

DIN EN 14242



ICS 77.040.30; 77.120.10

EntwurfEinsprüche bis 2022-02-10
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 14242:2004-12

**Aluminium und Aluminiumlegierungen –
Chemische Analyse –
Optische Emissionspektralanalyse mit induktiv gekoppelter
Plasmaanregung;
Deutsche und Englische Fassung prEN 14242:2022**

Aluminium and aluminium alloys –
Chemical analysis –
Inductively coupled plasma optical emission spectral analysis;
German and English version prEN 14242:2022

Aluminium et alliages d'aluminium –
Analyse chimique –
Analyse par spectrométrie d'émission optique en plasma induit;
Version allemande et anglaise prEN 14242:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-12-10 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 fnne@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 Nichteisenmetalle (FNNE), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

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 46 Seiten

DIN-Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14242:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 132 „Aluminium und Aluminiumlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 066-02-06 AA „Analysenverfahren für NE-Metalle“ im DIN-Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE).

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.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Gegenüber DIN EN 14242:2004-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Änderung des Anwendungsbereichs;
- b) neuer Unterabschnitt 5.15.6;
- c) Norm redaktionell überarbeitet.

<i>Titel de:</i>	Aluminium und Aluminiumlegierungen — Chemische Analyse — Optische Emissionspektralanalyse mit induktiv gekoppelter Plasmaanregung
<i>Titel en:</i>	Aluminium and aluminium alloys — Chemical analysis — Inductively coupled plasma optical emission spectral analysis
<i>Titel fr:</i>	Aluminium et alliages d'aluminium — Analyse chimique — Analyse par spectrométrie d'émission optique en plasma induit

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien	5
6 Prüfeinrichtung	11
7 Probenahme	12
7.1 Allgemein	12
7.2 Analysenprobe	12
8 Durchführung	12
8.1 Einwaage	12
8.2 Löseverfahren I mit Natriumhydroxidlösung	12
8.3 Löseverfahren II mit Salpetersäure und Flusssäure	13
8.4 Löseverfahren III mit einer Mischung aus Salzsäure und Salpetersäure	13
8.5 Löseverfahren IV mit Salzsäure	14
8.6 Kalibrierlösungen und Driftkorrekturlösung	14
8.6.1 Allgemein	14
8.6.2 Herstellung der Kalibrierlösungen	14
8.7 Messungen	15
8.7.1 Anpassung der Prüfeinrichtung	15
8.7.2 Messen der Kalibrierlösungen	15
8.7.3 Messen der Prüflösungen	15
8.8 Kalibrierkurven	16
9 Korrektur der Kurzzeitschwankungen und Drift	16
9.1 Allgemein	16
9.2 Kurzzeitschwankungen	16
9.3 Drift	16
10 Ermitteln von Störungen	16
11 Angabe der Ergebnisse	17
11.1 Korrektur	17
11.2 Ergebnis	17
12 Prüfbericht	17
Anhang A (informativ) Wellenlängen für die Analyse	18
Anhang B (informativ) Optisches Plasma-Emissionsspektrometer — Vorgeschlagene zu prüfende Leistungskriterien	20
B.1 Kurz- und Langzeitstabilität	20
B.2 Evaluierung der Untergrundäquivalentkonzentration	20
B.3 Evaluierung der Nachweisgrenze	21
B.4 Linearität der Kalibrierkurven	21
Literaturhinweise	22

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14242:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 132 „Aluminium und Aluminiumlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 14242:2004 ersetzen.

Gegenüber der vorherigen Ausgabe wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

- Änderung des Anwendungsbereichs;
- neuer Unterabschnitt 5.15.6;
- diverse redaktionelle Änderungen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren für die optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES, en: inductively coupled plasma optical emission spectrometric method) zur Analyse von Aluminium und Aluminiumlegierungen fest.

Dieses Verfahren ist für die Bestimmung von Silicium, Eisen, Kupfer, Mangan, Magnesium, Chrom, Nickel, Zink, Titan, Gallium, Vanadium, Beryllium, Bismut, Calcium, Cadmium, Cobalt, Lithium, Natrium, Blei, Antimon, Zinn, Strontium und Zirkonium in Aluminium und Aluminiumlegierungen anwendbar.

Der Gehalt der zu bestimmenden Elemente sollte mindestens 10-mal höher sein als die Nachweisgrenze des Verfahrens.

