

DIN EN 15024-2

ICS 77.120.30

Einsprüche bis 2017-02-02
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15024-2:2007-01

Entwurf

**Kupfer und Kupferlegierungen –
Bestimmung des Zinkgehaltes –
Teil 2: Flammenatomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (FAAS);
Deutsche und Englische Fassung prEN 15024-2:2016**

Copper and copper alloys –
Determination of zinc content –
Part 2: Flame atomic absorption spectrometric method (FAAS);
German and English version prEN 15024-2:2016

Cuivre et alliages de cuivre –
Dosage du zinc –
Partie 2: Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (SAAF);
Version allemande et anglaise prEN 15024-2:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-12-02 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, 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 29 Seiten

DIN-Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15024-2:2016) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 133 „Kupfer und Kupferlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird. Das zuständige deutsche Gremium ist der NA 066-02-06 AA im DIN-Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN 15024-2 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm- Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15024-2:2007-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Obergrenze des Massenanteils für Zink wurde von 6,0 % auf 5,0 % reduziert;
- b) eine Mischung aus Fluorborsäure wurde durch eine Lösung aus Salzsäure und Salpetersäure für das Lösen der Probe ersetzt;
- c) die Konzentrationen der Zink-Stammlösung sowie der Kupfermatrixlösung wurden geändert;
- d) die Verwendung einer Kontinuumsstrahler-Xenon-Kurzbogenlampe wurde als Alternative zur Zink-Hohlkathodenlampe hinzugefügt;
- e) die Daten zur Präzision wurden aktualisiert.

Kupfer und Kupferlegierungen — Bestimmung des Zinkgehaltes — Teil 2: Flammenatomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (FAAS)

Cuivre et alliages de cuivre — Détermination du zinc — Partie 2 : Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (SAAF)

Copper and copper alloys — Determination of zinc content — Part 2: Flame atomic absorption spectrometric method (FAAS)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokument-Stage: CEN-Umfrage

Dokument-Sprache: D

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien	4
5 Gerät	5
6 Probenahme	5
7 Durchführung	5
7.1 Herstellung der Probelösung	5
7.1.1 Probe	5
7.1.2 Probelösung	5
7.1.3 Zink-Massenanteile zwischen 0,000 5 % und 0,01 %	6
7.1.4 Zink-Massenanteile zwischen 0,01 % und 0,10 %	6
7.1.5 Zink-Massenanteile zwischen 0,10 % und 1,00 %	6
7.1.6 Zink-Massenanteile zwischen 1,0 % und 5,0 %	6
7.2 Blindversuch	6
7.3 Überprüfung	6
7.4 Aufstellung der Kalibrierkurve	7
7.4.1 Herstellung der Kalibrierlösungen	7
7.4.2 Justierung des Atomabsorptionsspektrometers	9
7.4.3 Spektrometrische Messung der Kalibrierlösungen	9
7.4.4 Kalibrierkurve	9
7.5 Bestimmung	10
7.5.1 Allgemeines	10
7.5.2 Vorläufige spektrometrische Messung	10
7.5.3 Spektrometrische Messungen	10
8 Angabe der Ergebnisse	10
8.1 Verwendung der Kalibrierkurve	10
8.2 Verwendung des Eingabelungsverfahrens	11
9 Präzision	12
10 Prüfbericht	13
Literaturhinweise	14

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15024-2:2016) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 133 „Kupfer und Kupferlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 15024-2:2006 ersetzen.

Das Technische Komitee CEN/TC 133 hat im Rahmen seines Arbeitsprogrammes die Arbeitsgruppe CEN/TC133/WG 10 „Analyseverfahren“ beauftragt, die folgende Norm zu erarbeiten:

EN 15024-2, *Kupfer und Kupferlegierungen — Bestimmung des Zinkgehaltes — Teil 2: Flammenatomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (FAAS)*

Dies ist einer von zwei Teilen der Norm zur Bestimmung des Zinkgehaltes in Kupfer und Kupferlegierungen. Der andere Teil lautet:

prEN 15024-1, *Kupfer und Kupferlegierungen — Bestimmung des Zinkgehaltes — Teil 1: Titrimetrisches Verfahren*

Im Vergleich zu EN 15024-2:2006 wurden die folgenden wesentlichen Änderungen vorgenommen:

- a) die Obergrenze des Massenanteils für Zink wurde von 6,0 % auf 5,0 % reduziert;
- b) eine Mischung aus Fluorborsäure wurde durch eine Lösung aus Salzsäure und Salpetersäure für das Lösen der Probe ersetzt;
- c) die Konzentrationen der Zink-Stammlösung sowie der Kupfermatrixlösung wurden geändert;
- d) die Verwendung einer Kontinuumstrahler-Xenon-Kurzbogenlampe wurde als Alternative zur Zink-Hohlkathodenlampe hinzugefügt;
- e) die Daten zur Präzision wurden aktualisiert.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil dieser Europäischen Norm legt ein flammenatomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (FAAS) für die Bestimmung des Zinkgehaltes in Kupfer und Kupferlegierungen fest, die als Gussstücke oder als plastisch oder nicht plastisch geformte Produkte vorliegen.

