

Januar 2022

ICS 77.040.30; 77.120.10

Vorgesehen als Ersatz für EN 14242:2004

Deutsche Fassung

Aluminium und Aluminiumlegierungen - Chemische Analyse - Optische Emissionspektralanalyse mit induktiv gekoppelter Plasmaanregung

Aluminium and aluminium alloys - Chemical analysis -
Inductively coupled plasma optical emission spectral
analysis

Aluminium et alliages d'aluminium - Analyse chimique -
Analyse par spectrométrie d'émission optique en
plasma induit

Dieser Europäische Norm-Entwurf wird den CEN-Mitgliedern zur Umfrage vorgelegt. Er wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 132 erstellt.

Wenn aus diesem Norm-Entwurf eine Europäische Norm wird, sind die CEN-Mitglieder gehalten, die CEN-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Dieser Europäische Norm-Entwurf wurde von CEN in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch) erstellt. Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem CEN-CENELEC-Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Warnvermerk : Dieses Schriftstück hat noch nicht den Status einer Europäischen Norm. Es wird zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt. Es kann sich noch ohne Ankündigung ändern und darf nicht als Europäischen Norm in Bezug genommen werden.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Reagenzien.....	5
6 Prüfeinrichtung.....	11
7 Probenahme	12
7.1 Allgemein.....	12
7.2 Analysenprobe.....	12
8 Durchführung.....	12
8.1 Einwaage	12
8.2 Löseverfahren I mit Natriumhydroxidlösung.....	12
8.3 Löseverfahren II mit Salpetersäure und Flusssäure.....	13
8.4 Löseverfahren III mit einer Mischung aus Salzsäure und Salpetersäure	13
8.5 Löseverfahren IV mit Salzsäure.....	14
8.6 Kalibrierlösungen und Driftkorrekturlösung.....	14
8.6.1 Allgemein.....	14
8.6.2 Herstellung der Kalibrierlösungen	14
8.7 Messungen.....	15
8.7.1 Anpassung der Prüfeinrichtung.....	15
8.7.2 Messen der Kalibrierlösungen.....	15
8.7.3 Messen der Prüflösungen	15
8.8 Kalibrierkurven	16
9 Korrektur der Kurzzeitschwankungen und Drift.....	16
9.1 Allgemein.....	16
9.2 Kurzzeitschwankungen.....	16
9.3 Drift.....	16
10 Ermitteln von Störungen.....	16
11 Angabe der Ergebnisse	17
11.1 Korrektur.....	17
11.2 Ergebnis	17
12 Prüfbericht.....	17
Anhang A (informativ) Wellenlängen für die Analyse	18
Anhang B (informativ) Optisches Plasma-Emissionsspektrometer — Vorgeschlagene zu prüfende Leistungskriterien	20
B.1 Kurz- und Langzeitstabilität.....	20
B.2 Evaluierung der Untergrundäquivalentkonzentration.....	20
B.3 Evaluierung der Nachweisgrenze	21
B.4 Linearität der Kalibrierkurven	21
Literaturhinweise.....	22

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14242:2022) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 132 „Aluminium und Aluminiumlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 14242:2004 ersetzen.

Gegenüber der vorherigen Ausgabe wurden die folgenden technischen Änderungen vorgenommen:

- Änderung des Anwendungsbereichs;
- neuer Unterabschnitt 5.15.6;
- diverse redaktionelle Änderungen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren für die optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES, en: inductively coupled plasma optical emission spectrometric method) zur Analyse von Aluminium und Aluminiumlegierungen fest.

Dieses Verfahren ist für die Bestimmung von Silicium, Eisen, Kupfer, Mangan, Magnesium, Chrom, Nickel, Zink, Titan, Gallium, Vanadium, Beryllium, Bismut, Calcium, Cadmium, Cobalt, Lithium, Natrium, Blei, Antimon, Zinn, Strontium und Zirconium in Aluminium und Aluminiumlegierungen anwendbar.

Der Gehalt der zu bestimmenden Elemente sollte mindestens 10-mal höher sein als die Nachweisgrenze des Verfahrens.

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).

EN 12258-2:2001, *Aluminium und Aluminiumlegierungen — Begriffe — Teil 2: Chemische Analyse*

EN 14361, *Aluminium und Aluminiumlegierungen — Chemische Analyse — Probenahme von Metallschmelzen*

EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten (ISO 648)*

EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Meßkolben (ISO 1042)*

EN ISO 3696, *Wasser für analytische Laborzwecke — Spezifikation und Prüfverfahren (ISO 3696)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 12258-2:2001.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

Eine Einwaage wird gelöst mit:

- einer Natriumhydroxidlösung und anschließend mit einer Mischung von Salpetersäure und Salzsäure umgesetzt; oder
- Salpetersäure und Flusssäure; oder
- einer Mischung von Salzsäure und Salpetersäure; oder
- Salzsäure und Wasserstoffperoxid,

je nach Legierungstyp und dem Element, das bestimmt werden soll.

Nach geeigneter Verdünnung und gegebenenfalls Zugabe eines internen Referenzelements wird die Lösung in ein Emissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma zerstäubt und die Intensität des emittierten Lichts (gegebenenfalls auch die des internen Referenzelements) gemessen.

