

DIN EN ISO 4947



ICS 77.080.01

Entwurf

Einsprüche bis 2019-10-09
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 24947:1992-11

**Stahl und Gusseisen –
Bestimmung des Vanadium-Gehaltes –
Potentiometrisches Titrierverfahren (ISO/DIS 4947:2019);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 4947:2019**

Steel and cast iron –
Determination of vanadium content –
Potentiometric titration method (ISO/DIS 4947:2019);
German and English version prEN ISO 4947:2019

Aciers et fontes –
Dosage du vanadium –
Méthode par titrage potentiométrique (ISO/DIS 4947:2019);
Version allemande et anglaise prEN ISO 4947:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-08-09 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 27 Seiten

DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4947:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“, Unterkomitee SC 1, „Methods of determination of the chemical composition“, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 459/SC 2 „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 „Analysenverfahren“ des DIN-Normenausschusses Eisen und Stahl (FES).

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

Änderungen

Gegenüber DIN EN 24947:1992-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Neubewertung der statistischen Präzisionsdaten;
- b) Redaktionelle Überarbeitung;

Stahl und Gusseisen — Bestimmung des Vanadium-Gehaltes — Potentiometrisches Titrierverfahren (ISO/DIS 4947:2019)

Aciers et fontes — Dosage du vanadium — Méthode par titrage potentiométrique (ISO/DIS 4947:2019)

Steel and cast iron — Determination of vanadium content — Potentiometric titration method (ISO/DIS 4947:2019)

ICS: 77.080.01

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 Grundlage des Verfahrens	5
4 Reagenzien	5
5 Geräte	7
6 Probenahme	7
7 Durchführung	7
7.1 Probenmenge	7
7.2 Blindwert	7
7.3 Bestimmung	7
7.3.1 Herstellen der Prüflösung	7
7.3.2 Oxidation von Chrom und Vanadium	8
7.3.3 Herstellen der Prüflösung	8
7.3.4 Oxidation von Vanadium	9
7.4 Titration	9
8 Auswertung	9
8.1 Berechnung	9
8.2 Präzision	10
9 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Zusätzliche Informationen zu den internationalen Ringversuchen	11
Anhang B (informativ) Graphische Darstellung der Präzisionsdaten	12
Literaturhinweise	13

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4947:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Methods of determination of the chemical composition“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 459/SC 2 „Verfahren zur chemischen Analyse von Eisen und Stahl“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 24947:1992 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 4947:2019 wurde von CEN als prEN ISO 4947:2019 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.

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.

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 4947:1986), die überarbeitet wurde, um die Präzisionsdaten neu zu validieren.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Vanadiumgehalts in Stahl und Gusseisen mittels potentiometrischer Titration fest.

Das Verfahren ist anwendbar für die Bestimmung von Massenanteilen von Vanadium zwischen 0,04 % (Massegehalt) und 2 % (Massegehalt).

2 Normative Verweisungen

Auf die folgenden Dokumente wird in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes normativ verwiesen, so dass sie für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich sind. 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 — 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 Grundlage des Verfahrens

Eine Probe wird in geeigneten Säuren gelöst, anschließend Flusssäure zugegeben, um Wolfram in Lösung zu halten. Durch Zugabe von Kaliumperoxodisulfat wird Chrom (unvollständig) und Vanadium (vollständig) oxidiert.

Unter gleichzeitiger Überwachung des Potentials der Lösung wird

- Chrom(VI) und Vanadium(V) durch Zugabe von Ammonium Eisen(II)sulfat reduziert;
- Vanadium mit einem leichten Überschuß von Kaliumpermanganat oxidiert sowie der Permanganatüberschuß mit Natriumnitrit und der Natriumnitritüberschuß mit Sulfaminsäure reduziert.

Unter Zugabe von Ammonium Eisen(II)sulfat-Standardlösung den Vanadiumgehalt mittels potentiometrischer Titration bestimmen.

4 Reagenzien

Zur Analyse, soweit nicht anders festgelegt, nur Reagenzien in anerkannter Analysenreinheit und nur frisch hergestelltes Wasser der Qualität 2 nach ISO 3696, frei von reduzierendem oder oxidierenden Anteilen, anwenden.

4.1 Kaliumperoxodisulfat ($K_2S_2O_8$)

4.2 Salzsäure, ρ etwa 1,19 g/ml.

4.3 Salpetersäure, ρ etwa 1,40 g/ml.

4.4 Flusssäure, ρ etwa 1,15 g/ml.

4.5 Schwefelsäure, ρ etwa 1,84 g/ml, 1+4 verdünnt.

4.6 Schwefelsäure, ρ etwa 1,84 g/ml, 1+50 verdünnt.

4.7 Orthophosphorsäure, ρ etwa 1,70 g/ml.

4.8 Ammoniumeisen(II)sulfat-Lösung $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$

40 g Ammoniumeisen(II)sulfathexahydrat in etwa 500 ml Wasser lösen, mit 20 ml Schwefelsäure (ρ etwa 1,84 g/ml) versetzen, abkühlen lassen, auf 1000 ml auffüllen und mischen.

