DIN EN ISO 2613-1

ICS 75.060 Einsprüche bis 2022-06-08

Entwurf

Analyse von Erdgas – Siliziumgehalt von Biomethan – Teil 1: Bestimmung des Gesamtsiliziumgehalts durch AES (ISO/DIS 2613-1:2022); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 2613-1:2022

Analysis of natural gas – Silicon content of biomethane – Part 1: Determination of total silicon content by AES (ISO/DIS 2613-1:2022); German and English version prEN ISO 2613-1:2022

Analyse de gaz naturel – Teneur en silicium du biométhane – Partie 1: Détermination de la teneur en silicium totale en silicium (ISO/DIS 2613-1:2022); Version allemande et anglaise prEN ISO 2613-1:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-04-08 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 nagas@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 Gastechnik (NAGas), 53058 Bonn, Postfach 14 03 62 oder Josef-Wirmer-Str. 1 - 3, 53123 Bonn.

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 36 Seiten

DIN-Normenausschuss Gastechnik (NAGas)
DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 2613-1:2022-05

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 2613-1:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 193 „Natural gas“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 408 „Biomethan zum Einsatz im Transportwesen und zur Einspeisung in Erdgasrohrleitungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. ist im Normenausschuss Gastechnik (NAGas) hierfür der Arbeitsausschuss NA 032-03-08 AA „Biogas“ zuständig.

Es gibt keine Vorgängerausgabe.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 2613-1:2022 beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

ISO 3696:1987	siehe	DIN ISO 3696:1991-06
ISO 14532	siehe	DIN EN ISO 14532
ISO 10715	siehe	DIN EN ISO 10715
ISO 14912	siehe	DIN EN ISO 14912

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

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 10715, *Erdgas — Probenahmerichtlinien*

DIN EN ISO 14532, *Erdgas — Begriffe*

DIN EN ISO 14912, *Gasanalyse — Umrechnung von Zusammensetzungsangaben für Gasgemisch*

DIN ISO 3696:1991-06, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987*

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 2613-1:2022-05

– Entwurf –

2022-03

prEN ISO 2613-1:2022

Titel de:	Analyse von Erdgas — Siliziumgehalt von Biomethan — Teil 1: Bestimmung des Gesamtsiliziumgehalts durch AES (ISO/DIS 2613-1:2022)
Titel en:	Analysis of natural gas — Silicon content of biomethane — Part 1: Determination of total silicon content by AES (ISO/DIS 2613-1:2022)
Titel fr:	Analyse du gaz naturel — Teneur en silicium du biométhane — Partie 1: Détermination de la teneur totale en silicium par AES (ISO/DIS 2613-1:2022)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 2613-1:2022-05

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 3

Vorwort ... 4

Einleitung ... 5

1 Anwendungsbereich ... 6

2 Normative Verweisungen ... 6

3 Begriffe ... 6

4 Kurzbeschreibung ... 7

5 Reagenzien und Laborgeräte ... 7
5.1 Absorptionsmittel ... 7
5.2 Derivatisierungsmittel ... 8
5.3 Wasser, entsprechend Qualität 1 nach ISO 3696 ... 8
5.4 Reine Siloxanverbindungen: ... 8
5.5 Farbfixierte pH-Indikatorstreifen, pH-Wertbereich von 0 bis 14, oder alternativ ein pH-Messgerät mit gegen HF beständiger Elektrode ... 9
5.6 Kalibrierlösungen ... 9
5.7 Qualitätssteuerung ... 10

6 Prüfeinrichtung ... 11
6.1 Ausrüstung für Probenahme und Derivatisierung ... 11
6.2 MWP/ICP-AES-Gerät ... 12
6.3 Analysenwaage mit einer Fehlergrenze von 0,01 mg. ... 12

7 Probenahme ... 13

8 Derivatisierung ... 14

9 Analyseverfahren ... 15
9.1 Aufbau der Ausrüstung ... 15
9.2 Kalibriergerade ... 15
9.3 Analyse unbekannter Proben und Qualitätskontrollproben ... 15

