

DIN EN 10136

ICS 77.040.30

Einsprüche bis 2018-09-06
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 10136:1990-04

Entwurf

**Stahl und Eisen –
Bestimmung des Nickelanteils;
Flammenatomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (FAAS);
Deutsche und Englische Fassung prEN 10136:2018**

Steels and cast irons –
Determination of nickel content –
Flame atomic absorption spectrometric method (FAAS);
German and English version prEN 10136:2018

Aciers et fontes –
Détermination de la teneur en nickel –
Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (SAAF);
Version allemande et anglaise prEN 10136:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-07-06 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an fes@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES), 40042 Düsseldorf, Postfach 10 51 45, Sohnstr. 65, 40237 Düsseldorf.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 29 Seiten

DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 10136:2018) wurde vom Technischen Komitee ECISS/TC 102 „Methods of chemical analysis for iron and steel“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS (Schweden) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 021-00-30 AA „Analysenverfahren“ im DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 10136:1990-04 wurden folgende wesentliche Änderungen vorgenommen:

- a) redaktionelle Änderungen;
- b) Aktualisierung von Referenzen und Stahlbezeichnungen;
- c) Aktualisierung der Beschreibungen zur Versuchsprozedur und zur Versuchsauswertung.

Stahl und Eisen — Bestimmung des Nickelanteils — Flammenatomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (FAAS)

Aciers et fontes — Détermination de la teneur en nickel — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (SAAF)

Steels and cast irons — Determination of nickel content — Flame atomic absorption spectrometric method (FAAS)

ICS: 77.040.30

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Grundzüge des Verfahrens	4
5 Reagenzien	4
5.1 Reines Eisen mit einem Nickelanteil < 0,000 5 %.	5
5.2 Gemisch Salzsäure/Salpetersäure.	5
5.3 Gemisch Salpetersäure/Perchlorsäure.	5
5.4 Nickelbezugslösung, 1 g/l	5
5.5 Nickelbezugslösung, 0,04 g/l	5
5.6 Eisenbasislösung, 40 g/l	5
5.7 Eisenbasislösung, 2 g/l	5
6 Geräte	6
6.1 Gewöhnliche Laborgeräte	6
6.2 Atomabsorptionsspektrometer	6
6.2.1 Allgemeines	6
6.2.2 Mindestpräzision	6
6.2.3 Zusätzliche Leistungsanforderungen	6
7 Probennahme	6
8 Durchführung der Analyse	7
8.1 Einwaage	7
8.2 Blindwertermittlung	7
8.3 Bestimmung	7
8.3.1 Herstellung der Probenlösung	7
8.3.2 Aufbereitung der Probenlösung	7
8.3.3 Herstellung der Bezugslösungen	8
8.3.4 Einstellung des Atomabsorptionsspektrometers	9
8.3.5 Spektrometrische Messungen	9
9 Ergebniswiedergabe	10
9.1 Anwendung der Kalibrierungskurve	10
9.2 Anwendung der Eingrenzungsmethode	10
10 Untersuchungsbericht	11
Anhang A (informativ) Angaben zur Präzision	12
A.1 Allgemeines	12
A.2 Wiederholbarkeit	12
A.3 Vergleichbarkeit	13
Literaturhinweise	14

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 10136:2018) wurde vom Technischen Komitee ECISS/TC 102 „Methods of chemical analysis for iron and steel“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 10136:1989 ersetzen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt eine Methode zur Bestimmung von Nickel in Stählen mittels Flammenatomabsorptionsspektroskopie (FAAS).

Diese Methode ist anwendbar für Stähle mit Nickelanteilen von 0,004 % bis 2,0 %.

Diese Methode kann für niedrigere als auch höhere Nickelgehalte angewandt werden, wenn die Probengrößen und Lösungsvorgänge angepasst werden, sofern die in 6.2.2 und 6.2.3 angegebenen Kriterien erfüllt werden.

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 ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten (ISO 648:2008)*

EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Meßkolben (ISO 1042:1998)*

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben. ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>

— ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

4 Grundzüge des Verfahrens

Die Probe wird in einem Gemisch geeigneter Säuren gelöst und mit Perchlorsäure abgeraucht.

Die Lösung wird in eine Luft-Acetylen-Flamme eines Atomabsorptionsspektroskops versprüht.

Nickel wird durch spektrometrische Messung der Atomabsorption des von einer Nickel-Hohlkathodenlampe emittierten Lichtes der Wellenlängen von 232,0 nm oder 352,5 nm ermittelt.

ANMERKUNG Andere geeignete Strahlenquellen dürfen auch verwendet werden, sofern die in 6.2.2 und 6.2.3 angegebenen Kriterien erfüllt werden.

5 Reagenzien

Für die Analyse sind nur Reagenzien von bekannter Analysequalität und nur destilliertes Wasser oder Wasser von gleichem Reinheitsgrad zu verwenden.

