



Stecker, die durch Teile des Körpers gestochen werden
Referenzprüfverfahren zur Bestimmung des
Nickelgehalts durch Atomabsorptionsspektrometrie

ÖNORM
EN 1810

Body-piercing post assemblies – Reference test method for determination of nickel content by flame atomic absorption spectrometry

Ensembles de perçage de parties du corps – Méthode d'essai de référence pour la détermination de la teneur en nickel par spectrométrie d'absorption atomique de flamme

Normengruppe M

Ident (IDT) mit EN 1810:1998

Die Europäische Norm EN 1810 hat den Status einer Österreichischen Norm.

Die ÖNORM EN 1810 besteht aus

- diesem nationalen Deckblatt sowie
- der offiziellen deutschsprachigen Fassung der EN 1810:1998.

Medieninhaber und Hersteller:
 Österreichisches Normungsinstitut
 1021 Wien

Hinweise auf Normen ohne Ausgabedatum beziehen sich auf die jeweils geltende Fassung.

Fortsetzung
 EN 1810 Seiten 1 bis 12

CEN/TC 283
 Edelmetalle - Anwendung
 im Bereich Schmuck und
 verwandten Produkten

EUROPÄISCHE NORM
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE

EN 1810

Mai 1998

ICS 39.060

Deskriptoren: Edelmetall, Legierung, Aluminiumlegierung, Silberlegierung, Goldlegierung, Titanlegierung, Kupferlegierung, Stahl, Prüfung, Bestimmung, Gehaltsbestimmung, Nickel, Atomabsorptionsspektrometrie

Deutsche Fassung

Stecker, die durch Teile des Körpers gestochen werden - Referenzprüfverfahren zur Bestimmung des Nickelgehalts durch Atomabsorptionsspektrometrie

Body-piercing post assemblies - Reference test method for
determination of nickel content by flame atomic absorption
spectrometry

Ensembles de perçage de parties du corps - Méthode
d'essai de référence pour la détermination de la teneur en
nickel par spectrométrie d'absorption atomique de flamme

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 10. April 1998 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-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. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

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

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



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

Zentralsekretariat: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 283 "Edelmetalle - Anwendung im Bereich Schmuck und verwandten Produkten" erarbeitet, dessen Sekretariat vom UNI gehalten wird.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 1998, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 1998 zurückgezogen werden.

Anhang A ist informativ.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Einleitung

Dieses Verfahren wird benutzt um zu bestimmen, ob der Nickelgehalt in Steckern, die in durchstochene Ohren und andere durchstochene Teile des menschlichen Körpers eingebracht werden, während der Epithelisierung des Wundkanals, unabhängig davon ob sie später entfernt werden oder nicht, gleich oder kleiner als 0,05% des Massenanteils ist.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Nickelgehalts in Aluminium, Titan, Kupfer, Silber, Gold und in den Legierungen der genannten Metalle sowie in Stählen mittels Atom-Absorptions-Spektrometrie fest. Dieses Verfahren ist hauptsächlich anwendbar, wenn der Nickelgehalt in einer Probe zwischen 0,03 % und 0,07 % Massenanteil liegt.

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Europäische Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

prEN 1811 Reference test method for release of nickel from products intended to come into direct and prolonged contact with the skin

3 Prinzip

Eine Prüfmenge wird in einem sauren Element gelöst. Die erhaltene Lösung wird in einer Luft/Acetylen-Flamme des Atomabsorptionsspektrometers zerstäubt und die Absorption der Resonanzenergie von Nickel (üblicherweise 232,0 nm) wird mit der von Kalibrierlösungen verglichen.

4 Reagenzien

Alle Reagenzien müssen dem Reinheitsgrad "zur Analyse" entsprechen und frei von Nickel sein.

ANMERKUNG: Nur die Reagenzien entsprechend den zu untersuchenden Matrixen sind erforderlich.

WARNHINWEIS: Konzentrierte Säuren sind gefährlich. Es sind Schutzgläser oder -brillen zu tragen und die Auflösung von Metallen sollte in einem gut ziehenden Abzug erfolgen.