10 Berechnung ... 16

11 Angabe der Ergebnisse ... 16

12 Präzision des Verfahrens ... 17

13 Messunsicherheit ... 17

14 Prüfbericht ... 17

Literaturhinweise ... 18

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 2613-1:2022-05

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 2613-1:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 193 „Natural gas“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 408 „Biomethan zum Einsatz im Transportwesen und zur Einspeisung in Erdgasrohrleitungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 2613-1:2022 wurde von CEN als prEN ISO 2613-1:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 2613-1:2022-05

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Dokumenten 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-Direktiven, 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-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

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.

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.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 2613-1:2022-05

Einleitung

Dieses Dokument beschreibt ein Verfahren für die Messung der Gesamtkonzentration von Silicium in Biomethan, Biogas und ähnlichen gasförmigen Matrices, die in den Erdgasnetzen eingesetzt und als Transportkraftstoff verwendet werden. Das Verfahren beruht auf der Anwendung eines Flüssigimpingers, um das Silicium aus einer Gasprobe zu sammeln, gefolgt von einer instrumentellen Analyse.

Aufgrund der umfangreichen Nutzung von Siloxanverbindungen, deren Flüchtigkeit und deren großer Affinität gegenüber apolaren Umgebungen werden Siloxane als eine der wichtigsten Verunreinigungen in Biogas angesehen. Sie sind unerwünscht, da sie ein Potenzial für die Bildung von abrasivem SiO_2 als Verbrennungsprodukt haben, wodurch Motoren und Geräte beschädigt werden können. Darüber hinaus stellen einige dieser Verbindungen ein Gesundheitsrisiko dar.

Für die Anwendung dieses Dokuments wird der gemessene Siliciumspezies-Gehalt als Gesamt-Siliciumgehalt angegeben. Der gemessene Siliciumgehalt stammt aus Siloxanverbindungen, die aus der Gasphase in flüssigen Medien eingefangen und in eine analytische Form von Hexafluorsilicat- (SiF_6^{2-})-Ionen derivatisiert werden, welche bei der Analyse in der Lösung bleiben.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 2613-1:2022-05

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument ist für die Messung des Gesamt-Siliciumgehalts in gasförmigen Matrices wie Biomethan und Biogas anwendbar. Silicium liegt in einer Gasphase vor, die vorwiegend in Siloxanverbindungen, Trimethylsilan und Trimethylsilanol enthalten ist. Die analytische Form des in der Flüssigphase gemessenen Siliciums nach Durchführung des Probenahme- und Derivatisierungsverfahrens sind lösliche Hexafluorsilicat-Anionen, die in leicht angesäuerten Medien stabil sind. Der Gesamt-Siliciumgehalt wird als Masse des im analysierten Gasvolumen vorhandenen Siliciums angegeben.

Dieses Dokument ist für festgelegte gasförmige Matrices mit Siliciumkonzentrationen bis 5 mg/m^3 anwendbar, und ist vorwiegend für die Biomethan-Matrices vorgesehen, die 0,1 mg/m^3 bis 0,5 mg/m^3 Si enthalten. Mit einer Anpassung zur Sicherstellung eines angemessenen Absorptionsgrades kann es auch für höhere Konzentrationen angewendet werden. Die Nachweisgrenze des Verfahrens wird auf 0,05 mg/m^3 abgeschätzt, basierend auf einem Gasprobenvolumen von 0,020 m^3. Alle Verbindungen, die in der Gasphase vorliegen, sind bei der Absorptions- und Derviatisierungstemperatur flüchtig, und gasförmige Siloxane werden in Absorptionsmedien eingefangen und in eine analytische Form von Silicium derivatisiert, welche mit diesem Verfahren gemessen wird. Die Siliciumkonzentration wird in verdünnten Derivatisierungsmitteln mittels Atomemissionsspektrometrie mit Atomisierung/Ionisation in Mikowellen- oder induktiv gekoppeltem Plasma gemessen.

