kupfer-Aluminium Legierungen	38
9.5 Verfahren E — Kupfer-Beryllium-Legierungen	39
9.6 Verfahren F — Kupfer-Nickel-Legierungen	40
10 Prüfbericht	40
Anhang A (informativ) Optisches Emissionsspektrometer (OES) — Zur Überprüfung vorgeschlagene Leistungskriterien	41
Anhang B (informativ) Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppelter Plasmaanregung für die Analyse von Kupfer-Zinn-Blei-Legierungen	43
Literaturhinweise	49

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15605:2010) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 133 „Kupfer und Kupferlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

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

Dieses Dokument ersetzt CEN/TS 15605:2007.

Das Technische Komitee CEN/TC 133 hat im Rahmen seines Arbeitsprogrammes die Arbeitsgruppe CEN/TC 133/WG 10 „Analyseverfahren“ beauftragt, folgende Technische Spezifikation zu überarbeiten:

CEN/TS 15605, Kupfer und Kupferlegierungen — Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppelter Plasmaanregung

Im Vergleich mit der ersten Ausgabe der CEN/TS 15605:2007, wurden folgende wesentliche Änderungen vorgenommen:

- Überarbeitung von einer Technischen Spezifikation in eine Europäische Norm;
- Verfahren G (Beschreibung der Analyse von Kupfer-Zinn-Bleilegierungen) ist auf informativer Basis (siehe Anhang B) neu gefasst und berücksichtigt die nicht ausreichende Güte der Daten zur Präzision für dieses Verfahren;
- Daten zur Präzision der Verfahren A und E wurden ergänzt;
- Daten zur Präzision der Verfahren B, C, D und F wurden verbessert und aktualisiert.

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 sechs Verfahren (A bis F) zur optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppelter Plasmaanregung für die Analyse von Legierungselementen und Verunreinigungen in Kupfer und Kupferlegierungen fest, die als Gussstücke oder als plastisch oder nicht plastisch geformte Produkte vorliegen.

Ein zusätzliches Verfahren für die Analyse von Kupfer-Zinn-Blei-Legierungen ist in Anhang B (informativ) beschrieben. Die ermittelten Daten zur Präzision für dieses Verfahren waren nicht für alle Elemente ausreichend gut (Zink und Phosphor).

Diese Verfahren sind anwendbar auf die in Tabelle 1 bis 6 aufgelisteten Elemente, innerhalb der nachstehenden Zusammensetzungsbereiche:

Tabelle 1 — Kupfer

Element	Massenanteil %	
	min.	max.
Sn	0,02	0,60
Pb	0,02	0,60
Zn	0,02	0,60
Fe	0,01	0,60
Ni	0,01	0,60
Mn	0,01	0,60
Al	0,02	0,60
P	0,01	0,40
Be	0,01	0,60
Co	0,01	0,60
Cd	0,01	0,60

Tabelle 2 — Kupfer-Zinn-Legierungen

Element	Massenanteil %	
	min.	max.
Sn	0,05	2,00
Pb	0,03	4,00
Zn	10,00	42,00
Fe	0,01	5,00
Ni	0,02	4,00
Mn	0,01	6,00
P	0,01	0,40
Al	0,02	9,00
As	0,01	0,20

Tabelle 3 — Kupfer-Zinn-Legierungen

Element	Massenanteil %	
	min.	max.
Sn	3,00	16,00
Pb	0,01	9,00
Zn	0,03	6,00
Fe	0,01	1,00
Ni	0,05	7,00
Mn	0,01	0,40
P	0,01	0,60
Al	0,01	0,50
Sb	0,02	1,60
As	0,02	0,25

Tabelle 4 — Kupfer-Aluminium-Legierungen

Element	Massenanteil %	
	min.	max.
Sn	0,02	0,50
Pb	0,03	0,50
Zn	0,03	1,00
Fe	0,05	7,00
Ni	0,10	8,00
Mn	0,01	5,00
Al	6,00	14,00
Cd	0,01	0,50
Mg	0,002	0,15

Tabelle 5 — Kupfer-Beryllium-Legierungen

Element	Massenanteil %	
	min.	max.
Sn	0,02	0,20
Pb	0,01	0,20
Zn	0,03	0,20
Fe	0,03	0,30
Ni	0,04	2,50
Mn	0,006	0,15
Al	0,03	0,20
Be	0,08	4,00
Co	0,03	4,00

Tabelle 6 — Kupfer-Nickel-Legierungen

Element	Massenanteil %	
	min.	max.
Sn	0,10	0,50
Pb	0,03	0,50
Zn	0,04	2,00
Fe	0,10	4,00
Ni	7,00	35,00
Mn	0,02	3,00
Al	0,02	0,50

ANMERKUNG 1 Die festgelegten Bereiche für jedes Verfahren können ausgeweitet oder angepasst werden, für die Analyse niedrigerer Massenanteile.

