

DIN EN ISO 4938

ICS 77.040.30

Einsprüche bis 2014-03-10
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 24938:1992-10

Entwurf

**Stahl und Eisen –
Bestimmung des Nickelgehalts –
Gravimetrisches oder titrimetrisches Verfahren (ISO/DIS 4938:2013);
Deutsche Fassung prEN ISO 4938:2013**

Steel and iron –
Determination of nickel content –
Gravimetric or titrimetric method (ISO/DIS 4938:2013);
German version prEN ISO 4938:2013

Aciers et fontes –
Détermination du nickel –
Méthode gravimétrique ou titrimétrique (ISO/DIS 4938:2013);
Version allemande prEN ISO 4938:2013

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-01-10 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Eisen und Stahl (FES) im DIN, 40042 Düsseldorf, Postfach 10 51 45 (Hausanschrift: 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 21 Seiten

Normenausschuss Eisen und Stahl (FES) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4938:2013) 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 Normenausschusses Eisen und Stahl (FES).

Änderungen

Gegenüber DIN EN 24938:1992-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) redaktionelle Änderungen.

Stahl und Eisen — Bestimmung des Nickelgehalts — Gravimetrisches oder titrimetrisches Verfahren (ISO/DIS 4938:2013)

Aciers et fontes — Détermination du nickel — Méthode gravimétrique ou titrimétrique (ISO/DIS 4938:2013)

Steel and iron — Determination of nickel content — Gravimetric or titrimetric method (ISO/DIS 4938:2013)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung des Verfahrens	4
4 Reagenzien	5
5 Geräte	7
6 Probenahme	7
7 Durchführung	8
7.1 Probemenge	8
7.2 Bestimmung	8
7.2.1 Herstellung der Messlösung	8
7.2.2 Erste Nickelfällung	8
7.2.3 Nickel-Zweitfällung (siehe Anmerkung 1)	9
7.2.4 Gravimetrische Bestimmung	10
7.2.5 Titrimetrische Bestimmung	10
8 Auswertung	11
8.1 Berechnung	11
8.1.1 Gravimetrische Bestimmung	11
8.1.2 Titrimetrische Bestimmung	11
8.2 Präzision	12
9 Prüfbericht	12
Anhang A (informativ) Zusätzliche Angaben zu den internationalen Ringversuchen	13
Anhang B (informativ) Grafische Darstellung der Angaben zur Präzision	14
Anhang C (normativ) Bestimmung von Nickel in kombinierten Filtraten mit einem Atomabsorptionsspektrometer	16
C.1 Allgemeines	16
C.2 Reagenzien	16
C.3 Geräte	16
C.4 Durchführung	17
C.4.1 Erstellung der Kalibrierkurve	17
C.4.2 Einstellungen am Atomabsorptionsspektrometer	17
C.4.3 Messungen mit dem Atomabsorptionsspektrometer	17
C.4.4 Kalibrierkurve	17
C.5 Darstellung der Ergebnisse	18
Literaturhinweise	19

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4938:2013) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ECISS/TC 102 „Chemische Analyse von Eisen und Stahl“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 24938:1990 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 4938:2013 wurde vom CEN als prEN ISO 4938:2013 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein gravimetrisches oder titrimetrisches Verfahren zur Bestimmung des Nickelgehalts in Stahl und Eisen fest.

Das Verfahren lässt sich auf Nickelgehalte im Bereich von 1 % bis 30 % Massenanteil Nickel 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 385, *Laboratory glassware — Burettes*

ISO 648, *Laboratory glassware — One mark pipettes*

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

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

ISO 4793, *Laboratory sintered (fritted) filters — Porosity grading, classification and designation*

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

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Eine Probemenge wird mit geeigneten Säuren gelöst.

Fällung des Nickels als Nickeldimethylglyoxim.

- Cobalt wird, falls vorhanden, durch Kaliumhexacyanoferrat(III) oxidiert;
- Kupfer wird, falls zusammen mit Cobalt vorhanden, vorzugsweise durch potentialkontrollierte Elektrolyse entfernt.