4.1 Entionisiertes Wasser, spezifische Leitfähigkeit maximal 1 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

4.2 Salzsäure, $\rho = 1,19 \text{ g/ml}$, Lösung 38 % Massenanteile.

4.3 Verdünnte Salzsäure, $\rho = 1,10$ g/ml, Lösung 20 % Massenanteile.

125 ml Salzsäure (siehe 4.2) wird vorsichtig in ein 500 ml Becherglas eingemessen, das ungefähr 110 ml entionisiertes Wasser enthält. Die Lösung wird umgerührt und auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Lösung wird in einen 250 ml Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt.

4.4 Wasserstoffperoxid, 30 % Massenanteile.**4.5 Flußsäure, $\rho = 1,13$ g/ml, 40 % Massenanteile.****4.6 Salpetersäure, $\rho = 1,40$ g/ml, 65 % Massenanteile.****4.7 Verdünnte Salpetersäure, $\rho = 1,20$ g/ml, 33 % Massenanteile.**

44 ml Salpetersäure (siehe 4.6) wird vorsichtig in ein 250 ml Becherglas eingemessen, das ungefähr 40 ml entionisiertes Wasser enthält. Die Lösung wird umgerührt und auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Lösung wird in einen 100 ml Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt.

4.8 Perchlorsäure, $\rho = 1,54$ g/ml, 60 % Massenanteile**4.9 Königswasser**

50 ml Salzsäure (siehe 4.2) werden vorsichtig mit 40 ml Salpetersäure (siehe 4.6) gemischt. Diese Mischung wird unmittelbar vor Gebrauch hergestellt.

4.10 Lösung aus Salz- und Salpetersäure

50 ml Salzsäure (siehe 4.2) werden unter stetigem Rühren vorsichtig 40 ml entionisiertem Wasser zugeführt. 20 ml Salpetersäure werden hinzugefügt und gut gemischt. Diese Lösung wird unmittelbar vor Gebrauch hergestellt.

4.11 Lösung aus Salpeter- und Perchlorsäure

5 ml Salpetersäure (siehe 4.6) werden vorsichtig mit 40 ml Perchlorsäure (siehe 4.8) gemischt. Die Lösung wird mit entionisiertem Wasser verdünnt und gemischt. Die Lösung wird in einen 50 ml Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt.

4.12 Nickel-Stammlösung

Die Nickel-Stammlösung wird, zum Beispiel, unter Verwendung von Ampullen mit zertifizierter Standardlösung angesetzt.

4.13 Aluminium-Matrix, Stammlösung mit 10 g/l

2 g Aluminium (weniger als 0,0005 % Massenanteile Nickel), werden auf 0,001 g gewogen und in einen 125-ml-Erlenmeyerkolben überführt. In kleinen Mengen werden 60 ml verdünnte Salzsäure (4.3) hinzugefügt und langsam bis zum vollständigen Auflösen erwärmt. Es werden einige Tropfen Wasserstoffperoxid (4.4) hinzugegeben, dann wird 2 Minuten erhitzt, um überschüssiges Wasserstoffperoxid zu entfernen. Die Lösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt, in einen 200-ml-Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt.

4.14 Titan-Matrix, Stammlösung mit 10 g/l

2 g Titan (weniger als 0,0005 % Massenanteile Nickel), werden auf 0,001 g gewogen und in einen 125-ml-Erlenmeyerkolben überführt. In kleinen Mengen werden 60 ml Flußsäure (siehe 4.5) hinzugefügt, und langsam bis zum vollständigen Auflösen erwärmt. Die Lösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt, in einen 200-ml-Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt. Es sind geeignete Laborgeräte bei Verwendung von Flußsäure zu benutzen, z.B. aus Polytetrafluoräthylen (PTFE).