ANMERKUNG 2 Andere Elemente können auch enthalten sein. Allerdings sollten derartige Elemente und deren Massenanteile sorgfältig geprüft werden unter Berücksichtigung von Interferenzen, Empfindlichkeit, Auflösung und Linearität für jedes Gerät und jede Wellenlänge.

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).

ISO 1811-1, *Copper and copper alloys — Selection and preparation of samples for chemical analysis — Part 1: Sampling of cast unwrought products*

ISO 1811-2, *Copper and copper alloys — Selection and preparation of samples for chemical analysis — Part 2: Sampling of wrought products and castings*

3 Kurzbeschreibung

Lösen der Probe in einem Gemisch aus Salzsäure und Salpetersäure und, nach entsprechender Verdünnung, Zerstäuben in einem Spektrometer zur optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppelter Plasmaanregung und Messung der Intensität der emittierten Strahlung, einschließlich der des internen Referenzelementes.

4 Reagenzien

Für die Analyse sind nur Reagenzien bekannter analytischer Reinheit und destilliertes oder Wasser entsprechender Reinheit zu verwenden.

Für die Herstellung der Kalibrier- und Probenlösungen sollten dieselben Reagenzien verwendet werden.

4.1 Salzsäure, HCl ($\rho = 1,19$ g/ml).

4.2 Salzsäure verdünnt, 1 + 1

500 ml Salzsäure (4.1) in 500 ml Wasser mischen.

4.3 Salpetersäure, HNO_3 ($\rho = 1,40 \text{ g/ml}$).

4.4 Salpetersäure verdünnt, 1 + 1

500 ml Salpetersäure (4.3) in 500 ml Wasser mischen.

4.5 Flusssäure, HF ($\rho = 1,13 \text{ g/ml}$).

4.6 Schwefelsäure, H_2SO_4 (4,5 mol/l).

4.7 Elektrolytkupfer

4.8 Zinkgranulat, Reinheit 99,999 %.

4.9 Aluminium-Stammlösung, 10 g/l Al

($5 \pm 0,001$) g Aluminium ($\text{Al} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 600-ml-Becherglas überführen. 250 ml verdünnte Salzsäure (4.2) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 10 mg Al.

4.10 Aluminium-Stammlösung, 1 g/l Al

($1 \pm 0,001$) g Aluminium ($\text{Al} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 400-ml-Becherglas überführen. 50 ml verdünnte Salzsäure (4.2) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Al.

4.11 Antimon-Stammlösung, 1 g/l Sb

($0,5 \pm 0,001$) g Antimon ($\text{Sb} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 250-ml-Becherglas überführen. 50 ml Salzsäure (4.1) und 25 ml verdünnte Salpetersäure (4.4) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen, der 100 ml Salzsäure (4.1) enthält, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Sb.

4.12 Arsen-Stammlösung, 1 g/l As

($0,5 \pm 0,001$) g Arsen ($\text{As} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 250-ml-Becherglas überführen. 20 ml verdünnte Salpetersäure (4.4) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg As.

4.13 Beryllium-Stammlösung, 5 g/l Be

($1 \pm 0,001$) g Beryllium ($\text{Be} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 250-ml-Becherglas überführen. 40 ml Salzsäure (4.1) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 200-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 5 mg Be.

4.14 Beryllium-Stammlösung, 1 g/l Be

($0,5 \pm 0,001$) g Beryllium ($\text{Be} \geq 99,99\%$) einwiegen und in ein 250-ml-Becherglas überführen. 20 ml Salzsäure (4.1) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Be.

4.15 Cadmium-Stammlösung, 1 g/l Cd

($1 \pm 0,001$) g Cadmium ($\text{Cd} \geq 99,99\%$) einwiegen und in ein 400-ml-Becherglas überführen. 10 ml Salpetersäure (4.3) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist, dann kochen, bis die Stickoxiddämpfe vertrieben sind. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Cd.

