

DIN EN ISO 439



ICS 77.080.01

Entwurf

Einsprüche bis 2019-05-01
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 439:2010-08

**Stahl und Eisen –
Bestimmung des Gesamtsiliziumgehaltes –
Gravimetrisches Verfahren (ISO/DIS 439:2019);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 439:2019**

Steel and cast irons –
Determination of silicon content –
Gravimetric method (ISO/DIS 439:2019);
German and English version prEN ISO 439:2019

Aciers et fontes –
Dosage du silicium total –
Méthode gravimétrique (ISO/DIS 439:2019);
Version allemande et anglaise prEN ISO 439:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-03-01 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 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, 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 28 Seiten

DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 439:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“, Unterkomitee SC 1 „Methods of determination of chemical composition“, dessen Sekretariat von JISC (Japan) gehalten wird in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN TC 459/ SC 02 „Chemische Analyse von Eisen und Stahl“ erarbeitet, 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 3698:1987	siehe	DIN ISO 3696:1991
ISO 14284	siehe	DIN EN ISO 14284

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 439:2010-08 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Neubewertung der Messergebnisse aus Vergleichsversuchen (Round-Robin Tests);
- b) redaktionelle Änderungen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3696:1991, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen*

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

Stahl und Eisen — Bestimmung des Gesamtsiliziumgehaltes - Gravimetrisches Verfahren (ISO/DIS 439:2019)

Aciers et fontes — Dosage du silicium total - Méthode gravimétrique (ISO/DIS 439:2019)

Steel and cast irons — Determination of silicon content - Gravimetric method (ISO/DIS 439:2019)

ICS: 77.040.30

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien	5
6 Geräte	6
7 Probenahme	6
8 Durchführung	6
8.1 Prüfmengen	6
8.2 Blindwertprüfung	6
8.3 Bestimmung	7
8.3.1 Angriff der Prüfmenge durch Säure und Bildung von hydratisiertem Siliziumdioxid	7
8.3.2 Filtration und Waschen	7
8.3.3 Wiederfindungsrate von Siliziumverbindungen im Filtrat	8
8.3.4 Ausglühen, Verflüchtigung von Siliziumdioxid und Wägen	8
9 Auswertung	8
9.1 Berechnungsverfahren	8
9.2 Präzision	9
10 Prüfbericht	9
Anhang A (informativ) Zusätzliche Information zum internationalen Ringversuch	10
Anhang B (informativ) Graphische Darstellung der Präzisionsdaten	13
Literaturhinweise	14

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 439:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 459/SC 2 „Chemische Analysen von Eisen und Stahl“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 439:2010 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 439:2019 wurde von CEN als prEN ISO 439:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (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 Themen 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.

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

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 439:1994), die technisch überarbeitet wurde.

1 Anwendungsbereich

Die vorliegende Internationale Norm legt ein gravimetrisches Verfahren zur Bestimmung des Gesamtsiliziumgehaltes in Stahl und Eisen fest.

Das Verfahren ist auf einen Siliziumgehalt zwischen 0,10 % (m/m) und 5,0 % (m/m) anwendbar.

ANMERKUNG Bei Proben, die Molybdän, Niobium, Tantal, Titan, Wolfram, Zirkonium oder einen hohen Anteil an Chrom enthalten, werden weniger präzise Ergebnisse als bei unlegierten Stählen erzielt.

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 3696:1987, *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

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

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

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

4 Kurzbeschreibung

Eine Prüfmenge wird durch Salzsäure und Salpetersäure angegriffen.

Säurelösliche Siliziumverbindungen werden in hydratisiertes Siliziumdioxid durch Eindampfen mit Perchlorsäure bis zur Entwicklung eines weißen Rauchs umgewandelt. Das hydratisierte Siliziumdioxid und säureunlösliche Siliziumverbindungen werden abfiltriert, zur Bildung eines unreinen Siliziumdioxids wird ausgeglüht und anschließend gewogen.

Der ausgeglühte Rückstand wird mit Fluorwasserstoffsäure und Schwefelsäure behandelt und anschließend ausgeglüht und gewogen.

5 Reagenzien

Zur Analyse sind, sofern nicht anders festgelegt, ausschließlich Reagenzien von anerkannter analytischer Reinheit und Wasser der Qualität 2, wie in ISO 3696 festgelegt, zu verwenden.

5.1 Salzsäure, ρ von etwa 1,19 g/ml.

5.2 Salzsäure, ρ von etwa 1,19 g/ml, Verdünnung 1 + 1.

Einer Menge von 500 ml Salzsäure (5.1) sind 500 ml Wasser hinzuzufügen und zu vermischen.

5.3 Salzsäure, ρ von etwa 1,19 g/ml, Verdünnung 1 + 19.

Einer Menge von 10 ml Salzsäure (5.1) sind 190 ml Wasser hinzuzufügen und zu vermischen.

5.4 Salpetersäure, ρ von etwa 1,40 g/ml, Verdünnung 3 + 1.

Einer Menge von 150 ml Salpetersäure, ρ von etwa 1,40, sind 50 ml Wasser hinzuzufügen und zu vermischen.

5.5 Fluorwasserstoffsäure, ρ von etwa 1,14 g/ml.

5.6 Perchlorsäure, ρ von etwa 1,67 g/ml.

WARNUNG — Perchlorsäuredämpfe können in Anwesenheit von Ammoniak, Dämpfen nitroser Gase oder organischen Stoffen im Allgemeinen Explosionen verursachen.

ANMERKUNG Perchlorsäure (ρ von etwa 1,54 g/ml) darf ebenfalls verwendet werden.

