

DIN EN 10355

ICS 77.040.30

Einsprüche bis 2012-01-28

Entwurf

**Chemische Analyse von Eisenwerkstoffen –
Analyse von unlegierten und niedrig legierten Stählen mittels optischer
Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma –
Bestimmung von Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo und Sn [Routineverfahren];
Deutsche Fassung prEN 10355:2011**

Chemical analysis of ferrous materials –

Inductively coupled plasma optical emission spectrometric analysis of unalloyed and low alloyed steels –

Determination of Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo and Sn [Routine method];

German version prEN 10355:2011

Analyse chimique des matériaux sidérurgiques –

Analyse des aciers non alliés et faiblement alliés par spectrométrie d'émission optique avec source à plasma induit –

Détermination de Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo et Sn (soluble) [Méthode de routine];

Version allemande prEN 10355:2011

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2011-11-07 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an fes@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Eisen und Stahl (FES) im DIN, 40042 Düsseldorf, Postfach 10 51 45 (Hausanschrift: 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 42 Seiten

Normenausschuss Eisen und Stahl (FES) im DIN

Nationales Vorwort

Der europäische Norm-Entwurf prEN 10355 wurde vom Technischen Komitee ECISS/TC 20 „Chemische Analyse von Eisenwerkstoffen“ (Sekretariat: Schweden) des Europäischen Komitees für die Eisen- und Stahlnormung (ECISS) ausgearbeitet.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss 30 „Analyseverfahren“ des Normenausschusses Eisen und Stahl (FES).

Eine entsprechende DIN-Norm gab es bisher nicht.

Chemische Analyse von Eisenwerkstoffen — Analyse von unlegierten und niedrig legierten Stählen mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma — Bestimmung von Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo und Sn [Routineverfahren]

Analyse chimique des matériaux sidérurgiques — Analyse des aciers non alliés et faiblement alliés par spectrométrie d'émission optique avec source à plasma induit — Détermination de Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo et Sn [Méthode de routine]

Chemical analysis of ferrous materials — Inductively coupled plasma optical emission spectrometric analysis of unalloyed and low alloyed steels — Determination of Si, Mn, P, Cu, Ni, Cr, Mo and Sn [Routine method]

ICS: 77.040.30

Deskriptoren

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

STD Version 2.4c

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Reagenzien	5
5 Geräte	7
5.1 Mikrowellensystem	7
5.2 Gravimetrischer oder volumetrischer Spender	7
5.3 Optisches Emissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma	7
6 Probenahme	8
7 Herstellung von Probelösungen	8
7.1 Prüfmenge	8
7.2 Herstellung der Probenlösung	8
8 Kalibrierverfahren	10
8.1 Schritte	10
8.2 Herstellung von Kalibrierlösungen für Mehrelementbestimmungen	10
8.3 Nachkalibrierung	11
9 Bestimmung	12
9.1 Überblick	12
9.2 Einstellung des Spektrometers	12
9.3 Spektrometrische Messungen der Kalibrierlösungen	13
9.4 Analyse	14
10 Angabe der Ergebnisse	15
11 Präzision	15
12 Prüfbericht	18
Anhang A (informativ) Optisches Emissionsspektrometer — Vorschläge für die zu überprüfenden Leistungskriterien	19
A.1 Praktische Auflösung des Sequenz-Spektrometers	19
A.2 Kurz- und Langzeitstabilität	19
A.3 Ermittlung der äquivalenten Untergrundkonzentration	20
A.4 Ermittlung der Nachweisgrenze	21
A.4.1 Einführung	21
A.4.2 1. Verfahren	22
A.4.3 2. Verfahren	22
Anhang B (normativ) Überblick über die in Abschnitt 9 beschriebenen Arbeitsschritte	23
Anhang C (informativ) Für die Präzisionsprüfung verwendete Untersuchungsproben	24
Anhang D (informativ) Detaillierte Ergebnisse der Präzisionsprüfung	25
Anhang E (informativ) Graphische Darstellung der Präzisionsdaten	33
Literaturhinweise	40

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 10355:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 102 „Chemische Analyse von Eisen und Stahl“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-Emissionsspektrometrie) fest, das routinemäßig zur Analyse unlegierter und niedrig legierter Stähle anzuwenden ist, die einen Eisengehalt von mindestens 95 % haben.

