

**DIN EN ISO 4945**

ICS 77.080.20

Einsprüche bis 2018-02-08  
Vorgesehen als Ersatz für  
DIN EN ISO 4945:2010-03

**Entwurf**

**Stahl –  
Bestimmung des Stickstoffgehalts –  
Spektralphotometrisches Verfahren (ISO/DIS 4945:2017);  
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 4945:2017**

Steel –  
Determination of nitrogen –  
Spectrophotometric method (ISO/DIS 4945:2017);  
German and English version prEN ISO 4945:2017

Acier –  
Détermination de l'azote –  
Méthode spectrophotométrique (ISO/DIS 4945:2017);  
Version allemande et anglaise prEN ISO 4945:2017

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-12-08 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](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [fes@din.de](mailto:fes@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://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 36 Seiten

DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES)

## **Nationales Vorwort**

Dieses Dokument (prEN ISO 4945:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Methods of determination of the chemical composition“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ECISS/TC 102 „Chemisch 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.

## **Änderungen**

Gegenüber DIN EN ISO 4945:2010-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) detaillierte Beschreibung der Prüfverfahren;
- b) Ergebnisse von Ringversuchen zur statistischen Einordnung der Prüfungsgenauigkeit;
- c) Anhang mit detaillierteren Darstellungen möglicher Destillationsapparaturen;
- d) Anhang mit grafischer, statistischer Darstellung mittlerer Standardabweichungen bei der Massebestimmung der Stickstoffgehalte;
- e) redaktionelle Überarbeitung.

## **Stahl — Bestimmung des Stickstoffgehalts — Spektralphotometrisches Verfahren (ISO/DIS 4945:2017)**

*Acier — Détermination de l'azote — Méthode spectrophotométrique (ISO/DIS 4945:2017)*

*Steel — Determination of nitrogen — Spectrophotometric method (ISO/DIS 4945:2017)*

ICS: 77.080.20

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokumentstufe:

Dokumentsprache: D

STD Version 2.9a

## Inhalt

|                                                                                        | Seite |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort .....                                                             | 3     |
| Vorwort .....                                                                          | 4     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                              | 5     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                         | 5     |
| 3 Begriffe .....                                                                       | 5     |
| 4 Kurzbeschreibung .....                                                               | 5     |
| 5 Reagenzien .....                                                                     | 6     |
| 6 Prüfgeräte .....                                                                     | 7     |
| 7 Probennahme .....                                                                    | 7     |
| 8 Verfahren .....                                                                      | 8     |
| 8.1 Prüfmenge .....                                                                    | 8     |
| 8.2 Blindversuch .....                                                                 | 8     |
| 8.3 Bestimmung .....                                                                   | 8     |
| 8.3.1 Lösen der Prüfmenge .....                                                        | 8     |
| 8.3.2 Behandlung des nicht löslichen Rückstands .....                                  | 8     |
| 8.3.3 Wasserdampfdestillation (siehe Bild A.1, Bild A.2 oder Bild A.3) .....           | 9     |
| 8.3.4 Bildung des gefärbten Komplexes .....                                            | 9     |
| 8.3.5 Spektralphotometrische Messungen .....                                           | 9     |
| 8.4 Festlegen der Kalibrierkurve .....                                                 | 10    |
| 8.4.1 Vorbereitung der Kalibrierlösung .....                                           | 10    |
| 8.4.2 Spektralphotometrische Messungen .....                                           | 10    |
| 8.4.3 Erstellen der Kalibrierkurve .....                                               | 11    |
| 9 Angabe der Ergebnisse .....                                                          | 11    |
| 9.1 Berechnungsverfahren .....                                                         | 11    |
| 9.2 Präzision .....                                                                    | 12    |
| 10 Prüfbericht .....                                                                   | 12    |
| Anhang A (informativ) Beispiele für Destillationsapparaturen .....                     | 13    |
| Anhang B (informativ) Zusätzliche Informationen zu internationalen Ringversuchen ..... | 16    |
| Anhang C (informativ) Grafische Darstellung der Fehlergrenzen .....                    | 17    |
| Literaturhinweise .....                                                                | 18    |

## **Europäisches Vorwort**

Dieses Dokument (prEN ISO 4945:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Methods of determination of the chemical composition“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ECISS/TC 102 „Chemisch Analyse von Eisen und Stahl“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

### **Anerkennungsnotiz**

Der Text von ISO/DIS 4945:2017 wurde von CEN als prEN ISO 4945:2017 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](http://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](http://www.iso.org/patents)).

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

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen, sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link [www.iso.org/iso/foreword.html](http://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 4945:1977), die technisch überarbeitet wurde.

## 1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein spektralphotometrisches Verfahren zur Bestimmung des Stickstoffgehalts in Stahl fest.