4.16 Cobalt-Stammlösung, 5 g/l Co

($1 \pm 0,001$) g Cobalt ($\text{Co} \geq 99,99\%$) einwiegen und in ein 250-ml-Becherglas überführen. 10 ml Salzsäure (4.1) und 10 ml Salpetersäure (4.3) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist, dann kochen, bis die Stickoxiddämpfe vertrieben sind. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 200-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 5 mg Co.

4.17 Cobalt-Stammlösung, 1 g/l Co

($0,5 \pm 0,001$) g Cobalt ($\text{Co} \geq 99,99\%$) einwiegen und in ein 250-ml-Becherglas überführen. 5 ml Salzsäure (4.1) und 5 ml Salpetersäure (4.3) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist, dann kochen, bis die Stickoxiddämpfe vertrieben sind. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Co.

4.18 Eisen-Stammlösung, 5 g/l Fe

($5 \pm 0,001$) g Eisen ($\text{Fe} \geq 99,99\%$) einwiegen und in ein 400-ml-Becherglas überführen. 100 ml Salzsäure (4.1) und 50 ml verdünnte Salpetersäure (4.4) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist, dann kochen, bis die Stickoxiddämpfe vertrieben sind. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 5 mg Fe.

4.19 Eisen-Stammlösung, 1 g/l Fe

($1 \pm 0,001$) g Eisen ($\text{Fe} \geq 99,99\%$) einwiegen und in ein 250-ml-Becherglas überführen. 20 ml Salzsäure (4.1) und 10 ml verdünnte Salpetersäure (4.4) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist, dann kochen, bis die Stickoxiddämpfe vertrieben sind. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Fe.

4.20 Blei-Stammlösung, 5 g/l Pb

($2,5 \pm 0,001$) g Blei ($\text{Pb} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 400-ml-Becherglas überführen. 50 ml verdünnte Salpetersäure (4.4) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist, dann kochen, bis die Stickoxiddämpfe vertrieben sind. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 5 mg Pb.

4.21 Blei-Stammlösung, 1 g/l Pb

($1 \pm 0,001$) g Blei ($\text{Pb} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 250-ml-Becherglas überführen. 20 ml verdünnte Salpetersäure (4.4) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist, dann kochen, bis die Stickoxiddämpfe vertrieben sind. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Pb.

4.22 Magnesium-Stammlösung, 1 g/l Mg

($1 \pm 0,001$) g Magnesium ($\text{Mg} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 250-ml-Becherglas überführen. 50 ml verdünnte Salpetersäure (4.4) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist, dann kochen, bis die Stickoxiddämpfe vertrieben sind. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Mg.

4.23 Mangan-Stammlösung, 5 g/l Mn

Das zur Herstellung dieser Lösung verwendete Mangan wird von der möglicherweise vorhandenen Oxidschicht an der Oberfläche befreit, indem einige Gramm Metall in ein 250-ml-Becherglas, das 60 ml bis 80 ml Schwefelsäure (4.6) und 100 ml Wasser enthält, gegeben werden. Schwenken und nach einigen Sekunden die Lösung absetzen lassen und Wasser in das Becherglas zugeben. Die Reinigung mit Wasser einige Male wiederholen. Das metallische Mangan entnehmen, in Aceton überführen, absetzen lassen und anschließend das Metall in einem Trockenofen bei 100 °C für 2 min trocknen lassen. Im Exsikkator abkühlen lassen.

($5 \pm 0,001$) g des so gereinigten Mangans einwiegen und in ein 400-ml-Becherglas überführen. 50 ml der Salzsäure (4.1) und 125 ml verdünnte Salpetersäure (4.4) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 5 mg Mn.

4.24 Mangan-Stammlösung, 1 g/l Mn

($1 \pm 0,001$) g Mangan, das entsprechend 4.23 gereinigt wurde, einwiegen und in ein 250-ml-Becherglas überführen. 10 ml Salzsäure (4.1) und 25 ml verdünnte Salpetersäure (4.4) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Mn.

4.25 Nickel-Stammlösung, 10 g/l Ni

($5 \pm 0,001$) g Nickel ($\text{Ni} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 400-ml-Becherglas überführen. 125 ml verdünnte Salpetersäure (4.4) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist, dann kochen, bis die Stickoxiddämpfe vertrieben sind. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 10 mg Ni.

4.26 Nickel-Stammlösung, 5 g/l Ni

($5 \pm 0,001$) g Nickel ($\text{Ni} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 400-ml-Becherglas überführen. 125 ml verdünnte Salpetersäure (4.4) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist, dann kochen, bis die Stickoxiddämpfe vertrieben sind. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 5 mg Ni.