Sofern nicht angegeben, beziehen sich alle Volumina und Konzentrationen auf Normalbedingungen.

ANMERKUNG Bei Anwendung geeigneter Verdünnungsfaktoren kann das Verfahren auch für Siliciumkonzentrationen über 5 mg/m^3 angewendet werden.

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 3696:1987, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 14532, *Natural gas — Vocabulary*

ISO 10715, *Natural gas — Sampling guidelines*

ISO 14912, *Gas analysis — Conversion of gas mixture composition data*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 14532 und die folgenden Begriffe.

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/

3.1
Siloxane
funktionelle Gruppen, bei denen zwei Siliciumatome über ein Sauerstoffatom verbunden sind

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 2613-1:2022-05

Anmerkung 1 zum Begriff: In Abhängigkeit vom Substrat, das zur Erzeugung von Biogas verwendet wird, und von dem Prozess, der zur Aufbereitung angewendet wird, kann Biomethan Siloxane enthalten. Während der Verbrennung können Siloxane zu Siliciumdioxid oxidieren, bei dem es sich um eine abrasive Verbindung handelt, die für mechanische bewegliche Teile, z. B. in Motoren und Turbinen schädlich ist [8].

3.2
Atomemissionsspektroskopie
AES, en: atomic emission spectroscopy
Verfahren der chemischen Analyse, bei dem die von einer Flamme, von Plasma, einem Lichtbogen oder Funken bei einer bestimmten Wellenlänge ausgesendete Lichtintensität genutzt wird, um die Menge eines Elements in einer Probe zu bestimmen

4 Kurzbeschreibung

WARNUNG — Personen, die diese Internationale Norm anwenden, sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Norm beansprucht nicht, alle mit ihrer Anwendung gegebenenfalls verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, geeignete Sicherheits- und Gesundheitsschutzmaßnahmen festzulegen und die Übereinstimmung mit etwaigen nationalen behördlichen Bestimmungen sicherzustellen.

Eine Methanmatrix-Gasprobe (z. B. Biomethan, Biogas, Erdgas und deren Gemische), welche Siloxanverbindungen enthält, wird durch ein flüssiges Absorptionsmittel (Salpetersäure) in seriell verbundenen Gaswaschflaschen/Impingern geleitet, um die siliciumhaltigen Verbindungen zu sammeln. Nach der Probenahme eines angemessenen Gasvolumens wird der Inhalt der Probenahmegefäße (Gaswaschflaschen) einer Derivatisierung unterzogen, indem Hydroxidlösung und Fluorwasserstoffsäure hinzugefügt werden, um Silicium in analytischer Form, d. h. Hexafluorsilicat- (SiF_6^{2-})-Anionen, zu erhalten.

Die derivatisierte Probe wird bei ausgewählten charakteristischen Emissionswellenlängen von Silicium mit einem ICP/MWP-Atomemissionsspektrometer auf ihren Siliciumgehalt analysiert, wobei eine Mehrpunktkalibrierung mittels einer Geraden angewendet wird, die durch Analyse einer Reihe von Standardsiliciumlösungen erhalten wird.

5 Reagenzien und Laborgeräte

Für die Durchführung des Verfahrens müssen die folgenden Reagenzien von anerkannt analysenreiner Qualität sein, und es darf ausschließlich Wasser der Qualitiät 1 nach ISO 3696 verwendet werden. Wenn durch Sichtprüfung festgestellt wird, dass sich das Aussehen der Reagenzien verändert hat (Farbe, Konsistenz, Trübung), müssen diese verworfen und neue Reagenzien verwendet werden.

