

DIN EN ISO 9647

ICS 77.080.01

Einsprüche bis 2022-02-03

Entwurf

**Stähle –
Bestimmung des Vanadiumgehalts –
Flammen-Atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (FAAS)
(ISO 9647:2020);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 9647:2021**

Steels –

Determination of vanadium content –

Flame atomic absorption spectrometric method (FAAS) (ISO 9647:2020);

German and English version prEN ISO 9647:2021

Aciers –

Détermination des teneurs en vanadium –

Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (SAAF) (ISO 9647:2020);

Version allemande et anglaise prEN ISO 9647:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-12-03 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 oder 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 40 Seiten

DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 9647:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“, Unterkomitee SC 1, „Methods of determination of 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).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 648	siehe	DIN EN ISO 648
ISO 1042	siehe	DIN EN ISO 1042
ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 14284	siehe	DIN EN ISO 14284

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.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

<i>Titel de:</i>	Stahl - Bestimmung des Vanadiumgehaltes – Flammen- Atomextinktionsspektrometrisches Verfahren (FAAS) (ISO 9647:2020)
<i>Titel en:</i>	Steel - Determination of vanadium content - Flame atomic absorption spectrometric method (FAAS) (ISO 9647:2020)
<i>Titel fr:</i>	Aciers - Détermination des teneurs en vanadium - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (SAAF) (ISO 9647 :2020)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Grundzüge des Verfahrens	5
5 Reagenzien	5
6 Geräte	7
6.1 Atomabsorptionsspektrometer	7
6.2 Ergänzende Ausrüstung	8
7 Probennahme	8
8 Durchführung	8
8.1 Testportionen	8
8.2 Blindversuch	8
8.3 Ermittlung der Werte	8
8.3.1 Herstellung der Prüflösung	8
8.3.2 Herstellung der Bezugslösungen	9
8.3.3 Einstellung des Atomabsorptionsspektrometers	10
8.3.4 Spektrometrische Messungen	10
9 Darstellung der Ergebnisse	11
9.1 Verfahren zur Berechnung	11
9.2 Anwendung der Eingrenzungsmethode	12
10 Präzision	12
11 Prüfbericht	13
Anhang A (informativ) Zusätzliche Informationen über den internationalen Ringversuch	14
Anhang B (informativ) Graphische Darstellung der Präzisionsdaten	17
Anhang C (normativ) Verfahren zur Bestimmung der technischen Voraussetzungen für den Einsatz von Messgeräten	18
C.1 Bestimmung der Mindestpräzision	18
C.2 Bestimmung der Nachweisgrenze (LOD)	18
C.3 Kriterium für die Linearität der Kalibrierung	18
C.4 Bestimmung der charakteristischen Konzentration, C _c	19
Literaturverzeichnis	20

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 9647:2020 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 459/SC 2 „Chemische Analyse von Eisen und Stahl“ als prEN ISO 9647:2021 übernommen, dessen Sekretariat von SIS gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 9647:2020 wurde von CEN als prEN ISO 9647:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) und IEC (die Internationale Elektrotechnische Kommission) bilden das auf die weltweite Normung spezialisierte System. Nationale Normungsorganisationen, die Mitglieder von ISO oder IEC sind, beteiligen sich an der Entwicklung von Internationalen Normen in Technischen Komitees, die von der jeweiligen Organisation eingerichtet wurden, um spezifische Gebiete technischer Aktivitäten zu behandeln. Auf Gebieten von beiderseitigem Interesse arbeiten die Technischen Komitees von ISO und IEC zusammen. Weitere internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO und IEC stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. Auf dem Gebiet der Informationstechnologie haben ISO und IEC ein gemeinsames Technisches Komitee, ISO/IEC JTC 1 (JTC, en: Joint Technical Committee), eingerichtet.

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 und IEC sind 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 zweite Ausgabe annulliert und ersetzt die erste Ausgabe (ISO 9647:1989), die technisch überarbeitet wurde. Die wichtigsten Änderungen gegenüber der vorherigen Ausgabe sind folgende

- eine vollständige Neubewertung der Präzisionsdaten;
- Änderung des Anwendungsbereiches.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein flammenatomextinktionsspektrometrisches Verfahren (FAAS) zur Bestimmung des Kobaltgehaltes in Stahl fest.