4.27 Nickel-Stammlösung, 1 g/l Ni

($1 \pm 0,001$) g Nickel ($\text{Ni} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 250-ml-Becherglas überführen. 25 ml verdünnte Salpetersäure (4.4) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist, dann kochen, bis die Stickoxiddämpfe vertrieben sind. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Ni.

4.28 Phosphor-Stammlösung, 1 g/l P

($4,394 \pm 0,001$) g getrocknetes Kaliumdihydrogenphosphat in einen 1 000-ml-Messkolben einwiegen und mit Wasser verdünnen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg P.

4.29 Zinn-Stammlösung, 10 g/l Sn

($5 \pm 0,001$) g Zinn ($\text{Sn} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 400-ml-Becherglas überführen. 50 ml Salzsäure (4.1) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 10 mg Sn.

4.30 Zinn-Stammlösung, 5 g/l Sn

($2,5 \pm 0,001$) g Zinn ($\text{Sn} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 400-ml-Becherglas überführen. 50 ml Salzsäure (4.1) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 5 mg Sn.

4.31 Zinn-Stammlösung, 1 g/l Sn

($0,5 \pm 0,001$) g Zinn ($\text{Sn} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 250-ml-Becherglas überführen. 50 ml Salzsäure (4.1) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Sn.

4.32 Zink-Stammlösung, 10 g/l Zn

($5 \pm 0,001$) g Zink ($\text{Zn} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 400-ml-Becherglas überführen. 250 ml verdünnte Salzsäure (4.2) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 10 mg Zn.

4.33 Zink-Stammlösung, 1 g/l Zn

($1 \pm 0,001$) g Zink ($\text{Zn} \geq 99,99 \%$) einwiegen und in ein 400-ml-Becherglas überführen. 50 ml verdünnte Salzsäure (4.2) zugeben und mit einem Uhrglas abdecken. Vorsichtig erwärmen bis das Metall gelöst ist. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Zn.

4.34 Interne Standardlösung, 1g/l Yttrium in 0,5 mol/l Salpetersäure

5 Gerät

Optisches Emissionsspektrometer (OES), ausgestattet mit einem induktiv gekoppelten Plasma (ICP, en: inductively coupled plasma) und Zerstäubersystemen.

Das verwendete Gerät wird als zufriedenstellend arbeitend angesehen, wenn es, nach den Herstellerangaben entsprechender Optimierung, die im Anhang A beschriebenen Leistungsanforderungen erfüllt.

6 Probenahme

Die Probenahme muss je nach Anwendung in Übereinstimmung nach ISO 1811-1 oder ISO 1811-2 durchgeführt werden.

Analysenproben müssen in Form feiner Späne, z. B. Bohrspäne oder Frässpäne mit einer maximalen Dicke von 0,5 mm vorliegen.

7 Durchführung

7.1 Verfahren A: Kupfer

7.1.1 Herstellung der Probenlösung

7.1.1.1 Probe

($1 \pm 0,001$) g der Analysenprobe einwiegen.

7.1.1.2 Probenlösung 5 g/l

Die Probe (7.1.1.1) in ein 250-ml-Becherglas überführen.

20 ml verdünnte Salzsäure (4.2) und 5 ml Salpetersäure (4.3) zugeben. Mit einem Uhrglas abdecken und vorsichtig bis zum vollständigen Lösen, danach bis zum Sieden erhitzen. Abkühlen lassen. Den Deckel sowie die Wände des Becherglases mit Wasser abspülen.

Die gelöste Probe in einen 200-ml-Messkolben, der 10 ml Salzsäure (4.1) enthält, überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

7.1.1.3 Probenlösung 1 g/l

Die unter 7.1.1.2 hergestellte Lösung sorgfältig verdünnen, um Lösungen 1 g/l Konzentration zu erhalten. Dazu genau 20 ml der Probenlösung (7.1.1.2) in einen 100-ml-Messkolben, der 5 ml Salzsäure (4.1) und 5 ml Yttriumlösung (4.34) enthält, pipettieren. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

7.1.2 Überprüfung

Zur Vorprüfung der Apparatur eine vorläufige Messung mit einer Lösung eines Referenzmaterials oder einer synthetischen Probe mit bekannten Gehalten der in Tabelle 1 genannten Elemente entsprechend der unter 7.1.4 festgelegten Vorgehensweise durchführen.