Die folgenden Konzentrationen und Mengen dürfen eingestellt werden, vorausgesetzt die Änderungen werden gemäß Abschnitt 8.3 und Kapitel 9 berücksichtigt.

5.1 Reines Eisen mit einem Nickelanteil < 0,000 5 %.

5.2 Gemisch Salzsäure/Salpetersäure.

Drei Volumenanteile Salzsäure (mit etwa $\rho_{20} = 1,19$ g/ml), ein Volumenanteil Salpetersäure (mit etwa $\rho_{20} = 1,40$ g/ml) und zwei Volumenanteile Wasser werden gemischt. Dieses Gemisch ist unmittelbar vor Gebrauch zuzubereiten.

5.3 Gemisch Salpetersäure/Perchlorsäure.

100 ml Salpetersäure (mit etwa $\rho_{20} = 1,40$ g/ml) mit 800 ml Perchlorsäure (mit etwa $\rho_{20} = 1,54$ g/ml) werden mit Wasser auf 1 l aufgefüllt und gemischt.

Perchlorsäure (mit etwa $\rho_{20} = 1,67$ g/ml) darf ebenfalls verwendet werden. 100 ml Perchlorsäure (mit etwa $\rho_{20} = 1,54$ g/ml) sind 79 ml Perchlorsäure (mit etwa $\rho_{20} = 1,67$ g/ml) gleichwertig.

5.4 Nickelbezugslösung, 1 g/l.

(0,500 ± 0,001) g Nickel ($Ni \geq 99,9$ %) werden in ein hitzebeständiges Becherglas geeigneter Größe eingewogen und in 25 ml Salpetersäure (mit etwa $\rho_{20} = 1,40$ g/ml verdünnt 1 + 1) aufgelöst und mit einer Uhrglasschale abgedeckt und, sofern notwendig, behutsam erwärmt, um die Auflösung zu unterstützen. Sobald die Auflösung vollständig ist, werden durch Kochen die Stickoxide entfernt. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird die Lösung in einen 500-ml-Messkolben übergeführt, mit Wasser zur Marke aufgefüllt und gemischt.

1 ml dieser Lösung enthält 1,0 mg Nickel.

5.5 Nickelbezugslösung, 0,04 g/l.

10,0 ml Nickelbezugslösung (aus 5.4) werden in einem 250-ml-Meßkolben mit Wasser aufgefüllt und gemischt.

Diese Lösung ist unmittelbar vor Gebrauch zuzubereiten.

1 ml dieser Lösung enthält 0,04 mg Nickel.

5.6 Eisenbasislösung, 40 g/l.

10 g reines Eisen (aus 5.1) werden in ein hitzebeständiges Becherglas geeigneter Größe auf 0,01 g Genauigkeit eingewogen. Es werden 100 ml des Gemisches Salzsäure/Salpetersäure (aus 5.2) hinzugegeben, das Becherglas mit einer Uhrglasschale abgedeckt, und behutsam aufgewärmt, bis das Eisen aufgelöst ist. Es werden 150 ml des Gemisches Salzsäure/Salpetersäure (aus 5.3) hinzugegeben und aufgewärmt, bis dichter, weisser Rauch der Perchlorsäure aufsteigt. Die Erwärmung ist eine Minute lang fortzusetzen und dann abzukühlen.

Um eine bessere Kontrolle über den Säuregehalt der Probenlösungen und Kalibrierlösungen zu erlangen (Volumen der freien Perchlorsäure), darf der Rauch der Perchlorsäure bis zur Kristallisation des Eisens aufrechterhalten werden.

Es werden 100 ml Wasser hinzugefügt und behutsam bis zur Auflösung der Salze aufgewärmt. Die Lösung wird erneut abgekühlt und in einem 250-ml-Messkolben übergeführt, mit Wasser zur Marke aufgefüllt und gemischt.

5.7 Eisenbasislösung, 2 g/l.

10,0 ml der Eisenbasislösung (aus 5.6) werden in einem 200-ml-Meßkolben mit Wasser aufgefüllt und gemischt.

6 Geräte

6.1 Gewöhnliche Laborgeräte

Alle volumetrischen Glasbehälter müssen der Klasse A entsprechen und gemäß EN ISO 648 oder EN ISO 1042 geeignet sein.

6.2 Atomabsorptionsspektrometer

6.2.1 Allgemeines

Das Spektrometer muss mit einer Nickel-Hohlkathodenlampe oder einer anderen, geeigneten Strahlenquelle ausgestattet sein und mit Luft und Acetylen mit ausreichender Reinheit versorgt werden, um eine brennstoffarme, gleichmäßig klare Flamme, frei von Wasser, Öl und Nickel zu gewährleisten.

Das verwendete Atomabsorptionsspektrometer ist brauchbar, wenn bei optimaler Einstellung gemäß 8.3.4 die Nachweisgrenze und die Empfindlichkeit mit den Herstellerangaben übereinstimmen und den in 6.2.2 und 6.2.3 gegebenen Güteanforderungen genügen.

