

DIN EN ISO 9658



ICS 77.080.20

Entwurf

Einsprüche bis 2023-12-20
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 29658:1992-07

**Stahl –
Bestimmung des Aluminiumgehaltes –
Flammenatomextinktionsspektrometrisches Verfahren
(ISO/DIS 9658:2023);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 9658:2023**

Steel –

Determination of aluminium content –

Flame atomic absorption spectrometric method (ISO/DIS 9658:2023);

German and English version prEN ISO 9658:2023

Aciers –

Dosage de l'aluminium –

Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (ISO/DIS 9658:2023);

Version allemande et anglaise prEN ISO 9658:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-10-20 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.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 44 Seiten

DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES)

Nationales Vorwort

Das Dokument ISO/DIS 9658:2023 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“, Unterkomitee SC 1, „Methods of determination of chemical composition“ erarbeitet und als prEN ISO 9658:2023 durch das Technische Komitee CEN/TC 459/SC 2 „Chemische Analyse von Eisen und Stahl“ übernommen, 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 beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

ISO 385	siehe	DIN EN ISO 385
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

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

Änderungen

Gegenüber DIN EN 29658:1992-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Neubewertung der Präzisionsdaten;
- b) Aktualisierung der normativen Verweisungen;
- c) Hinzufügung einiger Anmerkungen, die zur besseren Genauigkeit der Prüfmethode beitragen könnten;
- d) redaktionelle Aktualisierung;
- e) Literaturverzeichnis ergänzt.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 385, *Laborgeräte aus Glas — Büretten*

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben*

DIN EN ISO 14284, *Stahl und Eisen — Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen*

— Leerseite —

<i>Titel de:</i>	Stahl — Bestimmung des Aluminiumgehaltes — Flammenatomextinktionsspektrometrisches Verfahren (ISO/DIS 9658:2023)
<i>Titel en:</i>	Steel — Determination of aluminium content — Flame atomic absorption spectrometric method (ISO/DIS 9658:2023)
<i>Titel fr:</i>	Aciers — Dosage de l'aluminium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (ISO/DIS 9658:2023)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Grundzüge des Verfahrens	5
5 Reagenzien	6
6 Geräte	7
7 Probenahme und Vorbereitung der Probenabschnitte	8
8 Durchführung	8
8.1 Testportionen	8
8.2 Blindversuch	8
8.3 Ermittlung der Werte	9
8.3.1 Herstellung der Prüflösung	9
8.3.2 Herstellung der Bezugslösungen	10
8.3.3 Einstellung des Atomabsorptionsspektrometers	11
8.3.4 Optimierung der Einstellungen des Atomabsorptionsspektrometers	11
8.3.5 Spektrometrische Messungen	12
8.4 Ausdruck der Kalibrierkurve	12
9 Darstellung der Ergebnisse	13
9.1 Verfahren zur Berechnung	13
9.2 Präzision	14
10 Prüfbericht	14
Anhang A (informativ) Verfahren zur Bestimmung der technischen Voraussetzungen für den Einsatz von Messgeräten	15
A.1 Bestimmung der Mindestpräzision	15
A.2 Bestimmung der Nachweisgrenze, $\rho_{Al, min}$	15
A.3 Kriterium für die Linearität der Kalibrierung	16
A.4 Bestimmung der charakteristischen Konzentration $\rho_{Al,K}$	16
Anhang B (informativ) Zusätzliche Informationen über den internationalen Ringversuch	17
Anhang C (informativ) Grafische Darstellung der Präzisionsdaten	18
Anhang D (informativ) Bestimmung des säurelöslichen Aluminiums	19
D.1 Zubereitung einer Probenlösung für die Bestimmung des säurelöslichen Aluminiums	19
D.2 Präzision	19
Literaturhinweise	21

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 9658:2023) 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 gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 29658:1991 ersetzen.

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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 9658:2023 wurde von CEN als prEN ISO 9658:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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 ersetzt die erste Ausgabe (ISO 9658:1990), die technisch überarbeitet wurde.

Die wichtigsten Änderungen gegenüber der vorherigen Ausgabe sind folgende:

- Neubewertung der Präzisionsdaten;
- Aktualisierung der normativen Verweise;
- Hinzufügung einiger Anmerkungen, die zur besseren Genauigkeit der Prüfmethode beitragen könnten;
- redaktionelle Aktualisierung;
- Literaturverzeichnis ergänzt.

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 zur Bestimmung von Aluminium im unlegierten Stahl fest.

Das Verfahren ist für Aluminiumgehalte zwischen 0,005 % (Massenanteil) und 0,20 % (Massenanteil) 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 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 14284:1996, *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: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

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

3.1

säurelösliches Aluminium

in Säurelösung gelöstes Aluminium

4 Grundzüge des Verfahrens

Auflösen einer Testportion in verdünnter Salz- und Salpetersäure.