7.1.3 Aufstellung der Kalibrierkurven

7.1.3.1 Herstellung der Kalibrierlösungen

7.1.3.1.1 Allgemeines

In allen Fällen muss der pH-Wert der Kalibrierlösungen gleich dem der Probelösungen sein.

Falls aus messtechnischen Gründen eine Blindwertbestimmung erforderlich ist, eine Lösung mit den gleichen Mengen an Säuren wie in der Probelösung zubereiten.

7.1.3.1.2 Herstellung der 5 g/l Kalibrierlösungen, unter Verwendung von Monoelementlösungen

Die in Tabelle 7 angegebenen Mengen an Kupfer (4.7) einwiegen und in jedes einer Serie von 250-ml-Bechergläsern geben.

20 ml verdünnte Salzsäure (4.2) sowie 5 ml Salpetersäure (4.3) in jedes Becherglas geben. Mit einem Uhrglas abdecken und vorsichtig erwärmen, um das Kupfer zu lösen. Den Deckel und die Wände des Becherglases mit Wasser spülen und bis zum Sieden erhitzen. Abkühlen lassen, dann jede Kupferlösung in einen 200-ml-Messkolben, der 10 ml Salzsäure (4.1) enthält, überführen.

Die in Tabelle 7 angegebenen Volumina an Monoelementlösungen von Sn, Pb, Zn, Fe, Ni, Mn, P, Al, Be, Co und Cd in jeden Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

7.1.3.1.3 Herstellung der 1 g/l Kalibrierlösungen

Die unter 7.1.3.1.2 hergestellten 5 g/l Kalibrierlösungen sorgfältig verdünnen, um 1 g/l Kalibrierlösungen zu erhalten.

Genau 20 ml der 5 g/l Kalibrierlösungen (7.1.3.1.2) in 100-ml-Messkolben, die jeweils 5 ml Salzsäure (4.1) und 5 ml Yttriumlösung (4.34) enthalten, pipettieren. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

Tabelle 7 — Verfahren A — Zusammensetzung der 5 g/l Kalibrierlösungen

Element	Kurzzeichen			Driftkontrolllösung (siehe 7.1.3.3)
	P1	P2	P3	
Cu (4.7)	976,3 mg 97,63 %	973,3 mg 97,33 %	979,4 mg 97,94 %	988,0 mg 98,80 %
Sn (4.31)	0,2 mg a 0,02 %	0,5 mg b 0,05 %	6,0 mg 6 ml 0,60 %	1,0 mg 1 ml 0,10 %
Pb (4.21)	6,0 mg 6 ml 0,60 %	0,5 mg c 0,05 %	0,2 mg d 0,02 %	1,0 mg 1 ml 0,10 %
Zn (4.33)	0,2 mg e 0,02 %	0,5 mg f 0,05 %	6,0 mg 6 ml 0,60 %	1,0 mg 1 ml 0,10 %
Fe (4.19)	0,5 mg g 0,05 %	6,0 mg 6 ml 0,60 %	0,1 mg h 0,01 %	1,0 mg 1 ml 0,10 %
Ni (4.27)	0,1 mg i 0,01 %	6,0 mg 6 ml 0,60 %	0,5 mg j 0,05 %	1,0 mg 1 ml 0,10 %
Mn (4.24)	6,0 mg 6 ml 0,60 %	0,1 mg k 0,01 %	0,5 mg l 0,05 %	1,0 mg 1 ml 0,10 %
P (4.28)	4,0 mg 4 ml 0,40 %	0,1 mg m 0,01 %	0,5 mg n 0,05 %	2,0 mg 2 ml 0,20 %
Al (4.10)	6,0 mg 6 ml 0,60 %	0,5 mg o 0,05 %	0,2 mg p 0,02 %	1,0 mg 1 ml 0,10 %
Be (4.14)	0,5 mg q 0,05 %	6,0 mg 6 ml 0,60 %	0,1 mg r 0,01 %	1,0 mg 1 ml 0,10 %
Co (4.17)	0,1 mg s 0,01 %	6,0 mg 6 ml 0,60 %	0,5 mg t 0,05 %	1,0 mg 1 ml 0,10 %
Cd (4.15)	0,1 mg u 0,01 %	0,5 mg v 0,05 %	6,0 mg 6 ml 0,60 %	1,0 mg 1 ml 0,10 %
a 2 ml von einer 0,1 g/l Zinn-Stammlösung b 5 ml von einer 0,1 g/l Zinn-Stammlösung c 5 ml von einer 0,1 g/l Blei-Stammlösung d 2 ml von einer 0,1 g/l Blei-Stammlösung e 2 ml von einer 0,1 g/l Zink-Stammlösung f 5 ml von einer 0,1 g/l Zink-Stammlösung g 5 ml von einer 0,1 g/l Eisen-Stammlösung h 1 ml von einer 0,1 g/l Eisen-Stammlösung i 1 ml von einer 0,1 g/l Nickel-Stammlösung j 5 ml von einer 0,1 g/l Nickel-Stammlösung k 1 ml von einer 0,1 g/l Mangan-Stammlösung l 5 ml von einer 0,1 g/l Mangan-Stammlösung m 1 ml von einer 0,1 g/l Phosphor-Stammlösung n 5 ml von einer 0,1 g/l Phosphor-Stammlösung o 5 ml von einer 0,1 g/l Aluminium-Lösung p 2 ml von einer 0,1 g/l Aluminium-Stammlösung q 5 ml von einer 0,1 g/l Beryllium-Stammlösung r 1 ml von einer 0,1 g/l Beryllium-Stammlösung s 1 ml von einer 0,1 g/l Cobalt-Stammlösung t 5 ml von einer 0,1 g/l Cobalt-Stammlösung u 1 ml von einer 0,1 g/l Cadmium-Stammlösung v 5 ml von einer 0,1 g/l Cadmium-Stammlösung				

