

DIN EN 10178



ICS 77.040.30

Entwurf

Einsprüche bis 2023-07-26
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 10178:1990-04

**Stähle –
Bestimmung von Niob –
Photometrisches Verfahren;
Deutsche und Englische Fassung prEN 10178:2023**

Steels –
Determination of niobium –
Spectrophotometric method;
German and English version prEN 10178:2023

Aciers –
Détermination du niobium –
Méthode spectrophotométrique;
Version allemande et anglaise prEN 10178:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-05-26 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 oder 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 25 Seiten

DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 10178:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 459/SC 2 „Methoden der chemischen Analyse von Eisen und Stahl“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS 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 10178:1990-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) normative Verweisungen aktualisiert;
- b) Abschnitt 3 Begriffe und Definitionen hinzugefügt;
- c) Verweisung 5.13 hinzugefügt;
- d) Verweisung 5.18: Titel vereinfacht;
- e) Abschnitt 6 weiterentwickelt und Unterabschnitte 6.1 und 6.2 hinzugefügt;
- f) Abschnitt 7 aktualisiert;
- g) ehemaligen Unterabschnitt 7.3.3 in 8.3.2 aufgenommen;
- h) Abschnitt 10 aktualisiert;
- i) Literaturhinweise hinzugefügt.

– Entwurf –

Juni 2023

prEN 10178

Titel de: Stähle – Bestimmung von Niob – Photometrisches Verfahren

Titel en: Steels – Determination of niobium – Spectrophotometric method

Titel fr: Aciers – Détermination du niobium – Méthode spectrophotométrique

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 Allgemeines	4
6 Geräte	6
7 Probenahme	6
8 Durchführung.....	6
8.1 Einwaage	6
8.2 Bestimmung des Leerwertes.....	6
8.3 Bestimmung des Analyten.....	6
8.3.1 Herstellung der Probenlösung.....	6
8.3.2 Abtrennung des Niob	6
8.3.3 Farbentwicklung.....	7
8.3.4 Spektrophotometrische Messung.....	7
8.4 Aufstellung der Auswertekurve	7
8.4.1 Herstellung der Kalibrationslösungen.....	7
8.4.2 Photometrische Messung	8
8.4.3 Aufstellung der Kalibrierungskurve	8
9 Berechnung der Ergebnisse.....	9
10 Untersuchungsbericht.....	9
Anhang A (informativ) Angaben zur Präzision.....	10
Literaturhinweise.....	11

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 10178:2023) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 459/SC 2 „Methoden der chemischen Analyse von Eisen und Stahl“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 10178:1989 ersetzen.

Im Vergleich zur vorherigen Ausgabe wurden folgende technische Änderungen vorgenommen:

- normative Verweisungen: aktualisiert;
- Abschnitt 3 Begriffe und Definitionen: hinzugefügt;
- Verweisung 5.13: hinzugefügt;
- Verweisung 5.18: Titel vereinfacht;
- Abschnitt 6: weiterentwickelt und Unterabschnitte 6.1 und 6.2 hinzugefügt;
- Abschnitt 7: aktualisiert;
- ehemaliger Unterabschnitt 7.3.3: in 8.3.2 aufgenommen;
- Abschnitt 10: aktualisiert;
- Literaturhinweise: hinzugefügt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein photometrisches Verfahren zur Bestimmung von Niob in Stählen fest.

Das Verfahren ist anwendbar für alle Stahlsorten mit Niobgehalten bis zu 1,3 Masse-%, mit einer unteren Nachweisgrenze von 0,002 % (Masse).

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)*

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

EN ISO 14284, *Eisen und Stahl — Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung (ISO 14284)*

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

4 Grundzüge des Verfahrens

Das Probegut wird in Salzsäure gelöst und anschließend mit Wasserstoffperoxid oxidiert.

Niob und Tantal werden mit Phenylarsonsäure unter Benutzung von Zirkon als Träger gefällt.

Die Bildung eines Niob-Komplexes mit 4-(2-Pyridylazo)-resorcin (PAR) erfolgt in einer Natriumtartrat-Pufferlösung.

Die gefärbte Verbindung wird photometrisch bei einer Wellenlänge von 550 nm gemessen.

5 Reagenzien

5.1 Allgemeines

Für die Analyse werden nur Reagenzien anerkannter analytischer Qualität und nur destilliertes Wasser oder Wasser gleichwertiger Reinheit benutzt.

5.2 Eisen hoher Reinheit, frei von Niob

5.3 Kaliumbisulfat (KHSO₄)

5.4 Salzsäure, ρ_{20} ungefähr 1,19 g/ml

5.5 Salzsäure, Lösung 1 + 4

Vorsichtig 40 ml der Salzsäure (5.4) zu 160 ml Wasser hinzufügen und vermischen.

5.6 Salzsäure, Lösung 1 + 9

Vorsichtig 20 ml der Salzsäure (5.4) zu 180 ml Wasser hinzufügen und vermischen.