Das Verfahren ist auf die in Tabelle 1 aufgeführten Elemente innerhalb der angegebenen Bereiche anwendbar.

Die beschriebene Herstellung von Proben kann Proben, die sich aus einem hohen Chrom- und erheblichem Kohlenstoffgehalt zusammensetzen, nicht vollständig lösen. Diese unvollständige Lösung kann außerdem die Bestimmung von Mangan sowie Molybdän in diesen Proben beeinflussen. Aus diesem Grund ist der Anwendungsbereich des Verfahrens auf einen Chromgehalt von $\leq 0,9$ % beschränkt.

Tabelle 1 — Anwendungsbereiche

Element	Massenanteil in %	
	min.	max.
Si	0,020	0,45
Mn	0,005	1,40
P	0,005	0,10
Cu	0,005	0,60
Ni	0,010	2,00
Cr	0,010	0,90
Mo	0,005	0,60
Sn	0,010	0,10

ANMERKUNG Für Zinn siehe Abschnitt 11, Anmerkung 2.

Alle angegebenen Bereiche können erweitert oder (nach einer Validierung) so angepasst werden, dass auch andere Massenanteile zu bestimmen sind, sofern die zu analysierenden Proben einen Eisenanteil von mehr als 95 % haben.

Das Verfahren darf auch dann angewendet, wenn weitere Elemente enthalten sind. Diese Elemente und ihre Massenanteile sollten jedoch unter Berücksichtigung möglicher Störungen, der Empfindlichkeit, der Auflösung und der Linearitätskriterien für jedes ICP-Emissionsspektrometer und für jede Wellenlänge sorgfältig überprüft werden.

Entsprechend der Empfindlichkeit des jeweiligen ICP-Emissionsspektrometers kann es notwendig sein, geeignete Verdünnungen der Kalibrier- und der Untersuchungsprobenlösungen anzuwenden.

Obwohl das beschriebene Verfahren zur „Mehrelementbestimmung“ angewendet wird, müssen nicht unbedingt alle im Anwendungsbereich angegebenen Elemente gleichzeitig bestimmt werden; die Messbedingungen sind in jedem Prüflaboratorium in Abhängigkeit von den Leistungsparametern der verfügbaren Prüfgeräte zu optimieren.

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).

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

ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben*

3 Kurzbeschreibung

Eine Prüfmenge ist in einem Gemisch aus Salpetersäure und Schwefelsäure zu lösen. Eine Ammoniumperoxodisulfat-Lösung ist zuzusetzen und zu erhitzen. Nach dem Abkühlen erfolgt die Zugabe einer Wasserstoffperoxid-Lösung.

Nach geeigneter Verdünnung und bei Bedarf erfolgt die Zugabe eines internen Referenzelements, das Zerstäuben der Lösung in der Plasmafackel eines Emissionsspektrometers und das Messen der Intensität des emittierten Lichts eines jeden Elementes (einschließlich des möglicherweise angewendeten internen Referenzelements).

4 Reagenzien

Zur Analyse sind nur Reagenzien in anerkannter Analysenreinheit sowie nur destilliertes Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit zu verwenden.

Zur Herstellung der Kalibrierlösungen und der Probenlösungen sollten die gleichen Reagenzien verwendet werden.

4.1 Salzsäure, HCl ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml)

4.2 Salzsäurelösung verdünnt, 1 + 1

Zu 500 ml Wasser sind 500 ml Salzsäure (4.1) hinzuzufügen.

4.3 Salpetersäure, HNO₃ ($\rho_{20} = 1,33$ g/ml)

4.4 Salpetersäurelösung, verdünnt 1 + 1

Zu 500 ml Wasser sind 500 ml Salpetersäure (4.3) hinzuzufügen.