Das Verfahren ist geeignet für Produkte mit Zink-Massenanteilen zwischen 0,000 5 % und 5,0 %.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

ISO 1811-1, *Copper and copper alloys — Selection and preparation of samples for chemical analysis — Part 1: Sampling of cast unwrought products*

ISO 1811-2, *Copper and copper alloys — Selection and preparation of samples for chemical analysis — Part 2: Sampling of wrought products and castings*

3 Kurzbeschreibung

Lösen der Probe in einer Lösung aus Salzsäure und Salpetersäure und, nach entsprechender Verdünnung, Zerstäuben in einer Luft-Acetylen-Flamme eines Atomabsorptionsspektrometers. Die Absorption wird auf der 213,8 nm-Linie, emittiert durch eine Zink-Hohlkathodenlampe oder eine Kontinuumstrahler-Xenon-Kurzbogenlampe, gemessen.

4 Reagenzien

Für die Analyse sind nur Reagenzien bekannter analytischer Reinheit und destilliertes Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit zu verwenden.

4.1 Salzsäure, HCl ($\rho = 1,19$ g/ml)

4.2 Salzsäure verdünnt, 1 + 1

500 ml Salzsäure (4.1) zu 500 ml Wasser zugeben

4.3 Salpetersäure, HNO₃ ($\rho = 1,40$ g/ml)

4.4 Salpetersäure verdünnt, 1 + 1

500 ml Salpetersäure (4.3) in 500 ml Wasser mischen

4.5 Zink-Stammlösung, 1 g/l Zn

($1 \pm 0,001$) g Zink ($\text{Zn} \geq 99,99$ %) einwiegen und in ein 250-ml-Becherglas überführen. 50 ml Salzsäure (4.2) werden zugegeben. Mit einem Uhrglas abdecken und bis zum vollständigen Lösen des Kupfers vorsichtig erhitzen. Auf Raumtemperatur abkühlen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Zn.

4.6 Zink-Standardlösung, 0,01 g/l Zn

5,0 ml der Zink-Stammlösung (4.5) in einen 500-ml-Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 0,01 mg Zn.

4.7 Zink-Standardlösung, 0,001 g/l Zn

25,0 ml der Zink-Standardlösung (4.6) in einen 250-ml-Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 0,001 mg Zn.

4.8 Kupfermatrixlösung, 50 g/l Cu

50,0 g zinkfreies Kupfer ($\text{Cu} \geq 99,99\%$) einwiegen und in ein 2 000-ml-Becherglas überführen. 500 ml Salzsäure (4.1) und vorsichtig 250 ml verdünnte Salpetersäure (4.3) zugeben. Mit einem Uhrglas abdecken und vorsichtig erhitzen, bis das Kupfer vollständig gelöst ist, danach kochen bis die Stickoxiddämpfe vertrieben sind. Auf Raumtemperatur abkühlen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

4.9 Kupfermatrixlösung, 2 g/l Cu

10,0 ml der Kupfermatrixlösung (4.8) in einen 250-ml-Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

5 Gerät

5.1 **Atomabsorptionsspektrometer**, ausgestattet mit einem Luft-Acetylen-Brenner.

5.2 **Zink-Hohlkathodenlampe oder Kontinuumstrahler-Xenon-Kurzbogenlampe**

6 Probenahme

Die Probenahme muss je nach Anwendung in Übereinstimmung mit ISO 1811-1 oder ISO 1811-2 durchgeführt werden.

Analysenproben müssen in Form feiner Späne, z. B. Bohrspäne oder Frässpäne, mit einer maximalen Dicke von 0,5 mm vorliegen.

7 Durchführung

7.1 Herstellung der Probelösung

7.1.1 Probe

($1 \pm 0,001$) g der Analysenprobe einwiegen.

7.1.2 Probelösung

Die Prüfmenge in ein 250-ml-Becherglas geben. 10 ml Salzsäure (4.1) und 10 ml verdünnte Salpetersäure (4.4) zugeben. Mit einem Uhrglas abdecken und vorsichtig erhitzen, bis die Prüfmenge vollständig gelöst ist, danach kochen, bis die Stickoxiddämpfe vertrieben sind. Auf Raumtemperatur abkühlen und den Deckel sowie die Wände des Becherglases mit Wasser abspülen und abkühlen lassen.

7.1.3 Zink-Massenanteile zwischen 0,000 5 % und 0,01 %

Die Probelösung (7.1.2) quantitativ in einen 100-ml-Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

ANMERKUNG Der Validierungsringversuch für dieses Verfahren zeigte, dass für Zink-Massenanteile nahe an 0,01 % die Ergebnisse besser sind, wenn die Bestimmung nach 7.1.3 ausgeführt wird.

