

DIN EN ISO 4829-1

ICS 77.080.01

Entwurf

Einsprüche bis 2017-02-02
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 24829-1:1992-10

**Stahl- und Gusseisen –
Bestimmung des Gesamtsiliciumanteils –
Spektrophotometrische Methode mit reduziertem Molybdosilicat –
Teil 1: Siliciumanteile zwischen 0,05 % und 1,0 % (ISO/DIS 4829-1:2016);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 4829-1:2016**

Steel and cast iron –
Determination of total silicon contents –
Reduced molybdosilicate spectrometric method –
Part 1: Silicon contents between 0,05 % and 1,0 % (ISO/DIS 4829-1:2016);
German and English version prEN ISO 4829-1:2016

Aciers –
Détermination du silicium total –
Méthode spectrophotométrique au molybdosilicate réduit –
Partie 1: Teneurs en silicium entre 0,05 % et 1,0 % (ISO/DIS 4829-1:2016);
Version allemande et anglaise prEN ISO 4829-1:2016

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 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 33 Seiten

DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4829-1:2016) wurde vom Technischen Komitee ECISS/TC 102 „Chemische Analyse von Eisen und Stahl“ (Sekretariat: SIS, Schweden) des Europäischen Komitees für die Eisen- und Stahlnormung (ECISS) ausgearbeitet.

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 der prEN ISO 4829-1 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 24829-1:1992-10 wurden folgende, wesentliche Änderungen vorgenommen:

- a) Hinzunahme von Ammoniumhexafluorsilicat $[(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6]$ für die Herstellung der Silicium-Standardlösung. Die Einzelheiten gelten entsprechend auch für ISO 4829-2:2016;
- b) Korrektur der Berechnungsmethode. Die Korrekturen beziehen sich entsprechend auch auf ISO 4829-2:2016;
- c) redaktionelle Änderungen.

**Stahl- und Gusseisen — Bestimmung des Gesamtsiliciumanteils -
Spektrophotometrische Methode mit reduziertem Molybdatosilicat —
Teil 1: Siliciumanteile zwischen 0,05 % und 1,0 % (ISO/DIS 4829-1:2016)**

*Aciers — Détermination du silicium total - Méthode spectrophotométrique au silicomolybdate réduit — Partie 1 :
Teneurs en silicium entre 0,05 % et 1,0 % (ISO/DIS 4829-1:2016)*

*Steel and cast iron — Determination of total silicon contents - Reduced molybdosilicate spectrometric method —
Part 1: Silicon contents between 0,05 % and 1,0 % (ISO/DIS 4829-1:2016)*

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Kurzbeschreibung	6
4 Reagenzien	6
4.1 Hochreines Eisen, mit einem Siliciumgehalt von 0,0005 % (Massenanteil) oder weniger	6
4.2 Natriumperoxid, Teilchengröße < 500 µm.	6
4.3 Salpetersäure, $\rho \approx 1,40$ g/ml, 3 + 17 verdünnt	6
4.4 Schwefelsäure, $\rho \approx 1,84$ g/ml, 1 + 3 verdünnt.	7
4.5 Schwefelsäure, $\rho \approx 1,84$ g/ml, 1 + 19 verdünnt	7
4.6 Salzsäure-Salpetersäure-Gemisch (Königswasser)	7
4.7 Schwefelsäure/Salpetersäure-Mischung	7
4.8 Ascorbinsäure, Lösung mit 20 g/l	7
4.9 Oxalsäure, Lösung mit 50 g/l	7
4.10 Wasserstoffperoxid, Lösung mit 60 g/l.	7
4.11 Kaliumpermanganat, Lösung mit 22,5 g/l	7
4.12 Natriummolybdat, Lösung mit 25 g/l	7
4.13 Silicium-Standardlösung, Lösung von 1 g/l.	7
4.13.1 Herstellung mit Siliciumdioxid	8
4.13.2 Herstellung mit Ammoniumhexafluorsilikat	8
4.14 Silicium-Standardlösung, Lösung von 200 mg/l.	8
5 Geräte	8
5.1 Becher und Deckel, aus Polypropylen oder Polytetrafluorethylen.	8
5.2 Zirkontiegel, mit 50 ml Fassungsvermögen	8
5.3 Glasgeräte für Maßanalyse	8
5.4 Spektrophotometer	9
6 Probenahme	9
7 Durchführung	9
7.1 Einwaage	9
7.2 Blindwert	9
7.3 Bestimmung	9
7.3.1 Lösen der Probemenge	9
7.3.2 Behandlung des unlöslichen Rückstands	10
7.3.3 Herstellung der Prüflösung	10
7.3.4 Farbentwicklung	10
7.3.5 Spektrophotometrische Messungen	11
7.4 Erstellung der Kalibrierkurve	11
7.4.1 Herstellung der Kalibrierlösungen	11
7.4.2 Spektrophotometrische Messungen	12
7.4.3 Erstellung der Kalibrierkurven	12
8 Auswertung	12
8.1 Berechnungsverfahren	12
8.2 Präzision	13
9 Prüfbericht	14