Das Verfahren ist für Vanadiumgehalte zwischen 0,01 % (Massenanteil) und 0,80 % (Massenanteil) anwendbar, vorausgesetzt, der Wolframgehalt in einer 1,0-g-Testportion ist nicht höher als 1,0 % und/oder der Titangehalt ist nicht höher als 0,5 %.

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 — One-mark 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 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:

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

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

4 Grundzüge des Verfahrens

Auflösen einer Testportion in Salz-, Salpeter- und Perchlorsäure.

Zugabe einer Aluminiumchloridlösung als spektrochemischer Puffer.

Zerstäubung der Testlösung in eine Acetylen/Nitroxid-Flamme eines Atomabsorptionsspektrometers.

Spektrometrische Messung der Extinktion der von einer Vanadium-Hohlkathodenlampe emittierten Spektrallinie bei 318,4 nm.

ANMERKUNG Andere geeignete Strahlungsquellen können ebenfalls verwendet werden.

5 Reagenzien

Sofern nicht anders angegeben, sind für die Analyse nur Reagenzien von anerkannter analytischer Qualität und nur Wasser der Klasse 2 gemäß ISO 3696 anzuwenden.

5.1 Reines Eisen, das weniger als 0,000 5 % (m/m) oder weniger Vanadium mit bekanntem Vanadiumgehalt enthält.

5.2 Salzsäure, ρ etwa 1,19 g/ml.

5.3 Salpetersäure, ρ etwa 1,40 g/ml.

5.4 Perchlorsäure, ρ etwa 1,67 g/ml.

WARNUNG - Perchlorsäuredämpfe können in Gegenwart von Ammoniak, stickstoffhaltigen Dämpfen oder organischem Material im Allgemeinen zu Explosionen führen.

5.5 Salzsäurelösung, 1 + 50.

Man gibt 10 ml Salzsäure (5.2) zu 500 ml Wasser hinzu und verrührt.

5.6 Aluminiumlösung, 20 g/l.

90 g Aluminiumchlorid-Hexahydrat ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) in etwa 300 ml Wasser auflösen, 5 ml Salzsäure (5.2) hinzufügen, mit Wasser auf 500 ml verdünnen und mischen.

5.7 Vanadium-Standardlösung, 2,0 g/l.

5.7.1 Zubereitung unter Verwendung von Vanadiummetall

1,000 $\pm$ 0,001 g Vanadium ($V \geq 99,9 \%$) abwiegen und in ein 400-ml-Becherglas geben. 30 ml einer Mischung aus drei Volumen Salzsäure (5.2) und einem Volumen Salpetersäure (5.3) zugeben.

Mit einem Uhrglas abdecken und gegebenenfalls leicht erwärmen, um die Auflösung zu unterstützen. Nach Abschluss der Auflösung die Lösung bis kurz vor der Trockenheit eindampfen und 20 ml Salzsäure (5.2) hinzufügen.

Auf Raumtemperatur abkühlen lassen und die Lösung in einen 500-ml-Messkolben überführen. Man verdünnt bis zur Marke mit Wasser und mischt.

1 ml dieser Lösung enthält 2,0 mg Vanadium.

5.7.2 Zubereitung unter Verwendung von Ammoniummetavanadat

Einige Gramm Ammoniummetavanadat (NH_4VO_3) (Reinheit $>99,9 \%$) werden in einem Ofen bei 100°C bis 105°C mindestens eine Stunde lang getrocknet und in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abgekühlt.

ANMERKUNG Eine Trocknungstemperatur über 110 °C führt zur Zersetzung von Ammoniummetavanadat. Die angegebene Trocknungstemperatur ist unbedingt einzuhalten.

2,296 g des getrockneten Produkts werden in ein 600-ml-Becherglas eingefüllt, mit etwa 400 ml heißem Wasser aufgefüllt und unter leichtem Sieden aufgelöst.

Man lässt die Lösung abkühlen und überführt sie in einen 500-ml-Messkolben. Man verdünnt bis zur Marke mit Wasser und mischt.