Aufschmelzen der säureunlöslichen Rückstände mit einer Mischung aus Orthoborsäure und Kaliumcarbonat.

Zerstäubung der Testlösung in einer Distickstoffmonoxid-Acetylen-Flamme.

Spektrometrische Messung der Extinktion der von einer Aluminium-Hohlkathodenlampe emittierten Spektrallinie bei 309,3 nm.

ANMERKUNG Andere geeignete Strahlungsquellen können ebenfalls verwendet werden, sofern die Kriterien in 6.5.1 bis 6.5.4 weiterhin erfüllt sind.

5 Reagenzien

Für die Analyse sind, sofern nicht anders angegeben, nur Reagenzien von anerkannter analytischer Qualität und nur destilliertes Wasser oder Wasser von gleichwertiger Reinheit gemäß ISO 3696 zu verwenden.

5.1 Reines Eisen, das weniger als 0,000 1 % (Masseanteil) oder weniger Aluminium mit bekanntem Aluminiumgehalt enthält.

5.2 Fluorwasserstoffsäure, ρ etwa 1,15 g/ml.

5.3 Salzsäure, ρ etwa 1,19 g/ml, 1 + 1 verdünnt.

5.4 Salzsäure, ρ etwa 1,19 g/ml, 2 + 100 verdünnt.

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

5.6 Salzsäure-Salpetersäure-Gemisch.

Man mischt drei Volumenanteile Salzsäure (ρ ca. 1,19 g/ml), ein Volumenanteil Salpetersäure (ρ ca. 1,40 g/ml) und zwei Volumenanteile Wasser.

Diese Mischung ist unmittelbar vor der Verwendung herzustellen.

5.7 Schmelzmischung.

Man mischt 1 Masseanteil Orthoborsäure (H_3BO_3) und 1 Masseanteil wasserfreies Kaliumcarbonat (K_2CO_3).

5.8 Lösung der Schmelzmischung.

20,0 g der Schmelzmischung (5.7) werden in Wasser aufgelöst und auf 100 ml verdünnt.

5,0 ml dieser Lösung enthalten 1,0 g der Schmelzmischung (5.7).

5.9 Aluminium-Stammlösung, 2,0 g/l.

2,000 g Aluminium hoher Reinheit (99,9 % Masseanteil) auf 0,001 g Genauigkeit abwiegen und in 40 ml Salzsäure (ρ etwa 1,19 g/ml) und 10 ml Salpetersäure (ρ etwa 1,40 g/ml) auflösen. Aufkochen, um Stickoxide zu entfernen. Abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben mit Markierung überführen, mit Wasser bis zur Marke verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 2,0 mg Al.

5.10 Aluminium-Standardlösung, 0,20g/l.

20,0 ml der Stammlösung (5.9) werden in einen 200-ml-Messkolben mit einer Markierung gegeben. Bis zur Marke mit Wasser verdünnen und mischen.

Diese Standardlösung wird unmittelbar vor der Verwendung zubereitet.

1 ml dieser Lösung enthält 0,20 mg Al.

5.11 Aluminium-Standardlösung, 0,020g/l.

20,0 ml der Stammlösung (5.9.1) werden in einen 200-ml-Messkolben mit einer Markierung gegeben. Bis zur Marke mit Wasser verdünnen und mischen.

Diese Standardlösung wird unmittelbar vor der Verwendung zubereitet.

1 ml dieser Lösung enthält 0,020 mg Al.

6 Geräte

Alle Laborgeräte aus Glas müssen der Klasse A gemäß ISO 385, ISO 648 bzw. ISO 1042 entsprechen.

Während der Analyse sind, sofern nicht anders angegeben, gewöhnliche Laborgeräte und folgende Geräte zu verwenden.

Alle Glasgeräte sind zunächst in Salzsäure (5.3) und dann in Wasser zu waschen. Die Menge des Aluminiums in den Bechergläsern und Flaschen kann durch Messung der Absorption von destilliertem Wasser, das nach der Säurespülung in die Gläser eingebracht wird, geprüft werden.

6.1 Filtermedien, 0,45 µm Zellulosenitratfilter.

6.2 Filtertrichter,

Zweiteiliger säurebeständiger Filtertrichter mit einem Stützsieb zwischen Trichterkörper und Stiel, konzipiert für die Vakuumfiltration von Flüssigkeiten. Der Kolben des Trichters ist mit einer geschliffenen Glaskappe oder einem Gummistopfen zum Einsetzen in eine Öffnung des Vakuumgefäßes versehen.