Das Verfahren ist anwendbar für die Bestimmung von Massenanteilen von Stickstoff zwischen 0,000 6 % und 0,050 % in niedriglegierten Stählen und zwischen 0,01 % und 0,050 % in hochlegierten Stählen.

Das Verfahren ist jedoch nicht auf Proben anwendbar, die Siliciumnitrid enthalten.

Das Verfahren ist nicht auf Proben mit einem Siliciumgehalt  $> 0,6$  % anwendbar.

## 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 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 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*

ISO 5725-3, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method*

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: unter <http://www.electropedia.org/>

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

## 4 Kurzbeschreibung

Lösen einer Prüfmenge in Salzsäure.

Abrauchen der nicht säurelöslichen Rückstände in Schwefelsäure mit Kaliumsulfat und Kupfer(II)-sulfat.

Destillieren der alkalisierten Lösung mit Natriumhydroxid und Sammlung von Ammoniak in einer Vorlage mit verdünnter Schwefelsäure.

Bildung eines blau gefärbten Komplexes aus Ammoniumionen und Phenol in Anwesenheit von Natriumhypochlorit und Natriumpentacyanonitrosylferrat(III) (Nitroprussid-Natrium).

Spektralphotometrische Messung des Komplexes bei einer Wellenlänge von etwa 640 nm.

## 5 Reagenzien

Zur Analyse sind, soweit nicht anders festgelegt, nur Reagenzien in anerkannter Analysenreinheit und nur frisch hergestelltes Wasser der Qualität 2 nach ISO 3696 anzuwenden.

### 5.1 Salzsäurelösung, 1 + 1

Zu 500 ml Wasser sind 500 ml Salzsäure ( $\rho$  etwa 1,19 g/ml) hinzuzufügen und zu mischen.

### 5.2 Schwefelsäure, $\rho$ etwa 1,84 g/ml, frei von Stickstoffverbindungen.

ANMERKUNG 1 Es wird empfohlen, die Säure durch Verdampfen aufzubereiten, bis der Rauch der Schwefelsäure erscheint und auch weitere 20–30 min während der Verwendungsdauer.

### 5.3 Schwefelsäurelösung, etwa 0,02 mol/l

Zu etwa 700 ml Wasser sind in kleinen Mengen 30 ml Schwefelsäure hinzufügen. Die Lösung ist nach dem Abkühlen bis zu einem Volumen von 1 Liter mit Wasser aufzufüllen und zu mischen. 40 ml dieser Lösung sind mit Wasser auf 1 Liter zu verdünnen und zu mischen.

### 5.4 Natriumhydroxid, Lösung mit 500 g/l.

500 g Natriumhydroxid-Kügelchen sind in Wasser zu lösen. Die Lösung ist abzukühlen, mit Wasser auf 1 Liter zu verdünnen und zu mischen.

### 5.5 Natriumhydroxid, Lösung mit 7,5 g/l.

15 ml Natriumhydroxid (5.4) sind mit Wasser auf 1 Liter zu verdünnen und zu mischen.

### 5.6 Kaliumsulfat

### 5.7 Kupfer(II)-sulfat-Pentahydrat, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

### 5.8 Dinatriumhydrogenphosphat, 0,1-M-Lösung.

36 g Dinatriumhydrogenphosphat-Dodecahydrat ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) sind in Wasser zu lösen, bis zu einem Volumen von 1 Liter mit Wasser aufzufüllen und zu mischen.

### 5.9 Natriumhypochlorit, $\text{NaClO}$ , Lösung mit etwa 0,3 % (Massenanteil) aktivem Chlor.

Diese Lösung ist drei Tage oder länger bei einer Temperatur unter 10 °C aufzubewahren.

### 5.10 Natriumphenoxid, Lösung.

Unter Rühren und Kühlen sind zu einer Mischung aus 10 ml einer Natriumhydroxidlösung mit 250 g/l und 80 ml Wasser 5 g Phenol hinzuzufügen. Die Lösung ist bis zu einem Volumen von 100 ml mit Wasser aufzufüllen und zu mischen.

Diese Lösung ist unmittelbar vor Gebrauch anzusetzen.

### 5.11 Dinatriumpentacyanonitrosylferrat(III), Lösung mit 0,25 g/l.

10 g Dinatriumpentacyanonitrosylferrat(III)-dihydrat (Nitroprussid-Natrium-Dihydrat) [ $\text{Na}_2\{\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}\} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ] sind in Wasser zu lösen, bis zu einem Volumen von 1 Liter mit Wasser aufzufüllen und zu mischen.

25 ml dieser Lösung sind unmittelbar vor Gebrauch mit Wasser auf 1 Liter zu verdünnen.