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 12258-2:2001, *Aluminium und Aluminiumlegierungen — Begriffe — Teil 2: Chemische Analyse*

EN 14361, *Aluminium und Aluminiumlegierungen — Chemische Analyse — Probenahme von Metallschmelzen*

EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten (ISO 648)*

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

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 12258-2:2001.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

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

4 Kurzbeschreibung

Eine Einwaage wird gelöst mit:

- einer Natriumhydroxidlösung und anschließend mit einer Mischung von Salpetersäure und Salzsäure umgesetzt; oder
- Salpetersäure und Flusssäure; oder
- einer Mischung von Salzsäure und Salpetersäure; oder
- Salzsäure und Wasserstoffperoxid,

je nach Legierungstyp und dem Element, das bestimmt werden soll.

Nach geeigneter Verdünnung und gegebenenfalls Zugabe eines internen Referenzelements wird die Lösung in ein Emissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma zerstäubt und die Intensität des emittierten Lichts (gegebenenfalls auch die des internen Referenzelements) gemessen.

Die Emissionssignale auf den ausgewählten Analysenlinien (siehe Anhang A) werden mit denen der Kalibrierlösungen verglichen.

ANMERKUNG 1 Die Anwendungsbereiche und die Präzision des Verfahrens oder alle abweichenden Schritte werden vom Laboratorium validiert. Ungefähre Anwendungsbereiche sind in Anhang A angegeben.

ANMERKUNG 2 Alle Geräte einschließlich Software, die in den Laboratorien verwendet werden, sind unterschiedlich und unterliegen Veränderungen. Deshalb sind für die Kalibrierung und die Messung nur allgemeine Kriterien festgelegt.

5 Reagenzien

Während der Analyse sind, sofern keine anderslautenden Festlegungen bestehen, nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und Wasser des Reinheitsgrades 2 nach EN ISO 3696 zu verwenden.

Für die Herstellung von Kalibrierlösungen und Probenlösungen sollten die gleichen Reagenzien verwendet werden.

5.1 Aluminium, Reinheit $\geq 99,999$ % Massenanteil.

5.2 Natriumcarbonat (Na_2CO_3)

5.3 Kaliumcarbonat (K_2CO_3)

5.4 Natriumnitrit (NaNO_2)

5.5 Kaliumdisulfat ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$)

5.6 Salpetersäure, $\rho \approx 1,40$ g/ml.

5.7 Salpetersäurelösung, 1 + 1

400 ml Wasser vorlegen, vorsichtig 500 ml Salpetersäure (5.6) zugeben, abkühlen lassen, mit Wasser auf 1 l verdünnen und mischen.

5.8 Salpetersäurelösung, 4 mol/l

50 ml Wasser vorlegen, vorsichtig 27,7 ml Salpetersäure (5.6) zugeben, abkühlen lassen, mit Wasser auf 100 ml verdünnen und mischen.

5.9 Salzsäure, $\rho \approx 1,19$ g/ml

5.10 Salzsäurelösung, 1 + 1

400 ml Wasser vorlegen, vorsichtig 500 ml Salzsäure (5.9) zugeben, abkühlen lassen, mit Wasser auf 1 l verdünnen und mischen.

5.11 Flusssäure, $\rho \approx 1,14$ g/ml.

5.12 Schwefelsäure, $\rho \approx 1,84$ g/ml.

5.13 Wasserstoffperoxid, 30%ige (Massenanteil) Lösung.

5.14 Natriumhydroxidlösung, 400 g/l

400,0 g Natriumhydroxid (NaOH) in einen Kunststoffbecher mit Deckel überführen und vorsichtig 500 ml Wasser zugeben. Die Lösung in einen 1 000-ml-Messkolben aus Kunststoff überführen.

Bis zur Markierung mit Wasser verdünnen und mischen.

5.15 Standardlösungen

Die Standardlösungen müssen auf die internationalen SI-Einheiten für Masse und Substanzmenge, d. h. Kilogramm (kg) und Mol (mol) zurückgeführt werden können. Sie sollten aus reinen Metallen oder stöchiometrischen Verbindungen hergestellt werden.

Für die Bestimmung von Elementen, die unlösliche Verbindungen mit Sulfationen bilden, dürfen keine Standardlösungen mit Sulfationen verwendet werden.

Standardlösungen und Kalibrierlösungen mit Elementkonzentrationen von ≤ 50 mg/l können instabil sein und müssen kurz vor der Verwendung hergestellt werden.

ANMERKUNG 1 Kalibrierlösungen können durch Gewichtsmessung direkt aus Standardlösungen hergestellt werden (siehe 8.6).

ANMERKUNG 2 Für Routineanalysen können auch kommerzielle Standardlösungen mit angegebener Rückverfolgbarkeit verwendet werden.