4.5 Schwefelsäure, H₂SO₄ ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml)

4.6 Wasserstoffperoxid, H₂O₂ 30 %-Lösung (Masseanteil)

4.7 Wasserstoffperoxid, H₂O₂ 3 %-Lösung (Masseanteil)

50 ml Wasserstoffperoxid (4.6) sind mit 500 ml Wasser zu verdünnen.

4.8 Gemisch aus Salpetersäure und Schwefelsäure

50 ml Salpetersäure (4.3) und 50 ml Schwefelsäure sind mit 500 ml Wasser zu mischen. Nach dem Abkühlen ist die Lösung bis auf 1 000 ml mit Wasser aufzufüllen und zu mischen.

4.9 Ammoniumperoxodisulfat, Lösung, 2 % (m/V)

10 g Ammoniumperoxodisulfat sind in 500 ml Wasser zu lösen.

4.10 Chrom, Standardlösung, 1 g/l

(0,5 ± 0,001) g reines Chrom (Reinheit 99,99 %) sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. 40 ml Salzsäure (4.1) sind hinzuzufügen und vorsichtig zu erhitzen, bis das Chrom vollständig gelöst ist. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Cr.

4.11 Kupfer, Standardlösung, 1 g/l

(0,5 ± 0,001) g reines Kupfer (Reinheit 99,99 %) sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. Das Kupfer ist in 10 ml Salpetersäurelösung (4.4) zu lösen. Die Lösung ist vorsichtig zu erhitzen, bis das Metall gelöst ist, dann ist die Lösung sieden zu lassen, bis Stickoxiddämpfe ausgetrieben wurden. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Cu.

4.12 Mangan, Standardlösung, 1 g/l

Um das zur Herstellung der Standardlösung benutzte Mangan von möglichen Oxiden zu reinigen, werden einige Gramm des Metalls in ein 250-ml-Becherglas eingebracht, das 150 ml bis 160 ml Wasser und 15 ml bis 20 ml Schwefelsäure (4.5) enthält. Die Lösung ist zu schütteln, nach einigen Sekunden absetzen zu lassen, und dann ist Wasser hinzuzufügen. Diese Reinigung mit Wasser ist mehrere Male zu wiederholen. Das metallische Mangan ist zu entnehmen und mit Aceton zu spülen. Anschließend ist das Mangan mit einem Haartrockner oder in einem Wärmeschrank 2 Minuten bei 100 °C zu trocknen. Die Abkühlung erfolgt in einem Exsikkator.

(0,5 ± 0,001) g des gereinigten Mangans sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. Das Mangan ist in 5 ml Salzsäure (4.1) und 10 ml Salpetersäurelösung (4.4) zu lösen. Die Lösung ist vorsichtig zu erhitzen, bis das Metall gelöst ist. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Mn.

4.13 Molybdän, Standardlösung, 1 g/l

(0,5 ± 0,001) g reines Molybdän (Reinheit 99,99 %) sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. Das Molybdän ist in 10 ml Salzsäure (4.1) und 10 ml Salpetersäure (4.3) zu lösen. Die Lösung ist vorsichtig zu erhitzen, bis das Metall gelöst ist. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Mo.

4.14 Nickel, Standardlösung, 1 g/l

(0,5 ± 0,001) g reines Nickel (Reinheit 99,99 %) sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. Das Nickel ist in 10 ml Salpetersäurelösung (4.4) zu lösen. Die Lösung ist vorsichtig zu erhitzen, bis das Metall gelöst ist, dann ist sie sieden zu lassen, bis Stickoxiddämpfe ausgetrieben wurden. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Ni.

4.15 Phosphor, Standardlösung, 1 g/l

(2,197 ± 0,001) g getrocknetes Kaliumdihydrogenphosphat sind zu wägen, in ein 250-ml-Becherglas zu überführen und in Wasser zu lösen. Die Lösung ist quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg P.

