

DIN EN 10177

ICS 77.040.30

Einsprüche bis 2018-09-13
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 10177:1990-04

Entwurf

**Stähle –
Bestimmung des Calciumgehalts –
Flammenatomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (FAAS);
Deutsche und Englische Fassung prEN 10177:2018**

Steels –
Determination of calcium content –
Flame atomic absorption spectrometric method (FAAS);
German and English version prEN 10177:2018

Aciers –
Détermination de la teneur en calcium –
Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (SAAF);
Version allemande et anglaise prEN 10177:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-07-13 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 10177:2018) 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 10177:1990-04 wurden folgende wesentlichen Änderungen vorgenommen:

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

Stahl — Bestimmung des Calciumgehalts — Flammenatomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (FAAS)

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

Steels — Determination of calcium 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	4
5.2 Salzsäurelösung, 1 + 1	4
5.3 Salpetersäurelösung, 4 + 6	5
5.4 Kaliumchloridlösung, 190g/l.	5
5.5 Calcium-Standardlösung, 1 g/l.	5
5.6 Calcium-Standardlösung, 0,02 g/l.	5
5.7 Calcium-Standardlösung, 0,002 g/l.	5
5.8 Eisenbasislösung, 50 g/l.	5
6 Geräte	5
6.1 Gewöhnliche Laborgeräte	5
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	12
Literaturhinweise	13

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 10177:2018) 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 10177:1989 ersetzen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt eine Methode zur Bestimmung von Calcium in unlegierter und niedrig legierter Stähle mittels Flammenatomabsorptionsspektroskopie (FAAS).

Diese Methode ist anwendbar für Calciumanteile von 0,0004 % bis 0,012 %.

Diese Methode kann für höhere Calciumgehalte 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

Auflösung einer Probe in Salzsäure gefolgt von Oxidation mit Salpetersäure

ANMERKUNG Königswasser kann für die gleichzeitige Auflösung und Oxidation der Probe verwendet werden

Zugabe einer Lösung Kaliumchlorid und Vernebelung der Probenlösung in eine Acetylen / Lachgasflamme eines Atomabsorptionsspektrometers

Calcium wird durch spektrometrische Messung der Atomabsorption des von einer Calcium-Hohlkathodenlampe emittierten Spektrallinie von 422,7 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.

5.2 Salzsäurelösung, 1 + 1

500 ml Salzsäure (mit etwa $\rho_{20} = 1,19$ g/ml werden) werden mit 500 ml Wasser gemischt.

5.3 Salpetersäurelösung, 4 + 6

400 ml Salpetersäure (mit etwa $\rho_{20} = 1,40$ g/ml) werden mit 600 ml Wasser gemischt.

5.4 Kaliumchloridlösung, 190g/l.

5.5 Calcium-Standardlösung, 1 g/l.

(2,500 ± 0,001) g reines Calciumcarbonat werden eingewogen, bei 105°C getrocknet und in ein Glas geeigneter Größe überführt. Es werden 20ml Wasser hinzugegeben dann langsam 20 ml Salzsäure hinzugefügt (5.2). Sobald gelöst, wird diese Lösung auf ungefähr 100 ml mit Wasser verdünnt und in einen 1000-ml-Messkolben übergeführt bzw. mit Wasser verdünnen mit und gemischt.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Calcium.

5.6 Calcium-Standardlösung, 0,02 g/l

5,0 ml Calcium-Standardlösung (aus 5.5) werden in einem 250-ml-Meßkolben mit Wasser aufgefüllt und gemischt.

Diese Lösung ist unmittelbar vor Gebrauch zuzubereiten.

1 ml dieser Lösung enthält 0,02 mg Calcium.

5.7 Calcium-Standardlösung, 0,002 g/l.

20,0 ml Calcium-Standardlösung (5.6) werden in einem 200-ml-Meßkolben mit Wasser aufgefüllt und gemischt.

Diese Lösung ist unmittelbar vor Gebrauch zuzubereiten.

1 ml dieser Lösung enthält 0,002 mg Calcium.