5.15.1 Antimon-Standardlösung, 200 mg/l

0,100 g Antimon (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 250-ml-Becher mit Deckel überführen. 50 ml Salzsäure (5.9) und 2 ml Salpetersäure (5.6) zugeben und bis zur vollständigen Lösung erwärmen. Abkühlen lassen. Vorsichtig 50 ml Wasser und 50 ml Salzsäure (5.9) zugeben und die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 200 μ g Antimon.

5.15.2 Beryllium-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Beryllium (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 20 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Beryllium.

5.15.3 Bismut-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Bismut (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 18 ml Salzsäure (5.9), 6 ml Salpetersäure (5.6) und 10 ml Wasser zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen. 160 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Bismut.

5.15.4 Cadmium-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Cadmium (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 10 ml Wasser und 30 ml Salpetersäure (5.6) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Cadmium.

5.15.5 Calcium-Standardlösung, 1 g/l

2,4973 g Calciumcarbonat (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil), das zuvor bei 200 °C bis zur Massenkonzanz getrocknet wurde, in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. In 40 ml Salzsäurelösung (5.10) lösen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Calcium.

5.15.6 Chrom-Standardlösung, 1 g/l

5.15.6.1 Herstellung mit Chrommetall

0,5 g Chrom (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 250-ml-Becher mit Deckel überführen. 40 ml Wasser und 20 ml Salzsäure (5.9) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Chrom.

5.15.6.2 Herstellung mit Kaliumdichromat

2,828 9 g Kaliumdichromat ($K_2Cr_2O_7$), das zuvor bei 130 °C bis zur Massenkonzanz getrocknet wurde, in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 40 ml Wasser, 20 ml Salzsäurelösung (5.10) und tropfenweise 20 ml Wasserstoffperoxid (5.13) zugeben. Leicht erwärmen, ohne zu kochen, um das überschüssige Wasserstoffperoxid zu verdampfen. Abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Chrom.

5.15.7 Cobalt-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Cobalt (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 10 ml Wasser, 18 ml Salzsäure (5.9) und 6 ml Salpetersäure (5.6) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Cobalt.

5.15.8 Kupfer-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Kupfer (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 40 ml Salzsäurelösung (5.10) und schrittweise unter Rühren 5 ml Wasserstoffperoxid (5.13) zugeben. Erwärmen, bis die Lösung kocht, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Kupfer.

5.15.9 Gallium-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Gallium (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 10 ml Wasser und 30 ml Salpetersäure (5.6) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Gallium.

5.15.10 Eisen-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Eisen (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 40 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Eisen.

5.15.11 Blei-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Blei (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 250-ml-Becher mit Deckel überführen. 10 ml Wasser und 10 ml Salpetersäurelösung (5.7) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, anschließend kochen, bis die Stickstoffdämpfe ausgestoßen wurden. Abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Blei.

5.15.12 Lithium-Standardlösung, 1 g/l

5,3240 g Lithiumcarbonat (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil), das zuvor bei 200 °C bis zur Massenkonstanz getrocknet wurde, in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. In 40 ml Salzsäurelösung (5.10) lösen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Lithium.

5.15.13 Magnesium-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Magnesium (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. In kleinen Portionen 40 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Magnesium.

5.15.14 Mangan-Standardlösung, 1 g/l

Das zur Herstellung der Lösung verwendete Mangan (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) wird von einem eventuell vorhandenen Oberflächenoxid befreit, indem einige Gramm Metall in einen 250-ml-Becher mit 150 ml bis 160 ml Wasser und 15 ml bis 20 ml Schwefelsäure (5.12) zugegeben werden. Schütteln und nach einigen Sekunden die Lösung absetzen lassen und Wasser zugeben. Die Reinigung mit Wasser mehrere Male wiederholen. Das metallische Mangan entnehmen und mit Aceton spülen. Das Metall in einem Ofen bei 100 °C für 2 Minuten oder mit einem Haartrockner trocknen. In einem Exsikkator kühlen.

1,000 g Mangan, wie oben beschrieben gereinigt, in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 40 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Mangan.

5.15.15 Nickel-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Nickel (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 40 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Nickel.

5.15.16 Natrium-Standardlösung, 1 g/l

2,3051 g Natriumcarbonat (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil), das zuvor bei 200 °C bis zur Massenkonstanz getrocknet wurde, in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. In 40 ml Salzsäurelösung (5.10) lösen und die Lösung in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Natrium.