1 ml dieser Lösung enthält 2,0 mg Vanadium.

5.8 Vanadium-Standardlösung, 0,08 g/l.

10,0 ml der Vanadium-Standardlösung (5.7) werden in einen 250-ml-Messkolben überführt. Bis zur Marke mit Wasser verdünnen und mischen.

Diese Lösung wird unmittelbar vor der Verwendung zubereitet.

1 ml dieser Lösung enthält 0,08 mg Vanadium.

6 Geräte

Alle volumetrischen Glasapparaturen müssen der Klasse A gemäß ISO 648 bzw. ISO 1042 entsprechen.

Es sind übliche Laborgeräte und die folgenden zu verwenden.

6.1 Atomabsorptionsspektrometer

Das Spektrometer ist mit einer Vanadium-Hohlkathodenlampe auszurüsten und mit Distickstoffmonoxid und Acetylen zu versorgen, die so rein sind, dass sie eine gleichmäßige, klare, brennstoffarme, wasser- und ölfreie sowie vanadiumfreie Flamme ergeben.

Das verwendete Atomabsorptionsspektrometer ist zufriedenstellend, wenn nach der Optimierung gemäß 8.3.3 die Nachweisgrenze und die charakteristische Konzentration in angemessener Übereinstimmung mit den vom Hersteller angegebenen Werten stehen und es die in 6.1.1 bis 6.1.3 genannten Leistungskriterien erfüllt.

Das Gerät sollte auch die zusätzliche Leistungsanforderung gemäß 6.1.4 erfüllen.

6.1.1 Mindestpräzision (siehe Anhang C)

Die Standardabweichung von 10 Messungen der Absorption der höchstkonzentrierten Kalibrierlösung darf 1,0 % der mittleren Absorption dieser Lösung nicht überschreiten.

Die Standardabweichung von 10 Messungen der Absorption der am wenigsten konzentrierten Kalibrierlösung (ohne den Nullteil) darf nicht mehr als 0,5 % der mittleren Absorption der am stärksten konzentrierten Kalibrierlösung betragen.

6.1.2 Nachweisgrenze (siehe Anhang C)

Die Nachweisgrenze ist eine in Konzentrationseinheiten (oder Menge) ausgedrückte Zahl, die das niedrigste Konzentrationsniveau (oder die niedrigste Menge) eines Elements beschreibt, das sich statistisch gesehen von einer analytischen Blindprobe unterscheidet.

Die Nachweisgrenze für Vanadium in einer der endgültigen Prüflösung ähnlichen Matrix muss weniger als 0,3 µg/ml betragen.

6.1.3 Linearität der Kalibrierung (siehe Anhang C)

Die Steigung der Kalibriergeraden für die oberen 20 % des Konzentrationsbereichs (ausgedrückt als Änderung der Extinktion) darf nicht weniger als das 0,7-fache des Wertes der Steigung für die unteren 20 % des Konzentrationsbereichs betragen, die auf die gleiche Weise bestimmt wurde.

Bei Geräten mit automatischer Kalibrierung unter Verwendung von zwei oder mehr Standardlösungen ist vor der Analyse durch Messung der Extinktion festzustellen, ob die oben genannten Anforderungen an die Kalibrierungslinearität erfüllt sind.

6.1.4 Charakteristische Konzentration (siehe Anhang C)

Die charakteristische Konzentration für Vanadium in einer der endgültigen Prüflösung ähnlichen Matrix muss größer als 1 µg/ml sein.

6.2 Ergänzende Ausrüstung

Die Skalenenerweiterung kann so lange eingesetzt werden, bis das beobachtete Rauschen größer als der Ablesefehler ist, und wird für Extinktionen unter 0,1 immer empfohlen. Wenn die Skalenexpansion verwendet werden muss und das Gerät nicht über die Möglichkeit verfügt, den Wert des Skalenexpansionsfaktors abzulesen, kann der Wert berechnet werden, indem eine geeignete Lösung mit und ohne Skalenexpansion gemessen und dann die erhaltenen Signale dividiert werden.