Anhang A (informativ) Zusätzliche Informationen zu der internationalen Ringprüfung	15
Anhang B (informativ) Graphische Darstellung von Präzisionsdaten.....	16
Literaturhinweise.....	17

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4829-1:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Stahl“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ECISS/TC „Chemische Analyse von Eisen und Stahl“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 4829-1:2016 wurde vom CEN als prEN ISO 4829-1:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees 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 Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen 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. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien 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 empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 17 „Steel“, Unterkomitee SC 1 „Methods of determination of chemical composition“.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 4829-1:1986), die technisch überarbeitet wurde.

ISO 4829 besteht unter dem allgemeinen Titel *Steel and cast iron — Determination of silicon — Reduced molybdosilicate spectrophotometric method* aus folgenden Teilen:

- *Part 1: Silicon mass fraction between 0,05 % and 1,0 %*
- *Part 2: Silicon mass fraction between 0,01 % and 0,05 %*

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 4829 legt ein spektrophotometrisches Verfahren mit reduziertem Molybdatosilicat zur Bestimmung des Gesamtsiliciumanteils in Stahl und Gusseisen fest.

Dieses Verfahren lässt sich auf Siliciumanteile im Bereich von 0,05 % und 1,0 % (Massenanteil) anwenden.

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 648, *Laboratory glassware — Single-volume pipettes*

ISO 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 Kurzbeschreibung

Eine Probemenge wird in einem Salzsäure-Salpetersäure-Gemisch (Königswasser) aufgelöst.

Der säureunlösliche Rückstand wird mit Natriumperoxid aufgeschlossen. Der oxidierte Molybdatosilicat-Komplex (gelb) wird in schwachsaurer Lösung erhalten.

Nach Erhöhung der Schwefelsäurekonzentration und Zugabe von Oxalsäure zur Verhinderung des störenden Einflusses von Phosphor, Arsen und Vanadium wird der Molybdatosilicat-Komplex selektiv mit Ascorbinsäure zum blauen Komplex reduziert.

Der reduzierte blaue Komplex wird bei einer Wellenlänge von etwa 810 nm spektrophotometrisch analysiert.

4 Reagenzien

Falls nicht anders angegeben, sind bei der Analyse nur Reagenzien von bekannter analytischer Reinheit und nur Wasser der Qualität 2 nach ISO 3696 zu verwenden. Es darf kein durch Ionenaustausch voll entsalztes Wasser verwendet werden, da es erhebliche Mengen an kolloidalem Siliciumdioxid enthalten kann.

Alle Lösungen sind frisch anzusetzen und in Polypropylen- oder Polytetrafluorethylenbehältern aufzubewahren.

4.1 Hochreines Eisen, mit einem Siliciumgehalt von 0,0005 % (Massenanteil) oder weniger.

4.2 Natriumperoxid, Teilchengröße < 500 µm.

4.3 Salpetersäure, $\rho \approx 1,40$ g/ml, 3 + 17 verdünnt.

150 ml Salpetersäure, $\rho \approx 1,40$ g/ml, sind vorsichtig unter kontinuierlichem Rühren zu 600 ml Wasser, zu versetzen. Die Lösung ist abzukühlen, auf 1 l zu verdünnen und zu durchmischen.

4.4 Schwefelsäure, $\rho \approx 1,84$ g/ml, 1 + 3 verdünnt.

250 ml Schwefelsäure, $\rho \approx 1,84$ g/ml, sind vorsichtig unter kontinuierlichem Rühren zu 600 ml Wasser, zu versetzen. Die Lösung ist abzukühlen, auf 1 l zu verdünnen und zu durchmischen.

4.5 Schwefelsäure, $\rho \approx 1,84$ g/ml, 1 + 19 verdünnt.

50 ml Schwefelsäure, $\rho \approx 1,84$ g/ml, sind vorsichtig unter kontinuierlichem Rühren zu 800 ml Wasser, zu versetzen. Die Lösung ist abzukühlen, auf 1 l zu verdünnen und zu durchmischen.

4.6 Salzsäure-Salpetersäure-Gemisch (Königswasser)

180 ml Salzsäure, $\rho \approx 1,19$ g/ml, und 65 ml Salpetersäure, $\rho \approx 1,40$ g/ml, sind vorsichtig unter kontinuierlichem Rühren zu 500 ml Wasser, zu versetzen. Die Lösung ist abzukühlen, auf 1 l zu verdünnen und zu durchmischen.

4.7 Schwefelsäure/Salpetersäure-Mischung.

35 ml Schwefelsäure, $\rho \approx 1,84$ g/ml, und 45 ml Salpetersäure, ρ etwa 1,40 g/ml, werden vorsichtig zu 500 ml Wasser hinzugefügt, dabei wird umgerührt. Die Lösung wird abgekühlt, mit 1 l Wasser verdünnt und gemischt.

