

DIN EN ISO 10714



ICS 77.040.30

Einsprüche bis 2024-01-10
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 10714:2002-11

Entwurf

**Stahl und Eisen –
Bestimmung des Phosphorgehalts –
Spektrophotometrisches Phosphovanadomolybdat-Verfahren
(ISO/DIS 10714:2023);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 10714:2023**

Steel and iron –
Determination of phosphorus content –
Phosphovanadomolybdate spectrophotometric method (ISO/DIS 10714:2023);
German and English version prEN ISO 10714:2023

Aciers et fontes –
Dosage du phosphore –
Méthode par spectrophotométrie au phosphovanadomolybdate (ISO/DIS 10714:2023);
Version allemande et anglaise prEN ISO 10714:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-11-10 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument 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.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 30 Seiten

DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES)

Nationales Vorwort

Das Dokument ISO/DIS 10714:2023 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“, Unterkomitee SC 1, „Methods of determination of chemical composition“ erarbeitet und als prEN ISO 10714:2023 durch das Technische Komitee CEN/TC 459/SC 2 „Chemische Analyse von Eisen und Stahl“ übernommen, dessen Sekretariat von SIS (Schweden) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 021-00-30 AA „Analyseverfahren“ des DIN-Normenausschusses 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.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 385	siehe	DIN EN ISO 385
ISO 648	siehe	DIN EN ISO 648
ISO 1042	siehe	DIN EN ISO 1042
ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 14284	siehe	DIN EN ISO 14284

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

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 10714:2002-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Eine umfassende Neubewertung der Präzisionsdaten.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 385, *Laborgeräte aus Glas — Büretten*

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben*

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

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen*

<i>Titel de:</i>	Stahl und Eisen — Bestimmung des Phosphorgehaltes — Spektrophotometrisches Phosphovanadomolybdat-Verfahren (ISO/DIS 10714:2023)
<i>Titel en:</i>	Steel and iron — Determination of phosphorus content — Phosphovanadomolybdate spectrophotometric method (ISO/DIS 10714:2023)
<i>Titel fr:</i>	Aciers et fontes – Dosage du phosphore – Méthode par spectrophotométrie au phosphovanadomolybdate (ISO/DIS 10714:2023)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Verfahren	6
5 Reagenzien	6
6 Geräte	7
7 Probenahme	8
8 Durchführung	8
8.1 Effektive Analysenprobe	8
8.2 Blindwertbestimmung	8
8.3 Bestimmung	9
8.3.1 Herstellung der Probenlösung	9
8.3.2 Farbentwicklung und Extraktion	10
8.3.3 Fotometrische Messung	10
8.4 Aufstellung der Kalibrierkurve	10
8.4.1 Herstellung von Kalibrierlösungen	10
8.4.2 Fotometrische Messung	10
8.4.3 Auftragen der Kalibrierkurve	10
9 Auswertung	11
9.1 Berechnungsverfahren	11
9.2 Präzision	11
10 Prüfbericht	12
Anhang A (informativ) Zusätzliche Informationen zum internationalen Ringversuch	13
Anhang B (informativ) Grafische Darstellung der Präzisionsdaten	14
Literaturhinweise	15

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 10714:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“, Unterkomitee SC 1, „Methods of determination of chemical composition“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 459/SC 2 „Chemische Analyse von Eisen und Stahl“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 10714:2002 ersetzen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 10714:2023 wurde von CEN als prEN ISO 10714:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC Directives, Teil 1, beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC Directives, Teil 2, erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

ISO weist auf die Möglichkeit hin, dass die Anwendung dieses Dokuments mit der Verwendung eines oder mehrerer Patente verbunden sein kann. ISO bezieht jedoch in dieser Hinsicht keinerlei Stellung bezüglich Nachweis, Gültigkeit oder Anwendbarkeit jeglicher beanspruchten Patentrechte. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments lag ISO keine Mitteilung über ein Patent bzw. mehrere Patente vor, welche/s zur Umsetzung dieses Dokuments erforderlich sein könnte/n. Anwender werden jedoch darauf hingewiesen, dass dies möglicherweise nicht der aktuelle Informationsstand ist. Dieser kann jedoch der Patentdatenbank unter www.iso.org/patents entnommen werden. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17, Steel, Unterkomitee SC 1, Methods of determination of chemical composition erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 10714:1992), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen sind folgende:

— Eine umfassende Neubewertung der Präzisionsdaten.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Die vorliegende Internationale Norm legt ein fotometrisches Verfahren zur Bestimmung des Phosphorgehaltes von Eisen und Stahl mit folgenden Einschränkungen fest.