5.1 Absorptionsmittel

5.1.1 Salpetersäure (HNO_3), ρ_{20} = 1,41 g/cm^3; 65 % HNO_3 (Massenanteil) – zur Spurenelementanalyse.

ACHTUNG — Diese Chemikalie ist besonders gefährlich, wenn sie außerhalb spezialisierter Laborbedingungen verwendet wird. Es wurden Prüfungen durchgeführt, bei denen andere Nicht-Oxo-Mineralsäuren (HCl) verwendet wurden, für die jedoch nachgewiesen wurde, dass sie für die Absorption von Siloxanen aus der Gasphase ungeeignet sind. Beim Umgang mit dieser Chemikalie unter Labor- und Feldbedingungen sind besondere Vorsichtsmaßnahmen zu ergreifen.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 2613-1:2022-05

5.2 Derivatisierungsmittel

5.2.1 Natriumhydroxid-Pellets, für die Herstellung von 8 mol/L bis 10 mol/L Hydroxidlösung.

Eine angemessene Menge Natriumhydroxid-Pellets wird eingewogen, und diese werden in einer angemessenen Menge Reagenzwasser aufgelöst (5.3). Als Beispiel werden, um 100 ml Natriumhydroxidlösung mit 10 ml/l zu erhalten, 40 g Natriumhydroxid-Pellets eingewogen und in 100 ml Wasser aufgelöst.

Kaliumhydroxid kann ebenfalls verwendet werden, jedoch wird Natriumhydroxid aufgrund der Betriebssicherheit bevorzugt.

WARNUNG — Die Reaktion beim Auflösen von Natriumhydroxid in Wasser ist stark exotherm! Es wird Wärme freigesetzt und bei der Handhabung der Reaktion sollte vorsichtig vorgegangen werden. Pellets langsam in das Wasser geben und Auflösungsgefäß abkühlen bis die Auflösung abgeschlossen ist.

5.2.2 Fluorwasserstoffsäure (HF), $\rho_{(20\,°C)}$ = 1,16 g/cm^3; 48 % HF (Massenanteil).

WARNUNG — Fluorwasserstoffsäure ist eine sehr giftige Säure und dringt tief in Haut und Gewebe ein, sofern keine umgehende Behandlung erfolgt. Die Verletzung erfolgt in zwei Phasen: erstens durch Hydratation, durch die eine Gewebenekrose verursacht wird; und zweitens durch Eindringen von Fluoridionen tief in das Gewebe, die dabei mit Calcium reagieren. Borsäure und/oder andere komplexbildende Reagenzien sowie geeignete Behandlungsmittel sollten unverzüglich verabreicht werden. Geeignete sicherheitstechnische Literatur zu Rate ziehen, um den/die geeignete(n) Augenschutz, Schutzbekleidung und Schutzhandschuhe zu bestimmen, die beim Umgang mit Fluorwasserstoffsäure zu tragen sind. Vor dem Arbeiten mit dieser Säure stets angemessene Behandlungsmaterialien bereithalten.

ACHTUNG — Diese Chemikalie ist besonders gefährlich, wenn sie außerhalb spezialisierter Laborbedingungen verwendet wird. Es wurden Prüfungen durchgeführt, bei denen andere Fluorid-Donor-Derivatisierungsmittel (NaF) verwendet wurden, für die jedoch nachgewiesen wurde, dass sie für die Derivatisierung absorbierter Siloxane aus der Gasphase ungeeignet sind. Beim Umgang mit dieser Chemikalie unter Labor- und Feldbedingungen sind besondere Vorsichtsmaßnahmen zu ergreifen.

5.3 **Wasser,** entsprechend Qualität 1 nach ISO 3696

5.4 Reine Siloxanverbindungen:

Lineare Siloxane	Cyclische Siloxane
Hexamethyldisiloxan – L2; $C_6H_{18}OSi_2$	Hexamethylcyclotrisiloxan – D3; $C_6H_{18}O_3Si_3$
Octamethyltrisiloxan – L3; $C_8H_{24}O_2Si_3$	Octamethylcyclotetrasiloxan – D4; $C_8H_{24}O_4Si_4$
Decamethyltetrasiloxan – L4; $C_{10}H_{30}O_3Si_4$	Decamethylcyclopentasiloxan – D5; $C_{10}H_{30}O_5Si_5$
Dodecamethylpentasiloxan – L5; $C_{12}H_{36}O_4Si_5$	Dodecamethylcyclohexasiloxan – D6; $C_{12}H_{36}O_6Si_6$