5.7 Schwefelsäure, Lösung 1 + 1

Vorsichtig 100 ml der Schwefelsäure (ρ_{20} ungefähr 1,84 g/ml) zu 200 ml Wasser hinzufügen. Abkühlen lassen und mischen.

5.8 Schwefelsäure, Lösung 1 + 4

Vorsichtig 20 ml der Schwefelsäure (ρ_{20} ungefähr 1,84 g/ml) zu 80 ml Wasser hinzufügen. Abkühlen lassen und mischen.

5.9 Äthylendiamintetraessigsäures Dinatriumsalz (ÄDTA Na₂), 5 g/l Lösung

Ist in einer Polyäthylenflasche aufzubewahren.

5.10 Wasserstoffperoxid, 30 % w/v (100 Vol.)

5.11 Phenylarsonsäure, 40 g/l Lösung

5.12 Phenylarsonsäure, 0,5g/l Lösung

5.13 4-(2-Pyridylazo)-resorcin Mononatriumsalz (PAR), 0,6 g/l Lösung

Es kann auch Dinatriumsalz verwendet werden. Zu beachten ist jedoch, dass für die Kalibrierung und Messung das gleiche Salz verwendet wird.

5.14 Eisessig, ρ_{20} ungefähr 1,05 g/ml

5.15 Natriumacetat-Puffer, 350 g/l Lösung

350 g Natriumacetattri-hydrat in 700 ml Wasser auflösen, 5,5 ml Eisessig (5.14) hinzufügen, mit Wasser auf 1 000 ml verdünnen und mischen.

Den pH-Wert mit kleinen Zugaben von Essigsäure (5.14) oder Natriumhydroxidlösung (5.16) auf 6,3 einstellen, dabei zur Messung ein pH-Meter (6.1) verwenden.

5.16 Natriumhydroxid, 120g/l Lösung

Ist in einer Polyäthylenflasche aufzubewahren.

5.17 Weinsäure, 100 g/l Lösung

5.18 Zirkoniumnitrat, 3 g/l Lösung in Salzsäure

0,3 g Zirkoniumnitrat werden in 50 ml Salzsäurelösung (5.5) gelöst. Anschließend wird durch feines Filterpapier filtriert, mit Wasser auf 100 ml verdünnt und gemischt.

5.19 Niob-Referenzlösung, 0,2g/l

0,143 1 g Niobpentoxid werden eingewogen und mit 3,5 g Kaliumbisulfat (5.3) im Platintiegel aufgeschlossen. Die erkaltete Schmelze wird in 40 ml der Weinsäurelösung (5.17) gelöst. Weitere 160 ml der Weinsäurelösung (5.17) werden hinzugefügt, die Lösung in einen 500 ml-Messkolben überführt, bis zur Markierung mit Wasser verdünnt und gemischt.

1 ml dieser Standardlösung enthält 0,2 mg Niob.

6 Geräte

6.1 Normale Laborausrüstung

Alle Volumenmessgeräte aus Glas müssen der Güteklasse A gemäß ISO 648 bzw. ISO 1042 entsprechen.

6.2 pH-Meter

6.3 Photometer, geeignet zur Extinktionsmessung einer Lösung bei einer Wellenlänge von 550 nm, mit Küvetten der Schichtlänge 4 und 1 cm.

7 Probenahme

Die Probenahme muss in Übereinstimmung mit EN ISO 14284 oder den entsprechenden nationalen Normen für Stähle durchgeführt werden.

8 Durchführung

8.1 Einwaage

Etwa 1,0 g der Probe werden auf 1 mg genau eingewogen.

8.2 Bestimmung des Leerwertes

Bei jedem Analysengang wird, parallel mit dem Probegut, 1 g Reineisen (5.2) dem Arbeitsablauf unterworfen, wobei die gleichen Reagenzien und gleichen Verdünnungen unter gleichen Bedingungen angewendet werden.

8.3 Bestimmung des Analyten

8.3.1 Herstellung der Probenlösung

Das Probegut (8.1) wird in einen 400-ml-Erlenmeyerkoben übertragen. Man fügt 40 ml der Salzsäurelösung (5.4) hinzu, deckt den Kolben mit einem Uhrglas ab und erhitzt, bis die Wirkung des Lösungsmittels aufhört. Dann wird leicht abgekühlt und 5 ml der Wasserstoffperoxidlösung (5.10) werden vorsichtig hinzugefügt. Die Lösung wird 1 min gekocht und mit warmem Wasser auf ungefähr 200 ml verdünnt. Anschließend werden noch 5 ml der Zirkoniumnitratlösung (5.18) hinzugefügt.

8.3.2 Abtrennung des Niob

Der bis zum Sieden erhitzten Lösung werden 25 ml einer kochenden Lösung von Phenylarsonsäure (5.11) hinzugefügt. Nachdem man nochmals 5 min gekocht hat, gibt man eine kleine Menge Filterpapierbrei hinzu, mischt gut und lässt die Lösung 10 min stehen.