4.9 Kaliumpermanganat, 5 g/l-Lösung.

4.10 Natriumnitrit, 3 g/l-Lösung.

4.11 Sulfaminsäure ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$), 100 g/l-Lösung.

Diese Lösung ist nur eine Woche haltbar.

4.12 Kaliumdichromat, Standardlösung.

Etwa 1 g des zuvor bei 150°C bis zur Massenkonstanz getrockneten und im Exsikkator abgekühlten Kaliumdichromats (höchster Reinheit) auf 0,001 g wiegen, die gewogene Masse in einen 250-ml-Becher einbringen, in 20 ml Wasser lösen und mit 160 ml Schwefelsäure (4.5) versetzen. Die Lösung quantitativ in einen 1000-ml-Meßkolben überführen, abkühlen lassen, mit Wasser bis zur Marke auffüllen und mischen.

4.13 Ammoniumeisen(II)sulfat $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$, Standardlösung.

1 ml dieser Lösung entsprechen etwa 1,275 mg Vanadium.

4.13.1 Herstellen der Lösung

10 g Ammonium(II)sulfathexahydrat in etwa 500 ml Wasser lösen, mit 25 ml Schwefelsäure (ρ etwa 1,84 g/ml) versetzen, auf 1000 ml auffüllen und mischen.

4.13.2 Einstellen der Lösung

(erst unmittelbar vor Gebrauch) 25,0 ml Kaliumdichromat-Standardlösung (4.12) potentiometrisch mit Ammoniumeisen(II)sulfat-Standardlösung titrieren (4.13.1). Die entsprechende Konzentration (ρ) der Ammoniumeisen(II)sulfat-Standardlösung (4.13) wird durch folgende Formel widergegeben:

$$\rho = \frac{0,025 \times m_0}{49,03 \times V} \times 50,94$$

Dabei ist

ρ	Konzentration der Ammoniumeisen(II)sulfat-Standardlösung (4.13) in mg Vanadium je ml;
m_0	Einwaage an Kaliumdichromat in mg;
V	Volumen der Ammoniumeisen(II)sulfat-Standardlösung (4.13) in ml, das für die Titration benötigt wurde;
0,025	Faktor, der das Verhältnis zwischen verbrauchtem Volumen und Gesamtvolumen der Kaliumdichromat-Standardlösung ausdrückt;
49,03	Molmasse von Kaliumdichromat, dividiert durch 6;
50,94	Molmasse von Vanadium.

5 Geräte

Alle volumetrischen Glaswaren müssen der Klasse A entsprechen, je nach Fall in Übereinstimmung mit ISO 385, ISO 648 oder ISO 1042.

Gewöhnliche Laborgeräte und

5.1 Potentiometrische Titrationsvorrichtung

die es ermöglicht, eine Potentialdifferenz mit platingesättigten Kalomel- oder Platin-Ag/AgCl-Elektroden zu messen.

6 Probenahme

Die Probenahme wird ISO 14284 oder entsprechenden nationalen Normen für Stähle und Gusseisen durchführen.

7 Durchführung

7.1 Probenmenge

Die nachstehend jeweils in Abhängigkeit vom vermuteten Vanadiumgehalt angegebene Masse der Einwaage auf 0,001 g genau ermitteln:

- a) für einen Vanadiumgehalt zwischen 0,04 % (Masseanteil) und 0,25 % (Masseanteil): etwa 5 g;
- b) für einen Vanadiumgehalt zwischen 0,25 % (Masseanteil) und 1 % (Masseanteil): etwa 2 g;
- c) für einen Vanadiumgehalt zwischen 1 % (Masseanteil) und 2 % (Masseanteil): etwa 1 g.

Die Masse an Vanadium in der Einwaage darf zwischen 2 und 20 mg betragen.

7.2 Blindwert

Mit demselben Verfahren und unter Einsatz derselben Reagenzienmengen parallel zur Bestimmung eine Blindwertprüfung durchführen.

7.3 Bestimmung

7.3.1 Herstellen der Prüflösung

7.3.1.1 In Schwefelsäure lösliche Proben

Die Einwaage (7.1) in einen 400-ml-Becher (siehe Anmerkungen 1 und 2) geben und bei einer Probenmenge von 1 g oder 2 g mit 40 ml und einer Probenmenge von 5 g mit 70 ml Schwefelsäure (4.5) versetzen. Den Becher mit einem Uhrglas bedecken und vorsichtig erwärmen, bis das Aufschäumen schwindet.

Bei Proben mit hohem Siliciumgehalt 5 bis 10 Tropfen Säure (4.4) hinzugeben und die Lösung zum Sieden bringen, um das Aufschäumen zu beenden.

Wenn die Probe Wolfram enthält, eine ausreichende Menge Säure zugeben, um das Wolfram in Lösung zu halten. Für eine Einwaage von 1 g genügen im Allgemeinen 5 ml Säure, für eine von 2 g, 7 ml und für eine von 5 g, 13 ml.

Die Lösung mit Wasser auf 90 bis 100 ml verdünnen und dann nach 7.3.2 weiter verfahren.