Für die Durchführung der ersten und der regelmäßigen Qualitätskontrolle der Gültigkeit des Verfahrens werden mindestens eine Verbindung, die für lineare Siloxanverbindungen repräsentativ ist, und eine Verbindung, die für cyclische Siloxanverbindungen repräsentativ ist, angewendet.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 2613-1:2022-05

5.5 Farbfixierte pH-Indikatorstreifen, pH-Wertbereich von 0 bis 14, oder alternativ ein pH-Messgerät mit gegen HF beständiger Elektrode

5.6 Kalibrierlösungen

5.6.1 Allgemeines

Das folgende Verfahren zur Herstellung der Silicium-Standard- und -Kalibrierlösungen wird auf den unteren Bereich der Siliciumkonzentrationen in der Gasprobe angepasst. Wenn höhere Siliciumkonzentrationen gemessen werden müssen, werden die Konzentrationen der Arbeits-Standardlösung und Kalibrierlösung entsprechend angepasst.

Bei der Bestimmung des Siliciumgehalts in wässrigen Proben dürfen vom Zeitpunkt des Sammelns der Probe bis zum Abschluss der Analyse ausschließlich Laborgeräte aus Kunststoff, PTFE oder Quarz verwendet werden.

5.6.2 Zertifizierte ICP-Si-Stammlösung

Ein Beispiel für eine zertifizierte Si-Standardlösung ist (Wasser, Spuren HF) 10 000 µg/ml $\pm$ 0,5 % oder besser. Diese wird für den Nachweis der Herstellung der Kalibrierlösungen verwendet.

Zertifizierte Si-Standardlösungen anderer Konzentrationen können ebenfalls verwendet werden. Das Verfahren zur Herstellung der Standardlösung wird entsprechend angepasst.

Falls Si-Stammlösungen hausintern gravimetrisch aus salzhaltigem Silicium hergestellt werden, wird ein statistisches Verfahren angewendet, das erforderlich ist, um die genaue Konzentration zusammen mit dem Wert der Unsicherheit zu erhalten.

ANMERKUNG Literaturhinweise [1] [2] geben eine Anleitung.

5.6.3 Si-Standardlösung

ρ(Si) ≈ 100 mg/kg

Ein leerer 50-ml-Messkolben aus Kunststoff wird mit einer Analysenwaage (6.3) gewogen. Es werden etwa 10 ml 2 %ige Salpetersäure (Massenanteil) hinzugegeben. 0,5 ml Stammlösung (5.6.2) werden genau pipettiert und in den Kunststoffmesskolben gegeben. Mit 2 %iger Salpetersäure (Massenanteil) wird auf das Volumen verdünnt. Der volle Kunststoffmesskolben wird gewogen und die Siliciumkonzentration wird berechnet.

Die Lösung wird im Kunststoffmesskolben oder einem ähnlichen Gefäß aus siliciumfreiem Werkstoff, der ordnungsgemäß mit einem Stopfen verschlossen ist, bei Raumtemperatur oder gekühlt (~5 °C) gelagert. Die Lösung ist bei ordnungsgemäßer Lagerung für mindestens zwei Wochen stabil.

5.6.4 Si-Kalibrierlösungen

Mindestens fünf Kalibrierlösungen werden gravimetrisch entsprechend der erwarteten Siliciumkonzentration in der gesammelten Probe hergestellt.

Als Beispiel wird für den Bereich von 10 µg/kg Si bis 200 µg/kg Si wie folgt vorgegangen:

Leere 100-ml- (oder 200-ml)-Kunststoffmesskolben werden gewogen.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 2613-1:2022-05