7 Probennahme

Die Probennahme ist in Übereinstimmung mit der ISO 14284 oder mit vergleichbaren nationalen Normen für Stahl durchzuführen.

8 Durchführung

8.1 Testportionen

Eine dem voraussichtlichen Vanadiumgehalt entsprechende Prüfportion wird auf 0,001 g genau wie folgt abgewogen:

- a) bei Vanadiumgehalten von 0,01 % bis weniger als 0,20 %: eine Prüfportion von etwa 1,00 g;
- b) bei Vanadiumgehalten von 0,2 % bis 1,0 %: eine Prüfportion von etwa 0,20 g.

8.2 Blindversuch

Parallel zur Messung und nach demselben Verfahren wird ein Blindversuch durchgeführt, bei dem die gleichen Mengen aller Reagenzien wie bei der Messung verwendet werden, einschließlich des reinen Eisens (5.1) anstelle der Probenportion.

8.3 Ermittlung der Werte

8.3.1 Herstellung der Prüflösung

Die Probenportion (8.1) wird in ein 250-ml-Becherglas gegeben. Man gibt 10 ml Salzsäure (5.2) und 4 ml Salpetersäure (5.3) hinzu und deckt das Becherglas mit einem Uhrglas ab. Nach dem Abklingen des Aufschäumens fügt man 10 ml Perchlorsäure (5.4) hinzu und lässt die Lösung verdampfen, bis Perchlorsäuredämpfe zu sehen sind, entfernt dann das Uhrglas und verdampft, bis keine Dämpfe mehr aus dem Becherglas austreten.

Man lässt abkühlen, fügt 10 ml Salzsäure (5.2) und 20 ml Wasser hinzu und erhitzt leicht, um die Salze aufzulösen. Durch ein mittelstarkes Filterpapier in einen 100-ml-Messkolben filtern. Mit warmer Salzsäure (5.5) spülen und die gefilterten Anteile in den Messkolben geben.

Man lässt abkühlen, gibt 10,0 ml Aluminiumlösung (5.6) hinzu, verdünnt mit Wasser und mischt.

8.3.2 Herstellung der Bezugslösungen

8.3.2.1 Vanadiumgehalte < 0,2 %

In eine Reihe von 250-ml-Bechern ($1,00 \pm 0,01$) g reines Eisen (5.1) geben, 10 ml Salzsäure (5.2) und 4 ml Salpetersäure (5.3) in jedes Becherglas geben und mit Uhrgläsern abdecken. Nach dem Abklingen des Aufschäumens lässt man abkühlen und gibt dann jeweils die in Tabelle 1 angegebenen Volumen der Vanadium-Standardlösung (5.8) zu.

Tabelle 1 — Bezugslösungen für Vanadiumgehalte <0,2%

Menge der Vanadium-Standardbezugslösung (5.8) ml	Korrespondierendes Vanadiumgewicht mg
0 ^a	0
1,0	0,08
2,0	0,16
2,5	0,20
5,0	0,40
10,0	0,80
15,0	1,20
20,0	1,60
25,0	2,00
^a Leerwert.	

Wie unter 8.3.1 beschrieben fortfahren, von „...10 ml Perchlorsäure (5.4) hinzufügen...“ (2. Satz des 1. Absatzes) bis zum Ende.

8.3.2.2 Vanadiumgehalte zwischen 0,2 % und 1,0%

In eine Reihe von 250-ml-Bechern ($0,20 \pm 0,01$) g reines Eisen (5.1) geben, 10 ml Salzsäure (5.2) und 4 ml Salpetersäure (5.3) in jedes Becherglas geben und mit Uhrgläsern abdecken. Nach dem Abklingen des Aufschäumens lässt man abkühlen und gibt dann jeweils die in Tabelle 1 angegebenen Volumen der Vanadium-Standardlösung (5.8) zu.

Tabelle 2 — Bezugslösungen für Vanadiumgehalte zwischen 0,2% und 1,0%

Menge der Vanadium-Standardbezugslösung (5.8) ml	Korrespondierendes Vanadiumgewicht mg
0 ^a	0
5,0	0,40
10,0	0,80
15,0	1,20
20,0	1,60
25,0	2,00
^a Leerwert.	