4.16 Silizium, Standardlösung, 1 g/l

3,171 g getrockneten Ammoniumhexafluoridsilikats [(NH₄)₂SiF₆] sind unter Verwendung eines geeigneten Becherglases aus Kunststoff in heißem Wasser (~ 80 °C) zu lösen.

Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben aus Polyethylen zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Si.

4.17 Zinn, Standardlösung, 1 g/l (frisch angesetzt)

(0,5 ± 0,001) g reines Zinn (Reinheit 99,99 %) sind zu wägen und in ein 250-ml-Becherglas zu überführen. Das Zinn ist in 50 ml Salzsäure (4.1) zu lösen. Die Lösung ist vorsichtig zu erhitzen, bis das Metall gelöst ist. Nach dem Abkühlen ist die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Sn.

ANMERKUNG Anstelle der Standardlösungen, deren Herstellung in den Absätzen 4.10 bis 4.17 beschrieben wird, können im Handel erhältliche Standardlösungen angewendet werden, vorausgesetzt, sie werden von einem anerkannten Hersteller bezogen und ihre Rückverfolgbarkeit ist vollständig dokumentiert.

4.18 Interne Referenzelement-Lösung, 1 g/l

Es ist ein geeignetes Element auszuwählen, das als internes Referenzelement zuzugeben ist; für dieses Element ist eine Lösung mit 1 g/l herzustellen.

ANMERKUNG Elemente wie z. B. Sc und Y werden oft zur Validierung angewendet.

4.19 Reines Eisen

Die Reinheit des ausgewählten Eisens muss mindestens zehnmal besser sein als die unteren Grenzwerte, die im Anwendungsbereich für die nach dem Verfahren zu bestimmenden Elemente angegeben werden.

5 Geräte

Alle Volumenmessgeräte aus Glas müssen Klasse A entsprechen und nach ISO 648 oder ISO 1042 kalibriert sein.

5.1 Mikrowellensystem

5.2 Gravimetrischer oder volumetrischer Spender

5.3 Optisches Emissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma

Das Spektrometer muss mit einer Sprüheinrichtung ausgestattet sein. Das verwendete Gerät ist dann zufriedenstellend, wenn nach dem Optimieren der Bedingungen entsprechend der Anleitung des Herstellers die in Anhang A angegebenen Leistungskriterien erfüllt sind..

6 Probenahme

Die Probenahme ist nach EN ISO 14284 oder nach einer für Stahl geeigneten nationalen Norm durchzuführen.

7 Herstellung von Probelösungen

Das Verfahren ist vorzugsweise bei automatischen Systemen anzuwenden, die mit offenen Mikrowellensystemen (5.1) und gravimetrischen Sprüheinrichtungen (5.2) ausgestattet sind.

ANMERKUNG Dieses Verfahren wurde schon bei geschlossenen Mikrowellensystemen geprüft, nachdem eine entsprechende Optimierung der maßgeblichen Betriebsbedingungen (Temperaturen und Zeiten) vorgenommen wurde.

Das Verfahren kann außerdem in der klassischen Vorgehensweise mit Heizelementen und manuellen Ergänzungen ausgeführt werden.

7.1 Prüfmenge

250 g der Analysenprobe ist auf 0,001 g zu wägen.

7.2 Herstellung der Probelösung

7.2.1 Automatisches System

Die Prüfmenge (7.1) ist in ein PTFE-Rohr zu überführen.

10 g des Gemischs aus Salpeter- und Schwefelsäure (4.8) sind hinzuzufügen, mit einer geeigneten Abdeckung abzudecken¹⁾ und für etwa 7 min durch das Mikrowellensystem bei einer Temperatur von etwa 120 °C zu erhitzen und im Anschluss für 10 min abkühlen zu lassen.

5 g der Ammoniumperoxodisulfat-Lösung (4.9) sind hinzuzufügen, abzudecken und für etwa 3 min durch das Mikrowellensystem bei einer Temperatur von etwa 120 °C zu erhitzen und im Anschluss für 10 min abkühlen zu lassen.