4.15 Kupfer-Matrix, Stammlösung mit 10 g/l

2 g Kupfer (weniger als 0,0005 % Massenanteile Nickel), werden auf 0,001 g gewogen und in einen 125-ml-Erlenmeyerkolben überführt. In kleinen Mengen werden 40 ml verdünnte Salzsäure (siehe 4.3) und 10 ml Wasserstoffperoxid (siehe 4.4) hinzugefügt. Die Lösung wird abgekühlt, bis die heftige Reaktion aufgehört hat. Nach dem vollständigen Auflösen wird die Lösung bis zum Siedepunkt erhitzt und ungefähr eine Minute weitergekocht, um das überschüssige Wasserstoffperoxid zu entfernen; anschließend wird die Lösung auf Raumtemperatur abgekühlt. Dann wird in einen 200-ml-Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt.

4.16 Silber-Matrix, Stammlösung mit 10 g/l

2 g Silber, (weniger als 0,0005 % Massenanteile Nickel), werden auf 0,001 g gewogen und in einen 125-ml-Erlenmeyerkolben überführt. Es werden 60 ml verdünnte Salpetersäure (siehe 4.7) hinzugefügt und langsam bis zum vollständigen Auflösen erwärmt. Die Lösung wird bis unterhalb des Siedepunktes erhitzt, bis die Entwicklung von nitrosen Gasen aufhört. Anschließend wird sie auf Raumtemperatur abgekühlt, in einen 200-ml-Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt.

4.17 Gold-Matrix, Stammlösung mit 10 g/l

2 g Gold, (weniger als 0,0005 % Massenanteile Nickel), werden auf 0,001 g gewogen und in einen 125-ml-Erlenmeyerkolben überführt. Es werden 80 ml Königswasser (siehe 4.9) hinzugefügt und erwärmt. Bei Bedarf wird Königswasser bis zum vollständigen Auflösen nachgefüllt. Die Menge des verbrauchten Königswassers ist aufzuschreiben. Die Lösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt, in einen 200-ml-Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt.

4.18 Eisen-Matrix, Stammlösung mit 10 g/l

2 g Eisen, (weniger als 0,0005 % Massenanteile Nickel), werden auf 0,001 g gewogen und in einen 125-ml-Erlenmeyerkolben überführt. Es werden 50 ml der Lösung aus Salz- und Salpetersäure (4.10) hinzugefügt und bis zum vollständigen Auflösen erwärmt. Die Lösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt und bei Bedarf filtriert. Die Lösung wird in einen 200-ml-Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt.

5 Geräte

Übliche Laborausrüstung und

5.1 Waage, imstande in Gramm auf 4 Dezimalstellen genau zu wiegen.

5.2 Atomabsorptionsspektrometer

Nickel-Hohlkathodenlampe, Zuführungen für Luft und Acetylen (frei von Wasser, Öl und Nickel) in ausreichender Reinheit, um eine ruhige, klare Flamme zu bilden.

Das verwendete Gerät muß nach einer Optimierung entsprechend 6.5 den Leistungskriterien von 5.2.1 bis 5.2.3 erfüllen. Zusätzlich wird empfohlen, daß das Gerät mit den Leistungskriterien nach 5.2.4 übereinstimmt.

5.2.1 Mindestpräzision

Die Standardabweichung aus 10 Messungen der Absorption der konzentriertesten Kalibrierlösung darf 1,0 % der mittleren Absorption der konzentriertesten Kalibrierlösung nicht überschreiten.

Die Standardabweichung aus 10 Messungen der Absorption der am wenigsten konzentrierten Kalibrierlösung (ausgenommen die Nullwertlösung) (siehe 6.4) darf 0,5 % der mittleren Absorption der konzentriertesten Kalibrierlösung nicht überschreiten.

5.2.2 Charakteristische Konzentration

Die charakteristische Konzentration für Nickel in einer der endgültigen Probenlösung ähnlichen Matrix darf nicht größer als 0,10 mg/l Nickel bei 232,0 nm sein.

5.2.3 Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenze wird als die zweifache Standardabweichung aus 10 Messungen der Absorption einer Lösung betrachtet, die Nickel in einer so ausgewählten Konzentration enthält, daß sich eine Absorption gerade über derjenigen der Nullwertlösung ergibt.