7.1.3.2 Justierung des Gerätes

Das optische Emissionsspektrometer mit induktiv gekoppelter Plasmaanregung starten und für mindestens eine halbe Stunde, bevor eine Messung durchgeführt wird, stabilisieren lassen.

Alle Instrumentenparameter einstellen: Jedes Gas (Kühlgas, Hilfsgas, Zerstäubergas), Gasflussrate, Position der Fackel, Eintrittsspalte, Austrittsspalte, Photomultiplier-Spannungen (wenn notwendig), Wellenlängen der analytischen Linien wie in Tabelle 8 angegeben, Vorspülzeit und Integrationszeit, entsprechend den Vorgaben des Herstellers, wobei für jedes Element die konzentrierteste Kalibrierlösung zerstäubt wird.

Die Software so einstellen, dass die Intensität, der Mittelwert sowie die relative Standardabweichung jeder Analysenlinie gemessen werden.

Jedes Mal, wenn der interne Standard verwendet wird (Y auf der Linie 371,03 nm), die Software so einstellen, dass das Verhältnis zwischen jeder Linienintensität und der Intensität des internen Standards gebildet wird.

Tabelle 8 — Wellenlängen für die Analyse von Kupfer

Element	Wellenlänge nm
Sn	189,90
Pb	220,30
Zn	334,55 ^a
Fe	238,20
Ni	231,60
Mn	257,60
Al	308,20
P	178,23
Be	313,00
Co	228,60
Cd	226,50
^a Die Wellenlängen 206,20 nm und 213,80 nm dürfen zur Zinkbestimmung verwendet werden, wenn vorher die Interferenz von Kupfer untersucht wurde.	

7.1.3.3 Spektrometrische Messungen der Kalibrierlösungen

Die spektrometrischen Messungen der P1, P2, P3 genannten 1 g/l Lösungen (siehe Tabelle 7 und 7.1.3.1.3) durchführen. Für Phosphor die 5 g/l Kalibrierlösung (7.1.3.1.2) verwenden. Ein Simultanspektrometer muss für Messungen mit Yttrium als internem Standard („Ratio mode“) verfügbar sein.

Für die Analyse von Phosphor die Absolutintensität verwenden, wobei die Gauß'sche Signalanpassung empfohlen wird.

Für jede Kalibrierlösung (inklusive der Driftkontrolllösung) sind mindestens drei Integrationen notwendig, um ein mittleres Intensitätsverhältnis (für Phosphor eine mittlere Absolutintensität) zu berechnen.

Um Drifterscheinungen des Spektrometers zu kontrollieren, die Driftkontrolllösung (siehe Tabelle 7 und 7.1.3.1.3) mindestens einmal je fünf Probelösungen analysieren. Die maximal zulässige Drift ist in Tabelle 9 angegeben.

Tabelle 9 — Driftkontrolle von Kupfer

Element	Konzentrationsbereich %	Maximale Drift %
alle	0,1 bis 0,5	0,02