

	Prüfung von Kohlenstoffmaterialien Grünkoks und calcinierter Koks Bestimmung von Spurenelementen durch Flammenatomabsorptionsspektrometrie (ISO 8658:1997)	DIN ISO 8658
--	--	---------------------------------------

ICS 71.100.10

Testing of carbonaceous materials — Green and calcined coke —
Determination of trace elements by flame atomic absorption spectroscopy
(ISO 8658:1997)

Essais des matériaux de carbone — Coke cru et calciné — Détermination
des éléments-traces par spectrométrie d'absorption atomique dans la
flamme (ISO 8658:1997)

Die Internationale Norm ISO 8658:1997 „Carbonaceous materials for use in the production of aluminium – Green and calcined coke – Determination of trace elements by flame atomic absorption spectroscopy“ ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Nationales Vorwort

Die Norm enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 8658:1997, die im Technischen Komitee ISO/TC 47/SC 7 „Aluminiumoxid, Kryolith, Aluminiumfluorid, Natriumfluorid, kohlenstoffhaltige Produkte für Aluminium-Industrie“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) ausgearbeitet wurde.

Das zuständige nationale Gremium ist der Arbeitsausschuss NMP 281 „Prüfverfahren für Kohlenstoff und Graphit“. Dieses hat beschlossen, folgenden Hinweis zu geben:

Zu diesem Verfahren liegen derzeit keine Präzisionswerte vor. Ein 2. Ringversuch wird durchgeführt.

Die im Abschnitt 2 zitierte Norm ISO 1042 ist inzwischen überarbeitet und liegt als ISO 1042:1998 vor.

Zu Abschnitt 4: Als Standards können auch handelsübliche, zertifizierte Standardlösungen verwendet werden.

Zu Abschnitt 7: Es dürfen auch alternative Veraschungs- und Aufschlussverfahren verwendet werden, z. B. nach DIN 51941-1 oder mikrowellenunterstützter Aufschluss.

Fortsetzung Seite 2 bis 11

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung des Verfahrens	4
4 Chemikalien	4
5 Geräte	6
6 Probenahme	7
7 Durchführung	7
8 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	10
9 Präzision	11
10 Prüfbericht	11

Deutsche Übersetzung

Prüfung von Kohlenstoffmaterialien
Grünkoks und calcinierter Koks
 Bestimmung von Spurenelementen durch
 Flammenatomabsorptionsspektrometrie

Vorwort

ISO (die International Organization for Standardization) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Organisationen für die Normung (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die mit der Vorbereitung Internationaler Normen verbundene Arbeit wird üblicherweise von den Technical Committees der ISO verrichtet. Jede Mitgliedsorganisation, die an einem Thema interessiert ist, für welches ein Technical Committee eingerichtet wurde, hat das Recht, diesem Committee anzugehören. Internationale Regierungs- und Nicht-regierungsorganisationen, die mit ISO zusammenarbeiten, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. Weiterhin arbeitet ISO bei allen Vorhaben der elektrotechnischen Standardisierung eng mit der International Electrotechnical Commission (IEC) zusammen.

Entwürfe von Internationalen Normen, die von den Technical Committees angenommen sind, werden den Mitgliedsorganisationen zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als eine Internationale Norm erfordert die Zustimmung von mindestens 75 % der stimmberechtigten Mitgliedsorganisationen.

Die Internationale Norm ISO 8658 wurde von der British Standards Institution (BSI) (als BS 6043; Teil 2; Section 2.3:1989) vorbereitet und wurde in einem besonderen Eilverfahren („fast-track-procedure“) vom Technical Committee ISO/TC 47, Chemistry parallel zur Zustimmung durch die ISO-Mitgliedsorganisationen angenommen.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung von Spurenelementen in grünem und calciniertem Koks mit einem Aschemassenanteil ≤ 1 %, sowie mit Einzelmassenanteilen, die höchstens den nachfolgend angegebenen Werten (Massenanteil in %) entsprechen:

Calcium	0,025 %
Chrom	0,005 %
Kupfer	0,025 %
Eisen	0,030 %
Blei	0,010 %
Magnesium	0,010 %
Mangan	0,001 %
Nickel	0,050 %
Silicium	0,100 %
Vanadium	0,100 %
Zink	0,004 %

ANMERKUNG Ein Verfahren zur Bestimmung der Asche von Koksen ist in ISO 8005:1984, *Kohlenstoffmaterialien für die Herstellung von Aluminium – Grüner und calcinierter Koks – Bestimmung der Asche*, enthalten. Es muss jedoch unbedingt beachtet werden, dass die danach hergestellte Asche wegen der Gefahr der Verunreinigung mit Spurenelementen für das Arbeiten nach der hier vorliegenden Internationalen Norm nicht verwendet werden darf.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Normen enthalten Festlegungen, die durch Bezugnahme im vorliegenden Text zu Festlegungen der vorliegenden Internationalen Norm werden. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen unterliegen der Überarbeitung; die Teilnehmer an Vereinbarungen, die auf der vorliegenden Internationalen Norm beruhen, sollten die jeweils neuesten Ausgaben der unten angegebenen Normen verwenden. Die Mitglieder von IEC und ISO erhalten Zusammenstellungen der jeweils gültigen Internationalen Normen.

ISO 385-1:1984, *Laborgeräte aus Glas – Büretten – Teil 1: Allgemeine Anforderungen.*

ISO 835-1:1981, *Laborgeräte aus Glas – Graduierte Pipetten – Teil 1: Allgemeine Anforderungen.*

ISO 1042:1983, *Laborgeräte aus Glas – Messkolben.*

ISO 3696:1987, *Wasser für den Laborgebrauch – Spezifikationen und Prüfmethoden.*

ISO 6375:1980, *Kohlenstoffmaterialien für die Herstellung von Aluminium – Koks für Elektroden – Probenahme.*

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Eine Prüfprobe wird 10 h bei 700 °C in einem Muffelofen geglüht. Die entstandene Asche wird mit einer Mischung aus Natriumcarbonat und Orthoborsäure aufgeschossen. Die Schmelze wird in verdünnter Salzsäure gelöst, und der Gehalt an Spurenmetallen wird durch flammenspektrometrische Atomabsorption bestimmt.

4 Chemikalien

Wenn nichts anderes angegeben wird, sind nur analysenreine Chemikalien sowie Wasser entsprechend Klasse 2 nach ISO 3696 zu verwenden.

4.1 Natriumcarbonat, Na_2CO_3 , wasserfrei.

4.2 Orthoborsäure, H_3BO_3

4.3 Konzentrierte Salzsäure, $w(\text{HCl}) = 36 \%$, $\rho = 1,16 \text{ g/ml}$.

4.4 Lanthanchlorid-Lösung, 100 mg La/ml, entsprechend den Anforderungen der Atomabsorption an die Reinheit, $c(\text{LaCl}_3 \cdot 7 \text{ H}_2\text{O}) = 267 \text{ g/l}$.

4.5 Calcium-Standardlösung, $c_{\text{Ca}} = 0,1 \text{ mg/ml}$

Calciumcarbonat (pro analysi) wird bei $110 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ 1 h getrocknet und in einem Exsikkator abgekühlt, welcher Diphosphorpentoxid enthält. $2,497 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ werden in ein 250-ml-Becherglas eingewogen. Es werden 50 ml Wasser, und dann nach und nach 50 ml konzentrierte Salzsäure zugegeben (siehe 4.3). Wenn die Lösung klar ist, wird sie quantitativ in einen 1000-ml-Messkolben (siehe 5.6) überführt, bis zur Markierung mit Wasser verdünnt und dann vermischt. Die Lösung wird in einer Polyethylen-Flasche aufbewahrt.

Mit einer Messpipette (siehe 5.8) werden 10 ml dieser Lösung in einen 100-ml-Messkolben (siehe 5.6) gegeben. Nach Zugabe von etwa 20 ml Wasser und 5 ml Salzsäure (siehe 4.3) wird bis zur Markierung mit Wasser verdünnt und vermischt.