Die Nachweisgrenze für Nickel in einer der endgültigen Probenlösung ähnlichen Matrix muß besser sein als 0,15 mg/l bei 232,0 nm.

5.2.4 Linearität der Kurve

Die Steigung der Kalibrierkurve für die oberen 20 % des Konzentrationsbereichs (angegeben als Absorptionsänderung) darf nicht geringer sein als das 0,7fache des Wertes der Kurvensteigung für die unteren 20 % des Konzentrationsbereichs.

In dieser Norm wird die Kalibrierkurve für den unteren Teil des optimalen Arbeitsbereichs üblicherweise definiert als das 20- bis 125fache der charakteristischen Konzentration.

ANMERKUNG: Die in den Abschnitten 5.2.1 bis 5.2.4 erwähnten Leistungskriterien basieren auf Bedingungen, die in ISO/CD 13204 angegeben werden.

6 Durchführung

6.1 Erkennung von Oberflächenbeschichtungen

Die Proben müssen der Prüfung auf Nickellässigkeit nach prEN 1811 unterzogen werden, um Verunreinigungen mit Nickel auf der Oberfläche feststellen zu können, und müssen mit einem Schleifmaterial geschliffen werden, um die Anwesenheit von Beschichtungen visuell zu prüfen. Wenn die Anwesenheit von Nickel auf der Oberfläche geprüft wird, dürfen die Proben vor der Analyse nicht entfettet werden.

Anmerkung: Wenn Beschichtungen vermutet werden, kann die Röntgenanalyse die Erkennung unterstützen.

6.2 Zusammensetzung der Probe

Eine ungefähre Zusammensetzung der Probe, z. B. durch Röntgenfluoreszenzanalyse (XRF) oder ein anderes halbquantitatives Verfahren ist durchzuführen. Dies ist notwendig, um die Probe als eine Legierung aus Aluminium, Titan, Kupfer, Silber, Gold oder Stahl einzuordnen .

6.3 Probenvorbereitung

6.3.1 Aluminium

0,125 g der Analysenprobe wird auf 0,001 g gewogen und in ein 25-ml-Becherglas überführt. Es werden 5 ml verdünnte Salzsäure (siehe 4.3) hinzugefügt und bis zum vollständigen Auflösen langsam erwärmt. Es werden zwei Tropfen Wasserstoffperoxidlösung (siehe 4.4) hinzugefügt und 2 min erhitzt, um überschüssiges Wasserstoffperoxid zu entfernen. Bei Bedarf wird filtriert. Die Lösung wird abgekühlt, in einen 25-ml-Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt.

6.3.2 Titan

0,125 g der Analysenprobe wird auf 0,001 g gewogen und in ein 25-ml-Becherglas überführt. In kleinen Mengen werden 5 ml Flußsäure (siehe 4.5) hinzugefügt und bis zum vollständigen Auflösen langsam erwärmt. Die Lösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt, in einen 25-ml-Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt. Es sind geeignete Laborgeräte bei Verwendung von Flußsäure zu benutzen, z.B. aus Polytetrafluoräthylen (PTFE).

6.3.3 Kupfer

0,125 g der Analysenprobe wird auf 0,001 g gewogen und in ein 25-ml-Becherglas überführt. In kleinen Mengen werden 3 ml verdünnte Salzsäure (siehe 4.3) und 1 ml Wasserstoffperoxidlösung (siehe 4.4) hinzugefügt. Die Lösung wird abgekühlt, bis die heftige Reaktion aufgehört hat. Wenn die Prüfmenge vollständig gelöst ist, wird die Lösung bis zum Siedepunkt erhitzt und etwa 1 min weitergekocht, um überschüssiges Wasserstoffperoxid zu entfernen. Die Lösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt, in einen 25-ml-Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt.

6.3.4 Silber

0,125 g der Analysenprobe wird auf 0,001 g gewogen und in ein 25-ml-Becherglas überführt. 3 ml verdünnte Salpetersäurelösung (siehe 4.7) werden hinzugefügt und bis zum vollständigen Auflösen langsam erwärmt. Die Lösung wird bis unterhalb des Siedepunktes erhitzt, bis die Entwicklung von nitrosen Gasen aufhört. entfernen. Die Lösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt, in einen 25-ml-Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt.