Die Emissionssignale auf den ausgewählten Analysenlinien (siehe Anhang A) werden mit denen der Kalibrierlösungen verglichen.

ANMERKUNG 1 Die Anwendungsbereiche und die Präzision des Verfahrens oder alle abweichenden Schritte werden vom Laboratorium validiert. Ungefähre Anwendungsbereiche sind in Anhang A angegeben.

ANMERKUNG 2 Alle Geräte einschließlich Software, die in den Laboratorien verwendet werden, sind unterschiedlich und unterliegen Veränderungen. Deshalb sind für die Kalibrierung und die Messung nur allgemeine Kriterien festgelegt.

5 Reagenzien

Während der Analyse sind, sofern keine anderslautenden Festlegungen bestehen, nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und Wasser des Reinheitsgrades 2 nach EN ISO 3696 zu verwenden.

Für die Herstellung von Kalibrierlösungen und Probenlösungen sollten die gleichen Reagenzien verwendet werden.

5.1 Aluminium, Reinheit $\geq 99,999$ % Massenanteil.

5.2 Natriumcarbonat (Na_2CO_3)

5.3 Kaliumcarbonat (K_2CO_3)

5.4 Natriumnitrit (NaNO_2)

5.5 Kaliumdisulfat ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$)

5.6 Salpetersäure, $\rho \approx 1,40$ g/ml.

5.7 Salpetersäurelösung, 1 + 1

400 ml Wasser vorlegen, vorsichtig 500 ml Salpetersäure (5.6) zugeben, abkühlen lassen, mit Wasser auf 1 l verdünnen und mischen.

5.8 Salpetersäurelösung, 4 mol/l

50 ml Wasser vorlegen, vorsichtig 27,7 ml Salpetersäure (5.6) zugeben, abkühlen lassen, mit Wasser auf 100 ml verdünnen und mischen.

5.9 Salzsäure, $\rho \approx 1,19$ g/ml

5.10 Salzsäurelösung, 1 + 1

400 ml Wasser vorlegen, vorsichtig 500 ml Salzsäure (5.9) zugeben, abkühlen lassen, mit Wasser auf 1 l verdünnen und mischen.

5.11 Flusssäure, $\rho \approx 1,14$ g/ml.

5.12 Schwefelsäure, $\rho \approx 1,84$ g/ml.

5.13 Wasserstoffperoxid, 30%ige (Massenanteil) Lösung.

5.14 Natriumhydroxidlösung, 400 g/l

400,0 g Natriumhydroxid (NaOH) in einen Kunststoffbecher mit Deckel überführen und vorsichtig 500 ml Wasser zugeben. Die Lösung in einen 1 000-ml-Messkolben aus Kunststoff überführen.

Bis zur Markierung mit Wasser verdünnen und mischen.

5.15 Standardlösungen

Die Standardlösungen müssen auf die internationalen SI-Einheiten für Masse und Substanzmenge, d. h. Kilogramm (kg) und Mol (mol) zurückgeführt werden können. Sie sollten aus reinen Metallen oder stöchiometrischen Verbindungen hergestellt werden.

Für die Bestimmung von Elementen, die unlösliche Verbindungen mit Sulfationen bilden, dürfen keine Standardlösungen mit Sulfationen verwendet werden.

Standardlösungen und Kalibrierlösungen mit Elementkonzentrationen von ≤ 50 mg/l können instabil sein und müssen kurz vor der Verwendung hergestellt werden.

ANMERKUNG 1 Kalibrierlösungen können durch Gewichtsmessung direkt aus Standardlösungen hergestellt werden (siehe 8.6).

ANMERKUNG 2 Für Routineanalysen können auch kommerzielle Standardlösungen mit angegebener Rückverfolgbarkeit verwendet werden.

5.15.1 Antimon-Standardlösung, 200 mg/l

0,100 g Antimon (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 250-ml-Becher mit Deckel überführen. 50 ml Salzsäure (5.9) und 2 ml Salpetersäure (5.6) zugeben und bis zur vollständigen Lösung erwärmen. Abkühlen lassen. Vorsichtig 50 ml Wasser und 50 ml Salzsäure (5.9) zugeben und die Lösung quantitativ in einen 500-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 200 μ g Antimon.

5.15.2 Beryllium-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Beryllium (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 20 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen, abkühlen lassen und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Beryllium.

5.15.3 Bismut-Standardlösung, 1 g/l

1,000 g Bismut (Reinheit $\geq 99,99$ % Massenanteil) in einen 400-ml-Becher mit Deckel überführen. 18 ml Salzsäure (5.9), 6 ml Salpetersäure (5.6) und 10 ml Wasser zugeben. Falls erforderlich, bis zur vollständigen Lösung leicht erwärmen. 160 ml Salzsäurelösung (5.10) zugeben und die Lösung quantitativ in einen 1 000-ml-Messkolben überführen. Durch Auffüllen des Volumens mit Wasser verdünnen und mischen.

1 ml dieser Lösung enthält 1 mg Bismut.