## 5.12 Stickstoff-Standardlösung.

### 5.12.1 Stammlösung, die 0,1 mg/ml Stickstoff entspricht.

0,382 0 g trockenes Ammoniumchlorid ist 0,1 mg genau abzuwiegen, in Wasser aufzulösen, dann ist die Lösung in einen quantitativ 1 000-ml-Messkolben mit Marke umzufüllen. Die Lösung ist bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und zu mischen.

1 ml dieser Stammlösung enthält 0,1 mg Stickstoff.

### 5.12.2 Standardlösung, die 2 µg/ml Stickstoff entspricht.

20,0 ml der Stammlösung (5.12.1) sind in einen 1 000-ml-Messkolben mit Marke umzufüllen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und zu mischen.

Diese Standardlösung ist unmittelbar vor Gebrauch anzusetzen.

1 ml dieser Standardlösung enthält 2 µg Stickstoff.

## 5.13 Methylrot, Lösung mit 0,1 g/l.

0,005 g Methylrot ist in Ethanol zu lösen, bis zu einem Volumen von 50 ml mit Ethanol aufzufüllen und zu mischen.

## 6 Prüfgeräte

Alle Volumenmessgeräte aus Glas müssen Klasse A nach ISO 648 und ISO 1042 entsprechen.

Übliche Laborgeräte und die folgenden müssen verwendet werden.

**6.1 Spektralphotometer**, geeignet für die Messung der Absorption der Lösung bei einer Wellenlänge von 640 nm mit optischen 10-mm-Küvetten.

**6.2 Apparatur zur Wasserdampfdestillation**, (siehe Anhang A).

Die Apparatur besteht aus einem Wasserdampferzeuger, einem Destillierkolben, einem Einfülltrichter, einem Kühler und einer Vorlage. Zwischen dem Wasserdampferzeuger und dem Destillierkolben kann ein Kondensatableiter verwendet werden.

Beispiele für einen empfohlenen Aufbau der Apparatur sind in Bild A.1, Bild A.2 und Bild A.3 dargestellt.

Der Wasserdampferzeuger sollte vorgeheizt werden, damit die Destillation unverzüglich nach Zugabe der Prüflösungen beginnen kann.

**6.3 Heißwasserbad**, geeignet für siedendes Wasser.

## 7 Probennahme

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

## 8 Verfahren

**VORSICHT** — Die Arbeitsschritte sind in einem gut belüfteten Raum ohne Kontakt zu Quellen von Stickstoffverbindungen durchzuführen.

### 8.1 Prüfmenge

Von der Probe ist in Übereinstimmung mit Tabelle 1 eine Prüfmenge auf 0,1 mg Genauigkeit abzuwägen.

**Tabelle 1 — Masse der Prüfmenge**

| Erwarteter Stickstoffgehalt<br>% (Massenanteil) | Prüfmenge<br>g |
|-------------------------------------------------|----------------|
| 0,000 6 bis 0,005 0                             | 2,0            |
| 0,005 0 bis 0,050                               | 1,0            |

### 8.2 Blindversuch

Gleichzeitig zur Bestimmung ist nach demselben Verfahren und unter Verwendung der gleichen Mengen aller Reagenzien ein Blindversuch durchzuführen.

### 8.3 Bestimmung

#### 8.3.1 Lösen der Prüfmenge

Die Prüfmenge (8.1) ist in ein 300-ml-Becherglas oder einen 300-ml-Erlenmeyerkolben zu geben. 30 ml Salzsäure (5.1) sind hinzuzufügen, mit einem Uhrglas oder Einfülltrichter abzudecken und zu erhitzen, bis die lösende Wirkung sichtbar beendet ist.

Die Lösung ist durch ein Filterpapier (siehe ANMERKUNG 2) zu filtern und das Filtrat in einem 300-ml-Becherglas zu sammeln. Das Becherglas oder der Erlenmeyerkolben ist mit Wasser zu spülen, anhaftende Partikel sind mit einem Stab mit gummiertem Ende zu entfernen und das Spülwasser durch dasselbe Filterpapier zu filtern. Das Filterpapier ist mit so wenig Wasser wie möglich zu waschen. Das Filtrat und das Waschwasser sind im Becherglas zu behalten. (Dies ist Probenlösung S1.)

**ANMERKUNG 2** Ein Filterpapier mit mittlerer Porengröße eignet sich für Proben, die keine feinen Nitride enthalten. Ein Filterpapier mit dichter Struktur wird empfohlen, wenn die Größen der Nitride unbekannt sind. Eine Vakuumfiltration unter Verwendung eines Nuclepore-Filters mit einer Porengröße unter 0,2 µm ist erforderlich für Proben, von denen bekannt ist, dass sie feine Nitride wie Bornitrid enthalten.