5.7 Schwefelsäure, Verdünnung 1 + 1.

Eine Menge von 50 ml Salpetersäure, ρ von etwa 1,84 g/ml, ist vorsichtig einer Menge von 50 ml Wasser zuzuführen und zu vermischen und dabei kühl zu halten.

6 Geräte

Übliche Laborgeräte und die folgenden Geräte:

6.1 Platintiegel, mit einem Fassungsvermögen von etwa 30 ml.

6.2 Muffelofen, einstellbar auf 800 °C bis 1 100 °C.

6.3 Filterpapier, mittlere Porengröße, bekannter niedriger Aschegehalt.

7 Probenahme

Die Probenahme ist nach ISO 14284 oder entsprechenden nationalen Normen für Stahl und Gusseisen durchzuführen.

8 Durchführung

8.1 Prüfmengen

Es sind Fräs- oder Bohrspäne mit einer Höchstdicke von 0,2 mm zu verwenden.

Entsprechend dem angenommenen Siliziumgehalt ist eine Prüfmenge mit der folgenden Masse (m_0) auf 1 mg einzuwägen:

- a) bei einem Siliziumgehalt zwischen 0,10 % (m/m) und 0,50 % (m/m): $m_0 \approx 5$ g;
- b) bei einem Siliziumgehalt zwischen 0,50 % (m/m) und 2,5 % (m/m): $m_0 \approx 2,5$ g;
- c) bei einem Siliziumgehalt zwischen 2,5 % (m/m) und 5,0 % (m/m): $m_0 \approx 1$ g.

8.2 Blindwertprüfung

Parallel zur Bestimmung ist eine Blindwertprüfung nach demselben Verfahren und unter Verwendung der gleichen Mengen für alle Reagenzien durchzuführen.

8.3 Bestimmung

8.3.1 Angriff der Prüfmenge durch Säure und Bildung von hydratisiertem Siliziumdioxid

Die Prüfmenge (8.1) ist in ein Becherglas aus säurebeständigem Glas geeigneter Größe zu geben.

Es sind 30 ml Salzsäure (5.1) hinzuzufügen, und anschließend ist das Becherglas, das mit einem Uhrglas abgedeckt ist, leicht zu erwärmen, bis die Reaktion abgeklungen ist. Durch eine vorsichtige Zugabe von 15 ml Salpetersäure (5.4) ist die Prüfmenge zu oxidieren. Sobald die ziemlich starke Reaktion abgeklungen ist, ist das Uhrglas mit einer geringen Menge an heißem Wasser zu spülen, und die Spülflüssigkeiten sind im Becherglas aufzufangen. Es ist ein in Tabelle 1 angegebenes Volumen an Perchlorsäure (5.6) zuzugeben.

Tabelle 1 — Volume der Perchlorsäure (5.6)

Masse der Prüfmenge (8.1) g	Volumen der Perchlorsäure (5.6) ml	
	$\rho = 1,67 \text{ g/ml}$	$\rho = 1,54 \text{ g/ml}$
5	60	75
2,5	40	50
1	25	35

WARNUNG — Um Überkochen infolge einer sehr starken Reaktion zu vermeiden, muss Perchlorsäure (5.6) in kleinen Mengen vorsichtig zugegeben werden, vor allem wenn eine Prüfmenge von 5 g verwendet wurde.

Das unbedeckte Becherglas ist leicht zu erwärmen, bis der Säureangriff vollständig abgeschlossen ist, anschließend ist kräftiger zu erhitzen. Sobald sich die ersten weißen Perchlorsäuredämpfe zeigen, ist das Becherglas mit dem Uhrglas zu bedecken, und das Abrauchen ist etwa 20 min fortzusetzen.

ANMERKUNG Wenn die Legierung Chrom mit Gehalten von mehr als 1% enthält, wird empfohlen, auf das Erscheinen der charakteristischen roten Farbe der Chromsäure abzuwarten. In diesem Stadium kann Chrom als Chromylchlorid entfernt werden: langsam entlang der Seiten des Bechers 1 bis 2 ml Salzsäure (5.1) abgießen. Es ist weiter zu erhitzen, bis reichlich perchlorhaltige Dämpfe entstehen und Chrom wieder oxidiert. Dieser Vorgang ist so oft wie nötig zu wiederholen, bis die perchlorierten Dämpfe nicht mehr orangefarben sind, wenn Salzsäure zugesetzt wird.

Es ist abkühlen zu lassen, vorsichtig mit 5 ml Salzsäure (5.1) anzuweichen leicht zu erwärmen, bei 70 °C bis 80 °C mit 100 ml Wasser zu verdünnen und erneut zu erwärmen, bis die Salze aufgelöst sind (wobei darauf zu achten ist, dass die Lösung nicht zum Kochen gebracht werden darf).

8.3.2 Filtration und Waschen

Mit einem Glasstab, dessen Spitze mit Gummi überzogen ist, sind hydratisiertes Siliziumdioxid oder säureunlösliche Siliziumverbindungen, die am Becherglas haften können, von den Wänden abzulösen und sofort durch ein Filterpapier (6.3), das mit ein wenig Papierpulpe der gleichen Qualität versehen ist, zu filtrieren.

Das Becherglas und das Filter sind mit heißer Salzsäure (5.3) zu waschen, wobei das hydratisierte Siliziumdioxid und säureunlösliche Siliziumverbindungen auf das Filter überführt werden, und anschließend ist zuerst mit heißer Salzsäure (5.2) und dann mit kaltem Wasser bis zur vollständigen Entfernung der Eisensalze zu waschen (siehe Anmerkung).

ANMERKUNG Das Filter sollte sorgfältig gewaschen werden, um beim Ausglühen das Herausfallen und einen Verlust an Rückstand, das auf die Perchlorsäure zurückzuführen ist, zu vermeiden.