6.2.2 Mindestpräzision

Die Standardabweichung soll aus 10 Messungen der Extinktion der Bezugslösung mit der höchsten Konzentration berechnet werden und darf 1,0 % der mittleren Extinktion nicht übersteigen.

Die Standardabweichung soll aus 10 Messungen der Extinktion der Bezugslösung mit der niedrigsten Konzentration (ausgenommen der Leerwertlösung) berechnet werden und darf 0,5 % der mittleren Extinktion der Bezugslösung mit dem höchsten Gehalt nicht übersteigen.

6.2.3 Zusätzliche Leistungsanforderungen

6.2.3.1 Allgemeines

Ferner sollte das Instrument den in 6.2.3.2 und 6.2.3.3 angegebenen, zusätzlichen Leistungsanforderungen entsprechen.

6.2.3.2 Charakteristische Konzentration

Die charakteristische Konzentration von Nickel in einer Matrix, die der Zusammensetzung der Meßlösung entspricht, soll weniger als 0,10 µg Ni/ml betragen.

6.2.3.3 Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenze ist eine Zahl, ausgedrückt in Einheiten der Konzentration (oder Menge), welche das geringste Konzentrationsniveau (oder Menge) eines Elements beschreibt, welches als statistisch unterschiedlich zum analytischen Leerwert bestimmt werden kann.

Die Nachweisgrenze für Nickel in einer Matrix mit ähnlicher Zusammensetzung wie die endgültige Meßlösung soll weniger als 0,15 µg Ni/ml betragen.

7 Probennahme

Die Probennahme ist in Übereinstimmung mit der EN ISO 14284 oder anderen geeigneten Stahl- und Gusseisennormen durchzuführen.

8 Durchführung der Analyse

WARNUNG — Perchlorsäuredämpfe können in Gegenwart von Ammoniak, nitrosen Gasen oder organischen Stoffen Explosionen verursachen. Alle Abdampfungen sind in für Perchlorsäure geeigneten Abzugsschränken durchzuführen.

ANMERKUNG Die nachfolgenden Konzentrationen, Mengen und Glasbehältnisvolumina dürfen geändert werden, vorausgesetzt, daß die Änderungen in allen entsprechenden Unterabschnitten der Abschnitte 8 und 9 berücksichtigt werden.

8.1 Einwaage

Es ist eine Probe von etwa 1,0 g auf 1 mg Genauigkeit einzuwägen.

8.2 Blindwertermittlung

Mit jeder Durchführung wird parallel zur Meßwertbestimmung ein Blindwert ermittelt, wobei die gleichen Abläufe, Mengen und Reagenzien anzuwenden sind.

8.3 Bestimmung

8.3.1 Herstellung der Probenlösung

Die Einwaage (8.1) wird in einem 250-ml-Becherglas mit 10 ml Salzsäure-Salpetergemisch (5.2) gelöst. Das Becherglas wird mit einer Uhrglasschale abgedeckt und solange behutsam erwärmt, bis die Säurereaktion nachläßt.

ANMERKUNG Ist die Probe im Salpetersäure-Perchlorsäure-Gemisch (5.3) unmittelbar löslich, so kann das vorhergehende Lösen mit Salzsäure-Salpetersäure-Gemisch (5.2) entfallen. In diesem Fall wird die Probe im Salpetersäure-Perchlorsäure-Gemisch (5.3) aufgelöst, und die erhaltene Lösung wird wie unten beschrieben erwärmt.

Es werden 15 ml des Gemisches aus Salpetersäure/Perchlorsäure (aus 5.3) hinzugegeben und aufgewärmt, bis dichter, weisser Rauch der Perchlorsäure aufsteigt. Die Erwärmung ist eine Minute lang fortzusetzen und dann abzukühlen.

Um den gleichen Säuregehalt der Messlösungen und der Kalibrierlösungen zu gewährleisten, müssen die Lösungen bis zur Kristallisation abgeraucht werden.

8.3.2 Aufbereitung der Probenlösung

8.3.2.1 Nickelgehalte bis zu 0,10 %

Es werden 25 ml Wasser hinzugefügt und behutsam bis zur Auflösung der Salze aufgewärmt. Die Lösung wird erneut abgekühlt und in einem 100-ml-Messkolben übergeführt.

Es wird mit Wasser zur Marke aufgefüllt und gemischt.

Wenn einige Rückstände zurückgeblieben sind aufgrund von Silizium, Wolfram, Niob oder Tantal, so ist die Lösung durch ein trockenes, mittelgroß texturiertes Filterpapier zu filtern und das Filtrat in einem trockenen Becherglas aufzusammeln, nachdem die ersten Proben beseitigt werden.

8.3.2.2 Nickelgehalte von 0,08 % bis 2,0 %

10,0 ml des Filtrats (aus 8.3.2.1) werden in einem 200-ml-Meßkolben mit Wasser aufgefüllt und gemischt.

Falls die Probenlösung verdünnt werden muß, so muß die Bildprobenlösung gleichermaßen verdünnt werden.