#### 8.3.2 Behandlung des nicht löslichen Rückstands

Das Filterpapier und der nicht lösliche Rückstand sind in den 500-ml-Erlenmeyerkolben zu überführen und 10 g Kaliumsulfat (5.6), 1 g Kupfer(II)-sulfat-Pentahydrat (5.7) und 20 ml Schwefelsäure (5.2) hinzuzufügen.

Die Lösung ist vorsichtig zu erhitzen, bis das Wasser im Kolben verdampft ist, der Kolben ist mit einem Einfülltrichter zu bedecken und das Abdampfen (bei 335 °C bis 350 °C) etwa 60 min fortzusetzen, um den Rückstand zu zersetzen.

Die Lösung ist auf Raumtemperatur abzukühlen, 50 ml Wasser hinzuzufügen und 5 min zu kochen, um Schwefeldioxid aus der Lösung zu entfernen. (Dies ist Probenlösung S2.)

### **8.3.3 Wasserdampfdestillation (siehe Bild A.1, Bild A.2 oder Bild A.3)**

Zum Sammeln des Destillats sind 5 ml Schwefelsäure (5.3) in einen 100-ml-Messkolben mit Schliffhals und einer Marke mit 90 ml umzufüllen. Das Kühlerrohr ist so in den Kolben einzusetzen, dass es in die 5 ml Schwefelsäurelösung (5.3) eintaucht.

Durch den Einfülltrichter (f) sind dem Destillierkolben (b) 110 ml Natriumhydroxidlösung (5.4) hinzuzufügen und der Einfülltrichter ist mit so wenig Wasser wie möglich zu spülen.

Durch den Einfülltrichter (f) sind dem Destillierkolben (b) die Probenlösungen S1 und S2 (siehe 8.3.1 und 8.3.2) hinzuzufügen und die Gefäße der Probenlösungen und der Einfülltrichter sind mit so wenig Wasser wie möglich zu spülen.

Durch den Einfülltrichter ist dem Destillierkolben Wasser hinzuzufügen, um die Lösung bis zu einem Volumen von etwa 250 ml aufzufüllen.

Die Destillation ist zu beginnen und fortzusetzen, bis das Destillat die 90-ml-Marke erreicht hat. Das eingetauchte Kühlerrohr ist mit Wasser zu spülen, wobei das Waschwasser im 100-ml-Messkolben aufzufangen ist. Mit Wasser ist bis zur Marke aufzufüllen und zu mischen.

Die Destillation sollte etwa 25 Minuten dauern.

### **8.3.4 Bildung des gefärbten Komplexes**

In einen 100-ml-Messkolben mit Marke wird ein Aliquot der Lösung aus 8.3.3 umgefüllt, das in Übereinstimmung mit Tabelle 2 ausgewählt wird. 100 µl Methyrolösung (siehe ANMERKUNG 2) (5.13) sind hinzuzufügen und dann ist die Lösung exakt zu neutralisieren, indem Natriumhydroxidlösung (5.5) zugegeben wird. Das Volumen der Lösung ist auf etwa 50 ml aufzufüllen, bei Bedarf mit Zugabe von Wasser.

**Tabelle 2 — Aliquote**

| <b>Erwarteter Stickstoffgehalt</b><br>% (Massenanteil) | <b>Aliquote</b><br>ml |
|--------------------------------------------------------|-----------------------|
| 0,000 6 bis 0,010                                      | 50                    |
| 0,010 bis 0,020                                        | 25                    |
| 0,020 bis 0,050                                        | 10                    |

5,0 ml Natriumphenoxid-Lösung (5.10) und 5,0 ml Dinatriumhydrogenphosphat-Lösung (5.8) sind hinzuzufügen und die Lösungen in den beiden Kolben sind auf einheitliche Weise so zu rühren, dass sie abwechselnd nach oben und auf den Kopf gestellt werden (mindestens zehnmal). 10,0 ml Dinatriumpentacyanonitrosylferrat(III)-Lösung (5.11) und 5,0 ml Natriumhypochlorid-Lösung (5.9) sind hinzuzufügen und die Lösungen in den beiden Kolben sind auf einheitliche Weise so zu mischen, dass sie abwechselnd abwechselnd nach oben und auf den Kopf gestellt werden (mindestens zehnmal). Der Kolben ist 5 min im siedenden Wasser des Heißwasserbads (6.3) zu halten. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur ist mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen und zu mischen. (Dies ist die Prüflösung.)

### **8.3.5 Spektralphotometrische Messungen**

Spektralphotometrische Messungen jeder Prüflösung sind bei einer Wellenlänge von etwa 640 nm durchzuführen, nachdem das Spektralphotometer mithilfe von 10-mm-Küvetten auf eine Absorption null in Bezug auf Wasser eingestellt wurde.