7.1.4 Zink-Massenanteile zwischen 0,01 % und 0,10 %

Die Probelösung (7.1.2) quantitativ in einen 100-ml-Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

10,0 ml dieser Lösung in einen 100-ml-Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

ANMERKUNG Der Validierungsringversuch für dieses Verfahren zeigte, dass für Zink-Massenanteile nahe an 0,1 % die Ergebnisse besser sind, wenn die Bestimmung nach 7.1.4 ausgeführt wird.

7.1.5 Zink-Massenanteile zwischen 0,10 % und 1,00 %

Die Probelösung (7.1.2) quantitativ in einen 100-ml-Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

2,0 ml dieser Lösung in einen 200-ml-Messkolben überführen und 10,0 ml Salzsäure (4.1) hinzufügen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

ANMERKUNG Der Validierungsringversuch für dieses Verfahren zeigte, dass für Zink-Massenanteile nahe an 1,0 % die Ergebnisse besser sind, wenn die Bestimmung nach 7.1.5 ausgeführt wird.

7.1.6 Zink-Massenanteile zwischen 1,0 % und 5,0 %

Die Probelösung (7.1.2) quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

2,50 ml dieser Lösung in einen 200-ml-Messkolben überführen und 10,0 ml Salzsäure (4.1) hinzufügen. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

7.2 Blindversuch

Gleichzeitig ist mit jeder Analyse, mit der gleichen Menge an Reagenzien, wie für die Bestimmung verwendet, aber mit Reinkupfer an Stelle der Analysenprobe unter Verwendung desselben Verfahrens ein Blindversuch durchzuführen.

7.3 Überprüfung

Zur Vorprüfung des Gerätes ist eine vorläufige Messung mit einer Lösung eines Referenzmaterials oder einer synthetischen Probe mit bekanntem Nickelgehalt und einer Matrixzusammensetzung ähnlich der Analysenprobe durchzuführen. Dazu wie unter 7.5 festgelegt vorgehen.

7.4 Aufstellung der Kalibrierkurve

7.4.1 Herstellung der Kalibrierlösungen

7.4.1.1 Allgemeines

In allen Fällen müssen die Kupfer-, Chlorid-, und Nitrat-Konzentrationen sowie der pH-Wert der Kalibrierlösungen denen der Probelösungen entsprechen.

Die Anwesenheit von Kupfer in den Kalibrierlösungen, kompensiert durch Kupfer in der Probelösung, bedingt chemische Interferenzen. Üblicherweise ist eine exakte Zugabe von Legierungsbestandteilen zur Kompensation nicht notwendig. Falls ein Legierungselement im Probematerial mit einem Massenanteil von > 10 % enthalten ist, muss eine entsprechende Menge des Elements zu den Kalibrierlösungen zugegeben werden. Die zugegebenen Volumina an Kupfer-Standardlösung (4.6 oder 4.7) wurden so berechnet, dass chemische Interferenzen durch Kupfer in Probelösungen von Kupfer oder hochkupferhaltigen Legierungen kompensiert werden. Es kann zu Überkompensation kommen, wenn dieselben Volumina an Kupfermatrixlösung zugegeben werden, die Testproben aber aus kupferbasierten Legierungen mit niedrigerem Kupfergehalt bestehen. In diesen Fällen muss die Zugabe von Kupfer-Standardlösung entsprechend verringert werden.

Die Zink-Konzentration der Kalibrierlösungen muss entsprechend der Empfindlichkeit des verwendeten Spektrometers so eingestellt werden, dass die Auftragung der Extinktion als Funktion der Konzentration eine Gerade ergibt.

7.4.1.2 Zink-Massenanteile zwischen 0,000 5 % und 0,01 %

In jeden einer Reihe von sieben 100-ml-Messkolben die in Tabelle 1 angegebenen Volumina der Zink-Standardlösung (4.6. oder 4.7) sowie der Kupfermatrixlösung (4.8) geben. Mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

Tabelle 1 — Kalibrierung für Zink-Massenanteile zwischen 0,000 5 % und 0,01 %

Volumen der Zink-Standard- lösung (4.6) oder (4.7)	Ent- sprechende Zinkmasse	Entsprechende Zink- konzentration nach endgültiger Verdünnung	Volumen der Kupfermatrix- lösung (4.8)	Ent- sprechende Kupfer- masse	Entsprechen- der Zink- Massenanteil der Probe
ml	mg	mg/ml	ml	mg	%
0 ^a	0	0	20	1 000	0
5 (4.7)	0,005	0,000 05	20	1 000	0,000 5
10 (4.7)	0,010	0,000 1	20	1 000	0,001
20 (4.7)	0,020	0,000 2	20	1 000	0,002
5 (4.6)	0,050	0,000 5	20	1 000	0,005
7 (4.6)	0,070	0,000 7	20	1 000	0,007
10 (4.6)	0,100	0,001	20	1 000	0,01
^a Reagenzien-Blindprobe für die Kalibrierkurve					