Wie unter 8.3.1 beschrieben fortfahren, von „...10 ml Perchlorsäure (5.4) hinzufügen...“ (2. Satz des 1. Absatzes) bis zum Ende.

8.3.3 Einstellung des Atomabsorptionsspektrometers

Die Vanadium-Hohlkathodenlampe (siehe 6.1) wird an das Atomabsorptionsspektrometer (6.1) angeschlossen, der Strom eingeschaltet und die Lampe stabilisiert. Die Wellenlänge im Bereich von 318,4 nm möglichst auf minimale Absorption einstellen. Nach den Anweisungen des Herstellers den richtigen Brenner montieren, die Flamme anzünden, sie auf eine rote Färbung und die Sichtbarkeit in der Flamme auf etwa 20 mm einstellen und dann die Temperatur des Brenners stabilisieren lassen. Unter sorgfältiger Beachtung der Herstellerangaben über die Mindestdurchflussmenge von Acetylen zerstäuben Sie abwechselnd die Kalibrierlösung mit der höchsten Konzentration und dem Leerwert und stellen den Gasfluss sowie die Brennerposition (horizontal, vertikal und rotierend) solange ein, bis die Absorptionsdifferenz zwischen den Kalibrierlösungen maximal ist.

ANMERKUNG Es können auch andere geeignete Strahlungsquellen verwendet werden.

WARNUNG - Die Empfehlungen des Herstellers sollten genau befolgt werden, und es wird besonders auf die folgenden Sicherheitshinweise hingewiesen:

- a) die Explosivität von Acetylen und die Vorschriften für seine Verwendung;
- b) die Notwendigkeit, die Augen des Bedieners durch getöntes Glas vor ultravioletter Strahlung zu schützen;
- c) die Notwendigkeit, den Brennerkopf frei von Ablagerungen zu halten, da ein stark verstopfter Brenner einen Flammenrückschlag verursachen kann;
- d) die Notwendigkeit, sicherzustellen, dass der Flüssigkeitsabscheider mit Wasser gefüllt ist;
- e) die Notwendigkeit, immer Wasser zwischen die Prüflösungen, die Blindlösung und/oder die Kalibrierlösungen zu sprühen.

Überprüfen Sie die Anforderungen von 6.1.1 bis 6.1.3 und die zusätzliche Leistungsanforderung von 6.1.4, um sicherzustellen, dass das Gerät für die Untersuchung geeignet ist.

8.3.4 Spektrometrische Messungen

8.3.4.1 Spektrometrische Messung der Kalibrierlösungen

Die entsprechende Serie von Kalibrierlösungen (8.3.2.1 oder 8.3.2.2) wird je nach dem zu erwartenden Vanadiumgehalt nacheinander in die Flamme zerstäubt und die Absorption für jede Lösung gemessen. Es ist darauf zu achten, dass die Ansauggeschwindigkeit während der Erstellung der Kalibrierkurve konstant gehalten wird. Nach jeder Messung wird Wasser durch den Brenner zerstäubt (siehe Anmerkung).

ANMERKUNG Bei bestimmten Gerätetypen ist es vorzuziehen, anstelle von Wasser eine Lösung zu verwenden, die die Angriffsreaktionen in denselben Konzentrationen wie in den Lösungen der Testportionen enthält.

8.3.4.1.1 Kalibrierungskurven

Ziehen Sie den mittleren Absorptionswert der Nullkalibrierlösung von den mittleren Absorptionswerten der anderen Kalibrierlösungen ab.

Erstellen Sie die entsprechende Kalibrierkurve, indem Sie die Nettoabsorptionswerte der Kalibrierlösungen gegen die Vanadiumkonzentration, ausgedrückt in Mikrogramm pro Milliliter, auftragen. Verwenden Sie eine geeignete Spektrometersoftware oder einen Rechner für Regressionsberechnungen oder erstellen Sie eine grafische Darstellung.

Wenn reine Metalle und Reagenzien verwendet wurden, sollte der Leerwert eine vernachlässigbar kleine Absorption aufweisen.