6.3.5 Gold

0,125 g der Analysenprobe wird auf 0,001 g gewogen und in ein 25-ml-Becherglas überführt. Es werden 5 ml Königswasser (siehe 4.9) hinzugefügt und bis zum vollständigen Auflösen erwärmt. Falls zur Vorbereitung der Gold-Matrixlösung mehr Säure verbraucht wurde, werden hier gleiche Mengenverhältnisse benötigt. Die Lösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt, in einen 25-ml-Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt..

6.3.6 Stähle

0,125 g der Analysenprobe wird auf 0,001 g gewogen und in ein 25-ml-Becherglas überführt. Es werden 3 ml der Lösung aus Salz- und Salpetersäure (siehe 4.10) hinzugefügt und bis zum vollständigen Auflösen langsam erwärmt. Wenn die vollständige Auflösung nicht erreicht wird, werden 2 ml der Lösung aus Salpeter- und Perchlorsäure (siehe 4.11) hinzugefügt und eingedampft, bis dichte, weiße Perchlorsäuredämpfe entstehen. Das Verdampfen wird 1 min bei einer Temperatur fortgesetzt, bei der ein ständiger Rückfluß der weißen Perchlorsäuredämpfe an den Wänden des Becherglases erhalten bleibt. Die Lösung wird abgekühlt, 5 ml Wasser hinzugefügt und zum Auflösen der Salze langsam erhitzt. Danach wird die Lösung auf abgekühlt und bei Bedarf filtriert. Die Lösung wird in einen 25-ml-Meßkolben überführt und bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt.

6.4 Vorbereitung der Kalibrierlösungen

In eine Reihe von sechs 50-ml-Meßkolben werden mit einer Mikropipette, mit einer Fehlergrenze von $\pm 1\%$, 0 μl (Nullwertlösung), 75 μl , 100 μl , 125 μl , 150 μl , and 175 μl der Nickel-Stammlösung (siehe 4.12) überführt. Danach wird in jeden Meßkolben eine Menge V_r von einer oder mehreren Matrixlösungen (siehe 4.13 bis 4.18), die der Art und dem Verhältnis nach den Hauptelementen der Analysenprobe entsprechen, nach folgender Gleichung, zugegeben:

$$V_r = \frac{25 \times W}{100}$$

Dabei ist:

V_r das Volumen der Matrixlösung, in Milliliter (ml);

W der ungefähre Gehalt des Elements in der Probe (siehe 6.2), ausgedrückt in Massenanteilen (%).

Die Lösungen in den Meßkolben werden jeweils bis zur Marke mit entionisiertem Wasser aufgefüllt und gemischt.

Die dadurch erzielten Kalibrierlösungen enthalten 0; 1,5; 2; 2,5; 3 und 3,5 µg/ml Nickel.

ANMERKUNG: Wenn der Bereich der Kalibrierlösungen auch die Lösungen mit einer Nickelkonzentration von 0,5 µg/ml und 1 µg/ml (die durch Hinzufügen von 25 µl und 50 µl der Nickelstammlösung zu 50 ml erzielt werden) umfaßt, kann dieses Verfahren auch zur Bestimmung von Nickelgehalten mit einem Massenanteil von 0,01 % benutzt werden.

6.5 Optimieren der Einstellungen des Atomabsorptionsspektrometers

Um das Gerät zum Gebrauch vorzubereiten, sind die Anweisungen des Herstellers einzuhalten.

Es werden der Lampenstrom, die Wellenlänge und die Gasströmungen eingestellt. Der Brenner wird angezündet und entionisiertes Wasser in die Flamme gesprüht, bis sich die Anzeige stabilisiert hat.