4.8 Ascorbinsäure, Lösung mit 20 g/l.

Diese Lösung ist frisch anzusetzen.

4.9 Oxalsäure, Lösung mit 50 g/l.

5 g Oxalsäure-Dihydrat ($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$) sind in Wasser zu lösen, auf 100 ml zu verdünnen und zu durchmischen.

4.10 Wasserstoffperoxid, Lösung mit 60 g/l.

200 ml Wasserstoffperoxid, 300 g/l, sind auf 1 l zu verdünnen und zu durchmischen.

4.11 Kaliumpermanganat, Lösung mit 22,5 g/l.

Diese Lösung ist vor Gebrauch zu filtrieren, um feine Partikel von MnO_2 zu entfernen, die in der Lösung vorhanden sein könnten, da diese die Messung beeinflussen.

4.12 Natriummolybdat, Lösung mit 25 g/l.

2,5 g Natriummolybdat-Dihydrat ($Na_2MoO_4 \cdot 2 H_2O$) sind in 50 ml Wasser zu lösen und durch ein mittelporiges Filterpapier zu filtrieren.

Unmittelbar vor Gebrauch sind 15 ml Schwefelsäure (4.4) hinzuzugeben, auf 100 ml mit Wasser zu verdünnen und zu durchmischen.

4.13 Silicium-Standardlösung, Lösung von 1 g/l.

Es ist eine Silicium-Standardlösung mit 1 g/l herzustellen, indem die in 4.13.1 oder 4.13.2 beschriebenen Verfahren angewandt werden.

4.13.1 Herstellung mit Siliciumdioxid

2,1393 g frisch kalziniertes hochreines Siliciumdioxid ($> 99,9\% \text{ SiO}_2$) sind auf 0,1 mg einzuwägen und in einen Platintiegel zu überführen.

Das hochreine Siliciumdioxid ist unmittelbar vor Gebrauch 1 Stunde bei $1100\text{ }^\circ\text{C}$ zu kalzinieren und in einem Exsikkator abzukühlen.

Das Siliciumdioxid ist mit 16 g wasserfreiem Natriumcarbonat gründlich zu vermischen und bei $1050\text{ }^\circ\text{C}$ 30 min aufzuschließen. Der Aufschluss ist mit 100 ml Wasser in ein Polypropylen- oder Polytetrafluorethylenbecherglas zu extrahieren.

ANMERKUNG Die Extraktion des Fusionsproduktes kann eine leichte Erwärmung erfordern.

Der Extrakt, der keinerlei Rückstand enthalten sollte, ist in einen 1000-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und zu durchmischen. Die Lösung ist unmittelbar danach zur Aufbewahrung in eine gut verschlossene Polytetrafluorethylenflasche zu überführen. 1 ml dieser Standardlösung enthält 1 mg Silicium.

4.13.2 Herstellung mit Ammoniumhexafluorsilikat

In einem Ofen sind mehrere Gramm von Ammoniumhexafluorsilikat $[(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6]$ bei $105\text{ }^\circ\text{C}$ bis $110\text{ }^\circ\text{C}$ etwa 1 h zu trocknen und in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abzukühlen.

In einem geeigneten Kunststoffbecher sind 3,1710 g des getrockneten Produkts auf 0,1 mg einzuwägen und in heißem Wasser (etwa $80\text{ }^\circ\text{C}$) aufzulösen.

Die Lösung ist abkühlen zu lassen und quantitativ in einen 500-ml-Messkolben aus Polyethylen zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und gut zu durchmischen.

1 ml dieser Standardlösung enthält 1 mg Silicium.

4.14 Silicium-Standardlösung, Lösung von 200 mg/l.

50,0 ml von einer der Silicium-Stammlösungen (4.13.1 oder 4.13.2) sind in einen 250-ml-Messkolben (7.3) zu überführen. Die Lösung ist bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und zu durchmischen. Die Lösung ist zum sofortigen Gebrauch in eine gut verschlossene Polytetrafluorethylenflasche zu überführen.

1 ml dieser Standardlösung enthält $200\text{ }\mu\text{g}$ Silicium.

5 Geräte

Es müssen die üblichen Laborprüfeinrichtungen sowie folgende Gegenstände verwendet werden:

5.1 Becher und Deckel, aus Polypropylen oder Polytetrafluorethylen.

5.2 Zirkontiegel, mit 50 ml Fassungsvermögen

ANMERKUNG Alternativ können Tiegel aus glasartigem Kohlenstoff anstelle der Zirkontiegel verwendet werden.

5.3 Glasgeräte für Maßanalyse

Alle Glasgeräte für Maßanalyse müssen der Klasse A nach der jeweils zutreffenden ISO 648 oder ISO 1042 entsprechen.