5 g der Wasserstoffperoxid-Lösung (4.7) sind hinzuzufügen und gut zu mischen. 10 min abkühlen lassen.

ANMERKUNG 1 Um die Gasentwicklung vor der Analyse auslaufen zu lassen, darf die Kühlzeit verlängert werden.

ANMERKUNG 2 Zur Vermeidung der Hydrolyse des Siliziums und des Zinns kann es zweckmäßig sein, 2 g HCl zugeben.

Wird ein internes Referenzelement verwendet, ist eine geeignete Menge der internen Referenzlösung (4.18) zuzugeben, die Probelösung auf 50 g, gewogen aufs Milligramm, zu verdünnen und gut zu mischen.

ANMERKUNG 3 Falls notwendig, ist die Lösung durch feinporiges Filterpapier zu filtern. Der erste Teil des Filtrats darf nicht verwendet werden.

ANMERKUNG 4 Es wird empfohlen, diese Maßnahmen an frisch zubereiteten Lösungen durchzuführen, um eine Hydrolyse des Siliziums zu vermeiden.

1) Das Abdeckungsmaterial muss entweder aus PTFE oder einem anderen, für die Mikrowelle geeigneten, transparenten Material bestehen, das wegen einer mögliche Verunreinigung der Probelösung perfekt gereinigt ist. Schraubabdeckungen sind bei Systemen mit offenen Einheiten zu vermeiden.

7.2.2 Manuelles Verfahren

Die Prüfmenge (7.1) ist in einen 100-ml-Erlenmeyerkolben aus gewöhnlichem oder quarzhaltigem Glas zu überführen (oder in ein 100-ml-PTFE-Becherglas).

ANMERKUNG 1 Es konnte nachgewiesen werden, dass ein perfekt gereinigter, aus gewöhnlichem oder quarzhaltigem Glas bestehender Erlenmeyerkolben zur Herstellung der Probe geeignet ist, obgleich er Silizium enthält.

ANMERKUNG 2 Andere Kunststoffmaterialien dürfen verwendet werden, wenn sie hitzebeständig und wegen einer möglichen Verunreinigung der Probelösung perfekt gereinigt sind.

10 ml des Gemischs aus Salpeter- und Schwefelsäure (4.8) sind hinzuzufügen. Wenn Bechergläser genutzt werden, ist ein PTFE-Uhrglas²⁾ als Abdeckung zu nutzen; das Ganze ist zu erhitzen, bis es leicht siedet³⁾. Das Sieden ist für 7 bis 10 min aufrecht zu halten und im Anschluss für 10 min abkühlen zu lassen.

5 ml der Ammoniumperoxodisulfat-Lösung (4.9) sind hinzuzufügen, abzudecken und zu erhitzen, bis es leicht siedet. Das Sieden ist für 3 bis 5 min aufrecht zu halten und im Anschluss für 10 min abkühlen zu lassen.

5 ml der Wasserstoffperoxid-Lösung (4.7) sind hinzuzufügen und gut zu mischen. 10 min abkühlen lassen.

ANMERKUNG 3 Um die Gasentwicklung vor der Analyse auslaufen zu lassen, darf die Kühlzeit verlängert werden.

Die Lösung ist in einen 50-ml-Messkolben zu überführen und im Anschluss ist, falls ein internes Referenzelement verwendet wird, mittels einer kalibrierten Pipette eine ausreichende Menge der internen Referenzelement-Lösung (4.18) hinzuzugeben.

ANMERKUNG 4 Zur Vermeidung der Hydrolyse des Siliziums und des Zinns kann es zweckmäßig sein, 2 ml HCl (4.1) zuzugeben.

Die Lösung ist bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

ANMERKUNG 5 Falls notwendig, ist die Lösung durch feinporiges Filterpapier zu filtern. Der erste Teil des Filtrats darf nicht verwendet werden.

ANMERKUNG 6 Es wird empfohlen, diese Maßnahmen an frisch zubereiteten Lösungen durchzuführen, um eine Hydrolyse des Siliziums zu vermeiden.