5.15.17 Silicium-Standardlösung, 100 mg/l

In einem großen Platintiegel mit Deckel 0,2139 2 g reines Siliciumdioxid (SiO_2 , Reinheit $\geq 99,999$ % Massenanteil) einwiegen, das zuvor bei 1 000 °C bis zur Massenkonstanz gegläht wurde, mit 2 g einer Mischung von gleichen Teilen Natriumcarbonat (5.2) und Kaliumcarbonat (5.3) aufschließen. Den Aufschluss fortsetzen, bis die Schmelze klar ist. Abkühlen lassen, die Schmelze in einen 600-ml-PTFE-Becher mit Deckel überführen und die aufgeschlossene Masse mit 400 ml Wasser lösen. Bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen. Langsam 40 ml Salpetersäure (5.6) unter kräftigem Rühren, wenn möglich mit einem Magnetrührer, zugeben. Die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 100 µg Silicium.

ANMERKUNG Diese Lösung kann ungefähr zwei Wochen verwendet werden.

5.15.18 Strontium-Standardlösung, 1 g/l

1,685 0 g Strontiumcarbonat (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil), das zuvor bei 150 °C bis zur Massenkonstanz getrocknet wurde, in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. In 40 ml Salzsäurelösung (5.10) lösen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Strontium.

5.15.19 Zinn-Standardlösung, 500 mg/l

0,500 g Zinn (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 100 ml Salzsäure (5.9) zugeben. Bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 500 µg Zinn.

5.15.20 Titan-Standardlösung, 1 g/l

0,200 g Titan (Reinheit $\geq 99,99\%$ Massenanteil) in einen 250-ml-Becher mit Deckel überführen. 50 ml Salzsäurelösung (5.10) und 5 Tropfen Flusssäure (5.11) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 200-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Titan.

5.15.21 Vanadium-Standardlösung, 1 g/l

0,5 g Vanadium (Reinheit $\geq 99,99\%$ Massenanteil) in einen 250-ml-Becher mit Deckel überführen. 30 ml Salzsäure (5.9) und 10 ml Salpetersäure (5.6) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Vanadium.

5.15.22 Zink-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Zink (Reinheit $\geq 99,99\%$ Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 40 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Zink.

5.15.23 Zirkonium-Standardlösung, 1 g/l

1,3508 g Zirkoniumdioxid ZrO_2 (Reinheit $\geq 99,99\%$ Massenanteil), das zuvor bei 1 000 °C bis zur Massenkonzanz gegläht wurde, in einen großen Platintiegel mit Deckel einwiegen und mit 10 g Kaliumdisulfat (5.5) aufschließen. Abkühlen lassen und die aufgeschlossene Masse mit 25 ml Salzsäurelösung (5.10) lösen. Die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Zirkonium.

5.16 Interne Referenzelementlösungen

5.16.1 Lanthanlösung, 1 g/l

1,173 g Lanthanoxid La_2O_3 (Reinheit $\geq 99,99\%$ Massenanteil), das zuvor bei 150 °C bis zur Massenkonzanz getrocknet wurde, in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 40 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben, die Lösung in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

5.16.2 Lanthanlösung, 200 mg/l

20,0 ml der Lanthanlösung (5.16.1) in einen 100-ml-Messkolben überführen, 1 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben, durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

5.16.3 Scandiumlösung, 0,1 g/l

100,0 mg Scandium (Reinheit $\geq 99,99\%$ Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 20 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen.

Abkühlen lassen, die Lösung in einen 1 000-ml-Messkolben überführen, durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

ANMERKUNG Scandiumlösungen können instabil sein.

5.16.4 Scandiumlösung, 20 mg/l

20,0 ml der Scandiumlösung (5.16.3) in einen 100-ml-Messkolben überführen, 1 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben, durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

5.16.5 Molybdänlösung, 1 g/l

1,84 g Ammoniummolybdat $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \times 4 \text{H}_2\text{O}$ in einen 1 000-ml-Messkolben mit Wasser zugeben und auflösen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

5.16.6 Molybdänlösung, 200 mg/l

20,0 ml der Molybdänlösung (5.16.5) in einen 100-ml-Messkolben überführen, 1 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben, durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

6 Prüfeinrichtung

Alle Volumenmessgeräte aus Glas müssen der Klasse A angehören und in Übereinstimmung mit EN ISO 648 bzw. EN ISO 1042 kalibriert sein.

Übliche Laborausrüstung und die folgenden Geräte.

6.1 Optisches Emissionsspektrometer, ausgestattet mit induktiv gekoppeltem Plasma.

Das Spektrometer muss mit einem Zerstäubungssystem ausgerüstet sein. Das verwendete Gerät ist zufriedenstellend, wenn es nach der Optimierung in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers die in Anhang B aufgeführten Leistungskriterien erfüllt.