Das Verfahren ist bei Phosphoranteilen zwischen 0,001 0 % (*Masseanteil*) und 1,0 % (*Masseanteil*) anwendbar.

Arsen, Hafnium, Niob, Tantal, Titan und Wolfram stören die Bestimmung des Phosphorgehaltes, jedoch können die Störungen teilweise durch Bildung von Komplexen und Anwendung geringer Probemengen überwunden werden. In Abhängigkeit von der Konzentration der störenden Begleitelemente gelten die in Tabelle 1 angegebenen Anwendungsbereiche und Probemengen.

Der untere Wert des Anwendungsbereiches kann nur in Proben mit geringen Anteilen an störenden Begleitelementen erreicht werden.

Tabelle 1 — Anwendungsbereiche und Einwaagen

Maximal zulässiger Anteil der störenden Begleitelemente, % (<i>Masseanteil</i>)						Einwaage, g	Anwendungsbereich, % (<i>Masseanteil</i>)
As	Hf	Nb	Ta	Ti	W	1,0	0,001 bis 0,010
0,05	0,1	1	0,1	2	2	0,25	0,005 bis 0,040
0,2	0,5	5	0,5	10	8	0,10	0,010 bis 0,100
0,5	1,5	10	1,0	25	25	0,25	0,100 bis 1,00

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).

ISO 385, *Laboratory glassware — Burettes*

ISO 648, *Laboratory glassware — Single volume pipettes*

IO 1042, *Laboratory glassware — One mark volumetric flasks*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 14284, *Steel and iron — Sampling and preparation of samples for the determination of chemical composition*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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 <https://www.electropedia.org/>

4 Verfahren

Die Analysenprobe wird in einer oxidierenden Säuremischung aufgelöst.

Es wird mit Perchlorsäure abgeraucht; Chrom wird als flüchtiges Chromylchlorid entfernt.

Aus Silizium und den Elementen des Feuerfestmaterials werden mit Flusssäure Komplexe gebildet; aus der überschüssigen Flusssäure wird mit Orthoborsäure ein Komplex gebildet.

Phosphor wird in einer Lösung aus Perchlorsäure und Salpetersäure in Phosphovanadomolybdat umgesetzt.

Phosphovanadomolybdat wird mit 4-Methyl-2-Pentanon unter Anwesenheit von Zitronensäure zur Komplexbildung von Arsen extrahiert.

Die fotometrische Messung wird bei einer Wellenlänge von 355 nm durchgeführt.

5 Reagenzien

Sofern nichts anderes angegeben ist, werden bei der Analyse ausschließlich Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und Wasser der Güte 2 nach ISO 3696 verwendet.

Durch Blindwertbestimmungen (8.2) wird nachgewiesen, dass die entsprechenden Reagenzien frei von Phosphor sind oder nur einen geringen Phosphorgehalt haben. Gegebenenfalls müssen die Ergebnisse entsprechend korrigiert werden. Reagenzien, die hohe Blindwerte ergeben (höher als 10 µg), sind ungeeignet und müssen verworfen werden.

5.1 Salzsäure, ρ etwa 1,19 g/ml.

5.2 Salpetersäure, ρ etwa 1,40 g/ml.

5.3 Salpetersäure, ρ etwa 1,40 g/ml, 1+4 verdünnt.

5.4 Perchlorsäure, ρ etwa 1,54 g/ml.

5.5 Flusssäure, 40 % (m/m), ρ etwa 1,14 g/ml.

5.6 Zitronensäure, Lösung 500 g/l.

500 g Zitronensäure-Monohydrat ($\text{H}_8\text{C}_6\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) werden in Wasser aufgelöst, auf 1 000 ml verdünnt und gemischt.