2) Abdeckungen können auch aus anderen Materialien bestehen, wenn diese wegen einer möglichen Verunreinigung der Probelösung perfekt gereinigt sind.

3) Die Temperatur der Heizelemente ist so anzupassen, dass ein leichtes Sieden der Probelösung möglich ist.

8 Kalibrierverfahren

8.1 Schritte

Beim Kalibrierverfahren ist zwischen einer Kalibrierung und einer Nachkalibrierung zur Driftkompensierung zu unterscheiden.

8.2 Herstellung von Kalibrierlösungen für Mehrelementbestimmungen

2,500 g reines Eisen (4.19) sind zu wägen, in ein 500-ml-Becherglas einzubringen sowie 100 ml des Gemischs aus Salpetersäure und Schwefelsäure hinzuzufügen. Das Ganze ist über eine Dauer von 7 min bei ungefähr 120 °C zu erhitzen.

50 ml der Ammoniumperoxodisulfat-Lösung (4.2) sind hinzuzugeben, abzudecken und für 3 min bei ungefähr 120 °C zu erhitzen. Erhitzen, bis es leicht siedet und im Anschluss 10 min abkühlen lassen.

50 ml der Wasserstoffperoxidlösung (4.7) sind hinzuzufügen und gut zu mischen. Das Ganze ist in einen 250-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu mischen.

Jeweils 50 ml der eisenhaltigen Lösung sind in vier 100-ml-Messkolben einzubringen sowie mittels kalibrierter Pipetten die Mengen (Volumina) der Standardlösungen für die einzelnen Elemente (4.10 bis 4.17) oder der im Handel erhältlichen, in Tabelle 2 aufgeführten Standardlösungen hinzuzufügen.

Falls ein internes Referenzelement angewendet wird, ist mit einer kalibrierten Pipette ein geeignetes Volumen des internen Referenzelementes (4.18) hinzuzufügen: dieses Volumen muss zweimal so groß sein wie dasjenige, das der Probenlösung (7.2) hinzugefügt wurde.

ANMERKUNG 1 Zur Vermeidung der Hydrolyse des Siliziums und des Zinns kann es zweckmäßig sein, 2 ml HCl (4.1) zuzugeben.

Die Lösung ist bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und zu mischen.

ANMERKUNG 2 Es wird empfohlen, die Maßnahmen der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma an frisch zubereiteten Lösungen durchzuführen, um eine Hydrolyse des Siliziums zu vermeiden.

In einen fünften 100-ml-Messkolben sind weitere 50 ml der vorstehenden 5-g/l-Eisenlösung einzubringen. Die Lösung ist bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und zu mischen.

Diese Lösung ist zur Überprüfung dafür zu nutzen, ob der niedrigste Gehalt jedes Elementes hoch genug ist, um als „verschieden vom Nullpunkt“ wahrgenommen zu werden.

Es sollte sehr sorgfältig darauf geachtet werden, dass die Menge der Säuren in den Kalibrierlösungen (besonders bei Anwendung von im Handel verfügbaren Standardlösungen), in den Probenlösungen und in den Lösungen der CRMs (zertifizierten Referenzmaterialien), die zur Überprüfung der Richtigkeit der Kalibrierung angesetzt werden, etwa gleich bleibt.

Die ermittelten Kalibrierkurven können in einem Computer gespeichert werden, der mit dem ICP-Emissionsspektrometers verbunden ist.

ANMERKUNG 3 Die Richtigkeit dieser Kalibrierfunktionen sollte überprüft werden, indem mindestens zwei geeignete CRM- oder IRM-Probenlösungen gemessen werden (unmittelbar oberhalb des unteren und unmittelbar unterhalb des oberen Wertes für jeden Kalibrierbereich).