Das Spektrometer kann entweder ein Simultan- oder ein Sequenzspektrometer sein (für Analysenlinien siehe Anhang A). Wenn ein Sequenzspektrometer mit einer zusätzlichen Anordnung zur gleichzeitigen Messung der internen Referenzelementlinie ausgestattet werden kann, kann es mit dem internen Referenzverfahren verwendet werden. Wenn das Sequenzspektrometer nicht mit dieser Anordnung ausgestattet ist, kann keine interne Referenz verwendet werden, und es muss eine alternative Messtechnik ohne internes Referenzelement verwendet werden.

Bei flusssäurehaltigen Lösungen muss das Gerät mit einem fluoridbeständigen Zerstäuber ausgestattet sein.

Der Zerstäuber sollte gewissenhaft ausgewählt werden. Viele der verfügbaren fluoridbeständigen Zerstäuber sind nicht so stabil wie Glaszerstäuber.

6.2 PTFE-Becher, 400 ml, mit Deckel.

6.3 Platin-Tiegel, 100 ml bis 120 ml, mit Deckel.

6.4 Kunststoffflaschen, ungefähr 100 ml, mit schmalem Hals und Deckel.

Die Kunststoffgeräte sollten gewissenhaft ausgewählt werden, um Verluste und Kontaminationen zu vermeiden.

7 Probenahme

7.1 Allgemein

Probenahmen aus Aluminiumschmelzen müssen nach EN 14361 durchgeführt werden.

Das Analysenergebnis sollte die durchschnittliche chemische Zusammensetzung einer Analysenprobe, einer Laborprobe bzw. einer Prüfeinheit wiedergeben.

7.2 Analysenprobe

Die Probe wird normalerweise in Form von Fräs- oder Bohrspänen entnommen.

Falls angenommen wird, dass die chemische Zusammensetzung der Analysenprobe nicht einheitlich ist, z. B. im Fall von Rohformen, muss die Probenvorbereitung nach einem dokumentierten Verfahren erfolgen, um die geforderte Repräsentativität sicherzustellen.

Falls erforderlich, z. B. für die Bestimmung von niedrigen Alkali- oder Erdalkaligehalten, sollte die Analysenprobe in Übereinstimmung mit einem geeigneten Verfahren (Lösung, Temperatur und Zeit) gereinigt werden. Das Reinigungsverfahren muss der Legierung, den Analyten und den Gehalten, die bestimmt werden sollen, angepasst sein.

Die Analysenprobe sollte für die Menge der Einwaage ausreichend homogen sein.

8 Durchführung

8.1 Einwaage

Ungefähr 0,5 g der Analysenprobe auf 0,001 g einwiegen.

8.2 Löseverfahren I mit Natriumhydroxidlösung

8.2.1 Dieses Verfahren ist für die Bestimmung von Silicium, Eisen, Kupfer, Mangan, Magnesium, Chrom, Nickel, Zink, Titan, Vanadium, Beryllium, Cadmium, Cobalt, Blei, Antimon, Zinn, Strontium und Zirkonium in Aluminium und Aluminiumlegierungen anwendbar.

8.2.2 Die Einwaage (8.1) in einen 400-ml-PTFE-Becher mit Deckel (6.2) oder einen Platintiegel mit Deckel (6.3) überführen.

8.2.3 Die Einwaage mit Wasser bedecken. Mit einer Kunststoffpipette 6 ml Natriumhydroxidlösung (5.14) zugeben. Wenn die Lösereaktion nachlässt, 1 ml Wasserstoffperoxid (5.13) zugeben. Bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen.

8.2.4 Wenn der Siliciumgehalt der Probe mehr als 0,5 % Massenanteil beträgt, vorsichtig bis zur Sirupkonsistenz eindampfen. Etwas abkühlen lassen, vorsichtig 30 ml Wasser zugeben und bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen. Falls ein Platintiegel (6.3) benutzt wurde, die Lösung quantitativ in einen 400-ml-PTFE-Becher überführen, der 25 ml Salpetersäurelösung (5.7) und 10 ml Salzsäurelösung (5.10) enthält.

8.2.5 Mit Wasser auf etwa 100 ml auffüllen und unter Rühren 25 ml Salpetersäurelösung (5.7) und 25 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben. Die Lösung sofort unter häufigem und vorsichtigem Schütteln bis zur vollständigen Lösung erwärmen. Falls Mangan(IV)-oxidhydrat ausgefallen ist (bei Legierungen mit hohem Mangangehalt), die Ausfällung mit einer Spatelspitze Natriumnitrit (5.4) lösen. Abkühlen lassen und die klare Lösung in einen 500-ml-Messkolben überführen.