6.3 Vakuumgefäß,

Kolben mit einem Fassungsvermögen von 500 ml oder groß genug, um einen 100-ml-Messkolben mit einer Marke aufzunehmen, mit einer Öffnung, in die der Gummistopfen des Filtertrichterschafts eingeführt werden kann.

6.4 Platin-Tiegel, mit einem Fassungsvermögen von 30 ml.

6.5 Atomabsorptionsspektrometer,

WARNUNG — Befolgen Sie die Anweisungen des Herstellers zum Zünden und Löschen der Luft-/Acetylenflamme, um mögliche Explosionsgefahren zu vermeiden. Tragen Sie eine getönte Schutzbrille, wenn der Brenner in Betrieb ist.

Das Spektrometer muss mit einer Aluminium-Hohlkathodenlampe oder einer anderen geeigneten Strahlungsquelle ausgestattet sein oder einer anderen geeigneten Strahlungsquelle ausgestattet sein und mit ausreichend reinem Distickstoffmonoxid und Acetylen versorgt werden, um eine gleichmäßige, brennstoffarme, wasser- und ölfreie und aluminiumfreie Flamme zu erzeugen.

Das verwendete Atomabsorptionsspektrometer gilt als zufriedenstellend, wenn nach der Optimierung gemäß 8.3.4, die Nachweisgrenze und die charakteristische Konzentration in angemessener Übereinstimmung mit den vom Hersteller angegebenen Werten sind mit den vom Hersteller angegebenen Werten übereinstimmen und es die in den Abschnitten 6.5.1 bis 6.5.3 genannten Leistungskriterien erfüllt.

Das Gerät sollte auch die zusätzliche Leistungsanforderung gemäß 6.5.4 erfüllen.

6.5.1 Mindestpräzision

Die Standardabweichung von 10 Messungen der Absorption der höchstkonzentrierten Kalibrierlösung darf 1,5 % 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.

6.5.2 Nachweisgrenze

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

Die Nachweisgrenze für Aluminium in einer der endgültigen Prüflösung ähnlichen Matrix muss weniger als 0,1 µg/ml betragen.

6.5.3 Linearität der Kalibrierung

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.

6.5.4 Charakteristische Konzentration

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

6.5.5 Ergänzende Ausrüstung

Die Skalenerweiterung 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 Probenahme und Vorbereitung der Probenabschnitte

Die Probenahme und Vorbereitung der Probenabschnitte ist in Übereinstimmung mit ISO 14284 oder mit vergleichbaren nationalen Normen für Stahl durchzuführen.

8 Durchführung

8.1 Testportionen

Falls erforderlich, wird die Probe durch Reinigung in einem geeigneten Lösungsmittel entfettet. Die letzten Spuren des Lösungsmittels werden durch vorsichtiges Erwärmen verdampft.

Etwa 2,0 g der Probe werden auf 0,1 mg genau abgewogen.

8.2 Blindversuch

Anstelle der Testportion wird parallel zur Bestimmung und nach demselben Verfahren ein Blindversuch bei gleichen Mengen aller Reagenzien durchgeführt, einschließlich des reinen Eisens. Eine Nullpunktkorrektur kann erforderlich sein.

8.3 Ermittlung der Werte

8.3.1 Herstellung der Prüflösung

8.3.1.1 Auflösung der Probenportion

Die Probenportion (8.1) wird in ein 250-ml-Becherglas gegeben. Man gibt 40 ml des Säuregemisches (5.6) hinzu und deckt das Becherglas mit einem Uhrglas ab. Erhitzen, bis die Säurewirkung nachlässt. Aufkochen, um Stickoxide zu entfernen und abkühlen.

8.3.1.2 Filtration der Prüflösung

Ein Filter (6.1) wird auf das Stützsieb eines Filtertrichters (6.2) gesetzt. Den Filter mit Wasser befeuchten und den Schaft des Trichters verbinden. Den Stopfen des Filtertrichterstiels in ein Vakuumgefäß (6.3) einsetzen. Das Vakuumgefäß leicht ansetzen und die Lösung filtrieren.

Die Trichterseiten und den Rückstand abwechselnd mit warmer Salzsäure (5.4) und warmem Wasser waschen, bis sie sichtbar frei von Eisen sind.

Das Vakuum vorsichtig abstellen.

Das Filtrat wird in ein 500-ml-Vakuumgefäß aufgefangen:

- Wenn das Volumen des Filtrats und der Waschflüssigkeit weniger als etwa 70 ml beträgt, wird die Lösung in ein 100 ml-Becherglas überführt.
- Beträgt das Volumen des Filtrats und des Waschwassers mehr als etwa 70 ml, so wird die Lösung quantitativ in ein 200-ml-Becherglas überführt.