Tabelle 2 — Zusammensetzung von Kalibrierlösungen für Mehrelementbestimmungen

Element	Etikettierung			
	F1	F2	F3	F4
Si (4.16)	0,1 mg [0,02 %] ^a	0,25 mg [0,05 %] ^b	2,25 mg [0,45 %] ^c	0,5 mg [0,1 %] ^d
Mn (4.12)	7 mg [1,4 %] 7 ml	1 mg [0,2 %] 1 ml	0,025 mg [0,005 %] ^e	0,1 mg [0,02 %] ^f
P (4.15)	0,025 mg [0,005 %] ^g	0,05 mg [0,01 %] ^h	0,25 mg [0,05 %] ⁱ	0,5 mg [0,1 %] ^j
Cu (4.11)	0,25 mg [0,05 %] ^k	3,0 mg [0,6 %] 3 ml	0,025 mg [0,005 %] ^l	0,5 mg [0,1 %] ^m
Ni (4.14)	10 mg [2,0 %] 10 ml	2,5 mg [0,5 %] 2,5 ml	0,05 mg [0,01 %] ⁿ	0,25 mg [0,05 %] ^o
Cr (4.10)	0,05 mg [0,01 %] ^p	0,25 mg [0,05 %] ^q	4,5 mg [0,9 %] 4,5 ml	2,5 mg [0,5 %] 2,5 ml
Mo (4.13)	0,05 mg [0,01 %] ^r	0,25 mg [0,05 %] ^s	3 mg [0,6 %] 3 ml	0,5 mg [0,1 %] ^t
Sn (4.17)	0,5 mg [0,1 %] ^u	0,05 mg [0,01 %] ^v	0,25 mg [0,05 %] ^w	0,1 mg [0,02 %] ^x
^a 1,0 ml einer 0,1 g/l Silizium-Standardlösung ^b 2,5 ml einer 0,1 g/l Silizium-Standardlösung ^c 22,5 ml einer 0,1 g/l Silizium-Standardlösung ^d 5,0 ml einer 0,1 g/l Silizium-Standardlösung ^e 2,5 ml einer 0,01 g/l Mangan-Standardlösung ^f 10,0 ml einer 0,01 g/l Mangan-Standardlösung ^g 2,5 ml einer 0,01 g/l Phosphor-Standardlösung ^h 5,0 ml einer 0,01 g/l Phosphor-Standardlösung ⁱ 2,5 ml einer 0,1 g/l Phosphor-Standardlösung ^j 5,0 ml einer 0,1 g/l Phosphor-Standardlösung ^k 2,5 ml einer 0,1 g/l Kupfer-Standardlösung ^l 2,5 ml einer 0,01 g/l Kupfer-Standardlösung		^m 5,0 ml einer 0,1 g/l Kupfer-Standardlösung ⁿ 5,0 ml einer 0,01 g/l Nickel-Standardlösung ^o 2,5 ml einer 0,1 g/l Nickel-Standardlösung ^p 2,5 ml einer 0,01 g/l Chrom-Standardlösung ^q 2,5 ml einer 0,1 g/l Chrom-Standardlösung ^r 5,0 ml einer 0,01 g/l Molybdän-Standardlösung ^s 2,5 ml einer 0,1 g/l Molybdän-Standardlösung ^t 5,0 ml einer 0,1 g/l Molybdän-Standardlösung ^u 5,0 ml einer 0,1 g/l Zinn-Standardlösung ^v 5,0 ml einer 0,01 g/l Zinn-Standardlösung ^w 2,5 ml einer 0,1 g/l Zinn-Standardlösung ^x 10,0 ml einer 0,01 g/l Zinn-Standardlösung		

8.3 Nachkalibrierung

Abweichungen (Driften) der Spektrometer-Messwerte müssen mittels Nachkalibrierung nach der Beschreibung in der Anleitung des Herstellers korrigiert werden.

Zu diesem Zweck dürfen die zur Mehrelementbestimmung (8.2) zusammengestellten Kalibrierlösungen oder geeignete Lösungen zertifizierter Referenzmaterialien (CRM) oder interner Referenzmaterialien (IRM) angewendet werden.

Vor Beginn der Messungen an einer Reihe unbekannter Proben wird die Nachkalibrierung der Geräteeinstellung dringend empfohlen.