5.8 Eisenbasislösung, 50 g/l.

10,00 g reines Eisen (aus 5.1) werden in ein hitzebeständiges Becherglas geeigneter Größe auf 0,01 g Genauigkeit eingewogen. Es werden 100 ml der Salzsäure (aus 5.2) hinzugegeben und das Becherglas mit einer Uhrglasschale abgedeckt und behutsam aufgewärmt, bis die Reaktion abgeklungen ist. Es werden 25 ml der Salpetersäure (aus 5.3) hinzugegeben und die Lösung für 5 Minuten Dauer aufgekocht, um Stickoxide zu entfernen.

Nach dem Abkühlen wird die Lösung in einen 200 ml-Messkolben übergeführt.

Es werden 2,5 ml Perchlorsäure (5.6) hinzugefügt, 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.

Alle Glaswaren müssen in Salzsäure (5.2.) und dann in Wasser gespült werden. Die Menge an Calcium, die in den Bechern und den Messkolben vorhanden ist, kann durch Messen der Absorption von destilliertem Wasser, das nach dem Waschen mit Säure in die Glaswaren eingebracht wird, überprüft werden.

6.2 Atomabsorptionsspektrometer

6.2.1 Allgemeines

Das Spektrometer muss mit einer Calcium-Hohlkathodenlampe oder einer anderen, geeigneten Strahlenquelle ausgestattet sein und mit Stickstoffoxid und Acetylen mit ausreichender Reinheit versorgt werden, um eine brennstoffarme, gleichmäßig klare Flamme, frei von Wasser, Öl und Calcium 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 3 % 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 1 % 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 Calcium in einer Matrix, die der Zusammensetzung der Meßlösung entspricht, soll weniger als 0,05 µg /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 Calcium in einer Matrix mit ähnlicher Zusammensetzung wie die endgültige Meßlösung soll weniger als 0,025 µg/ml Calcium betragen.

7 Probennahme

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

Die Chips sind mit einem geeigneten Lösungsmittel (Aceton, Ethylether usw.) zu entfetten, um eine Kontamination der Probe bei der Handhabung zu vermeiden.

Calcium unterliegt im gesamten Stahl einer ungleichmäßigen Verteilung, und es wird empfohlen, dass die Laborprobe nicht weniger als 25 g Chips enthält, aus denen die Probe (8.1) entnommen werden sollte.

8 Durchführung der Analyse

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 2,0 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 400-ml-Becherglas mit 20ml Salzsäure (5.2) gelöst. Das Becherglas wird mit einer Uhrglasschale abgedeckt und solange behutsam erwärmt, bis die Säurereaktion nachläßt.

Die Lösung ist mit 5 ml Salpetersäure (5.3) zu oxidieren und danach 5 Minuten lang zu kochen, um Stickoxide zu entfernen.

8.3.2 Aufbereitung der Probenlösung

8.3.2.1 Calciumgehalte bis zu 0,006 %

Die Lösung wird abgekühlt und in einen 100-ml-Messkolben übergeführt.

WARNUNG – nicht filtern, wenn nicht unbedingt nötig. Falls unvermeidlich, dürfen nur Filter benutzt werden, die bekanntlich frei von Calcium sind.

0,5 ml Kaliumchlorid werden hinzugefügt (5.4), mit Wasser aufgefüllt und vermischt.

Für Probenlösungen, die eine Calciumabsorption von mehr als 0,6 ergeben, sollte die Probenlösung verdünnt und mit den auf die gleiche Weise verdünnten Kalibrierungslösungen verglichen werden. Diese stärker verdünnten Lösungen sollten auch verwendet werden, wenn Probleme mit der Brennerblockierung auftreten.

8.3.2.2 Calciumgehalte von 0,004 % bis 0,012 %

Die Lösung wird abgekühlt und in einen 200-ml-Messkolben übergeführt.

WARNUNG – nicht filtern, wenn nicht unbedingt nötig. Falls unvermeidlich, dürfen nur Filter benutzt werden, die bekanntlich frei von Calcium sind.

0,5 ml Kaliumchlorid werden hinzugefügt (5.4), mit Wasser aufgefüllt und vermischt.

Für Probenlösungen, die eine Calciumabsorption von mehr als 0,6 ergeben, sollte die Probenlösung verdünnt und mit den auf die gleiche Weise verdünnten Kalibrierungslösungen verglichen werden. Diese stärker verdünnten Lösungen sollten auch verwendet werden, wenn Probleme mit der Brennerblockierung auftreten.