Abkühlen lassen und dann quantitativ in einen 100-ml-Messkolben mit einer Markierung überführen, und weiter mit 8.3.1.3.

Wird das Filtrat direkt in einen 100-ml-Messkolben mit einer Markierung aufgefangen, der in das Vakuumgefäß platziert wird:

- Wenn das Volumen des Filtrats und der Waschflüssigkeit weniger als etwa 70 ml beträgt, fahren Sie mit 8.3.1.3 fort;
- Ist das Volumen des Filtrats und des Waschwassers größer als etwa 70 ml, so wird die Lösung in ein 200-ml-Becherglas überführt, das Volumen der Lösung durch Verdampfen auf etwa 70 ml reduzieren, abkühlen und quantitativ wieder in den ursprünglichen 100-ml-Messkolben mit einer Markierung überführen und mit 8.3.1.3 fortfahren.

8.3.1.3 Vorbereitung der Testlösung für die Bestimmung von Gesamtaluminium

Den Filter, der den unlöslichen Rückstand enthält, in einen Platintiegel (6.4) geben. Den Rückstand bei niedriger Temperatur verkohlen und langsam auf 1 000 °C erhitzen. Den Tiegel abkühlen lassen. Einige Tropfen Wasser, einige Tropfen Schwefelsäure (5.5) und 5 ml Flusssäure (5.2) hinzugeben. Zur Trockne eindampfen und erneut

langsam auf 1 000 °C glühen. Man lässt den Tiegel abkühlen und gibt 1,0 g der Schmelzmischung (5.7) hinzu. Den Inhalt des Tiegels in einem Muffelofen bei 1 000 °C 15 Minuten lang schmelzen. Den Tiegel abkühlen lassen und der erstarrten Schmelze 1 ml oder 2 ml Salzsäure (5.3) und 8 ml Wasser zur erstarrten Schmelze zugeben. Leicht erwärmen, um die Schmelzprodukte aufzulösen. Man lässt den Tiegel abkühlen und gibt diese Lösung portionsweise zum Filtrat in den 100-ml-Messkolben mit einer Markierung geben.

Bis zur Marke mit Wasser verdünnen und mischen.

ANMERKUNG Zubereitung der Testlösung für die Bestimmung von säurelöslichem Aluminium gemäß Anhang D.

8.3.2 Herstellung der Bezugslösungen

8.3.2.1 Aluminiumgehalte kleiner als 0,010 % (Masseanteil)

In eine Reihe von 250-ml-Bechern ($2,00 \pm 0,01$) g reines Eisen (5.1) geben, 40 ml Säuremischung (5.6) in keinen Portionen jedem Becherglas hinzugeben und jeweils mit Uhrgläsern abdecken. Erhitzen, bis das Eisen aufgelöst ist, dann kochen, um die Stickoxide zu entfernen. Abkühlen lassen und die Lösungen in fünf 100-ml-Messkolben mit einer Markierung umfüllen. Die Volumina der Aluminium-Standardlösung (5.9.2) wie in Tabelle 1 angegeben, zugeben.

Jedem Kolben werden 5,0 ml der Schmelzmischungslösung (5.8) zugesetzt. Man kühlt ab und lässt das entstehende Kohlendioxid entweichen, dann mit Wasser bis zur Marke verdünnen und mischen.

Tabelle 1 — Bezugslösungen für Aluminiumgehalte kleiner als 0,010%

Menge der Aluminiumium-Standardbezugslösung (5.9.2) ml	Entsprechende Aluminiumkonzentration nach abschließender Verdünnung µg/ml	Entsprechender Aluminiumgehalt in der Probe %
0 ¹⁾	0	0
2,5	0,5	0,002 5
5,0	1,0	0,005 0
7,5	1,5	0,007 5
10,0	2,0	0,010 0
1) Leerwert		

8.3.2.2 Aluminiumgehalte zwischen 0,010 % (Masseanteil) und 0,20 % (Masseanteil)

Es ist entsprechend wie in 8.3.2.1 dargelegt zu verfahren und Tabelle 2 anstatt Tabelle 1 anzuwenden.

Tabelle 2 — Bezugslösungen für Aluminiumgehalte (Masseanteile) zwischen 0,010% und 0,20%

Menge der Aluminiumium-Standardbezugslösung (5.9.1) ml	Entsprechende Aluminiumkonzentration nach abschließender Verdünnung µg/ml	Entsprechender Aluminiumgehalt in der Probe %
0 ¹⁾	0	0
5,0	10,0	0,050
10,0	20,0	0,100
15,0	30,0	0,150
20,0	40,0	0,200
1) Leerwert		