Der Niederschlag wird in Säure gelöst und das Nickel anschließend das zweite Mal als Nickeldimethylglyoxim ausgefällt.

Bei gravimetrischer Bestimmung wird der getrocknete Nickeldimethylglyoxim-Niederschlag gewogen.

Bei titrimetrischer Bestimmung wird der Niederschlag in saurer Lösung mit überschüssiger EDTA- Na_2 -Lösung versetzt und das überschüssige EDTA- Na_2 mit Zinksalzlösung und Xylenorange als Indikator zurücktitriert.

In beiden Fällen erfolgt die Bestimmung des Restnickels in Filtrat durch Absorptionsspektrometrie.

4 Reagenzien

Falls nicht anders angegeben, sind bei der Analyse nur Reagenzien von bekannter analytischer Reinheit und nur destilliertes Wasser von Grad 2 nach ISO 3696 oder Wasser gleicher Reinheit zu verwenden.

4.1 Natriumhydrogensulfat (NaHSO_4)

4.2 Ethanol, 95 % Volumenanteil

4.3 Essigsäure, $\rho \approx 1,05 \text{ g/ml}$

4.4 Flusssäure, $\rho \approx 1,15 \text{ g/ml}$

WARNUNG — Flusssäure ist stark reizend und ätzend gegenüber Haut und Schleimhäuten und ruft starke Verbrennungen der Haut hervor, die langsam heilen. Bei Kontakt mit der Haut, gut mit Wasser waschen, topisches Gel aufbringen, das 2,5 % Massenanteil Kalziumgluconat enthält, und sofort ärztliche Hilfe suchen.

4.5 Salpetersäure, $\rho \approx 1,40 \text{ g/ml}$

4.6 Perchlorsäure, $\rho \approx 1,54 \text{ g/ml}$

WARNUNG — Perchlorsäuredampf kann generell in Gegenwart von Ammoniak, nitrosen Dämpfen oder organischen Stoffen zu Explosionen führen.

4.7 Schwefelsäure, $\rho \approx 1,84 \text{ g/ml}$

4.8 Ammoniaklösung, $\rho \approx 0,90 \text{ g/ml}$

4.9 Salzsäure, $\rho \approx 1,19 \text{ g/ml}$, 1 + 1 verdünnt

500 ml Salzsäure ($\rho \approx 1,19 \text{ g/ml}$) sind mit 500 ml Wasser zu versetzen.

4.10 Salzsäure, $\rho \approx 1,40 \text{ g/ml}$, 1 + 99 verdünnt

10 ml Salzsäure ($\rho \approx 1,19 \text{ g/ml}$) sind mit 990 ml Wasser zu versetzen.

4.11 Salpetersäure, $\rho \approx 1,40 \text{ g/ml}$, 2 + 3 verdünnt

200 ml Salpetersäure (4.5) sind mit 300 ml Wasser zu versetzen.

4.12 Perchlorsäure, $\rho \approx 1,54 \text{ g/ml}$, 1 + 49 verdünnt

10 ml Perchlorsäure (4.6) sind mit 490 ml Wasser zu versetzen.

4.13 Ammoniaklösung, $\rho \approx 0,90 \text{ g/ml}$, 1 + 1 verdünnt

500 ml Ammoniaklösung (4.8) sind mit 500 ml Wasser zu versetzen.

4.14 Ammoniaklösung, $\rho \approx 0,90 \text{ g/ml}$, 1 + 3 verdünnt

100 ml Ammoniaklösung (4.8) sind mit 300 ml Wasser zu versetzen.

4.15 Salzsäure-Salpetersäure-Gemisch (Königswasser)

3 Volumenteile Salzsäure, ($\rho \approx 1,19 \text{ g/ml}$) sind mit 1 Volumenanteil Salpetersäure (4.5) zu versetzen.

Diese Lösung ist unmittelbar vor Gebrauch anzusetzen.