5.7 4-Methyl-2-Pentanon (Methyl-iso-butylketon)

Zur Analyse einer Serie von Proben wird die gleiche Charge von 4-Methyl-2-Pentanon verwendet.

5.8 Ammoniummolybdatlösung, Lösung 150 g/l.

150 g Hexaammoniumheptamolybdat-Tetrahydrat $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ werden in Wasser gelöst, auf 1 000 ml verdünnt und gemischt.

Diese Lösung muss jeden Tag frisch hergestellt werden.

Hohe und schwankende Blindwerte können besonders bei diesem Reagenz auftreten. In entsprechenden Fällen ist eine andere Charge zu verwenden.

5.9 AmmoniumvanadatLösung, Lösung 2,5 g/l.

2,5 g Ammoniummetavanadat (NH_4VO_3) werden in Wasser gelöst, auf 1 000 ml verdünnt und gemischt.

5.10 Natriumnitrit, Lösung 50 g/l.

50 g Natriumnitrit (NaNO_2) werden in Wasser gelöst, auf 1 000 ml verdünnt und gemischt.

5.11 Borfluorid, Lösung.

75 g Orthoborsäure (H_3BO_3) werden in 600 ml Wasser in einem Kunststoffbecher aufgelöst. 50 ml Flusssäure (5.5) werden zugegeben, auf 1 000 ml mit Wasser verdünnt und gemischt. Die Lösung kann, wenn die Borsäure ausfällt, vorsichtig erwärmt werden.

Die Lösung ist in einer Kunststoffflasche aufzubewahren.

5.12 Phosphor, Stammlösung.

5.12.1 Phosphorstammlösung, 1 g/l.

Von zuvor bei einer Temperatur von 110 °C bis zur Massenkonzanz getrocknetem und in einem Exsikkator abgekühltem Kaliumdihydrogenorthophosphat (KH_2PO_4) werden 4,393 6 g auf 0,000 1 g eingewogen.

Das Reagenz wird in einen 1 000-ml-Messkolben überführt, in Wasser gelöst, bis zur Marke verdünnt und gemischt.

1 ml dieser Stammlösung enthält 1 mg Phosphor.

5.12.2 Phosphorstammlösung, 10 mg/l.

Von der Stammlösung (5.12.1) werden 10,0 ml in einen 1 000-ml-Messkolben überführt, bis zur Marke mit Wasser verdünnt und gemischt.

Diese Standardlösung wird unmittelbar vor der Verwendung hergestellt.

1 ml dieser Standardlösung enthält 10 µg Phosphor.

6 Geräte

Die volumetrischen Glasgeräte müssen Klasse A nach ISO 385, ISO 648 bzw. ISO 1042 entsprechen.

Übliche Laborgeräte und folgende sind zu verwenden.

6.1 Spektrometer, geeignet zur Messung der Extinktion bei einer Wellenlänge von 355 nm.

Die Extinktion der farbentwickelten und extrahierten Blindwertlösung (siehe 8.3.2) wird mit der vom Gerätehersteller empfohlenen Spaltbreite und 4-Methyl-2-Pentanon (5.7) als Kompensationslösung bei einer Wellenlänge von etwa 340 nm bestimmt. Die Wellenlänge wird dann bis zum Erreichen der maximalen Extinktion (in der Regel bei einer Wellenlänge von 355 nm, siehe Anmerkung) schrittweise erhöht. Diese Wellenlänge ist für die Bestimmungen anzuwenden.

ANMERKUNG 355 nm entspricht nicht der Wellenlänge, bei der der Komplex die stärkste Extinktion aufweist. Dieses Maximum kann jedoch nicht genutzt werden, weil 4-Methyl-2-Pentanon das Licht bei einer Wellenlänge zu absorbieren beginnt, die kleiner als die Wellenlänge ist, bei der ein Extinktionsmaximum erreicht wird. Die Wellenlänge von 355 nm wurde ausgewählt, um die stärkste Extinktion ohne negative Extinktionswerte bei geringen Konzentrationen infolge von Lichtabsorption des Lösemittels zu erreichen.