Die Kennwerte für die Flamme und die Flammenhöhe für die Nickelbestimmung werden nach den Anweisungen des Herstellers, die vorhandene Matrix betrachtend, eingestellt. Es werden abwechselnd die konzentrierteste Kalibrierlösung und die Nullwertlösung gespült; Gasstrom und Brennerstellung werden (horizontal, vertikal und durch Drehung) verstellt, bis die Absorptionsunterschiede zwischen den Kalibrierlösungen ein Maximum erreichen. Es wird überprüft, ob das Spektrometer genau auf die erforderliche Wellenlänge von 232,0 nm eingestellt ist.

Wähle eine Dämpfungseinstellung oder Integrationszeit, die ein ausreichend gleichmäßiges Signal ergibt, um die Präzisionsanforderungen nach 5.2.1 zu erfüllen. Die Einhaltung der Leistungskriterien (siehe 5.2.1 bis 5.2.3) wird ausgewertet um sicherzustellen, daß das Gerät für die Bestimmung geeignet ist.

6.6 Spektrometrische Messungen

Der Absorptionswert wird mit der Nullwertlösung auf Null eingestellt.

Der Skalenumfang wird so gewählt, daß die konzentrierteste Kalibrierlösung einen nahezu vollständigen Skalenausschlag ergibt. Die Kalibrierlösungen werden wiederholt in steigender Reihenfolge angesaugt, bis jede die festgelegte Präzision erreicht und damit anzeigt, daß das Gerät stabil arbeitet. Es werden zwei Kalibrierlösungen (Eingabelungslösungen) ausgewählt, die eine Absorption gerade unterhalb bzw. gerade oberhalb der Probenlösung haben. Sie werden zunächst in steigender und danach in fallender Reihenfolge angesaugt, wobei die Probenlösung jeweils zwischen den beiden Kalibrierlösungen angesaugt wird.

Wenn der Arbeitsablauf bei einem automatischen Gerät nur zwei Kalibrierlösungen akzeptiert, sollten die Eingabelungslösungen nicht für eine Primärkalibrierung benutzt werden, sondern im Wechsel mit der Probenlösung untersucht werden.

ANMERKUNG: Dieses Verfahren erreicht für eine einzelne Probe, wie z. B. bei Schiedsuntersuchungen, höchste Genauigkeit. Für routinemäßige Reihenuntersuchungen darf ein modifiziertes Verfahren angewendet werden, bei dem eine Probenreihe nacheinander in steigender oder fallender Reihenfolge zwischen den vollständigen Bereich der Kalibrierlösungen eingeschoben wird. Wenn nur der ungefähre Nickelgehalt erforderlich ist, kann er alternativ durch das Standard-Additionsverfahren bestimmt werden.

Seite 10
EN 1810:1998

Wenn der Absorptionswert einer Probelösung unterhalb des niedrigsten oder oberhalb des höchsten Absorptionswertes für die Kalibrierlösung liegt, ist es nicht notwendig, die genaue Nickelkonzentration bestimmen.

ANMERKUNG: Wenn die Probelösung zu konzentriert ist, um direkt bestimmt zu werden und ein genaues Ergebnis erforderlich ist, kann die Probelösung verdünnt werden, vorausgesetzt die selbe Matrixkonzentration wie in der Kalibrierlösung wird aufrechterhalten.

WARNHINWEIS: Perchlorsäuredämpfe können beim Zusammentreffen mit Ammoniak, nitrosen Dämpfen oder allgemein mit organischem Material Explosionen hervorrufen. Der Brennerkopf ist frei von Ablagerungen von Perchlorsalzen usw. zu halten. Es ist zu sicherzustellen, daß nach Gebrauch Perchlorsäurereste von den Sprüh- und Ablaufsystemen abgewaschen werden.

7 Berechnungen

7.1 Allgemeines

Berechnungen sind nur dann gültig, wenn die Konzentration des Nickels in der Probelösung (oder verdünnten Probelösung) zwischen denen der niedrigsten und höchsten Bezugslösung liegt.

7.2 Konzentration der Probelösung

Die Nickelkonzentration der Probelösung, C_s , ausgedrückt in $\mu\text{g/ml}$, wird nach folgender Gleichung errechnet:

$$C_s = \frac{(C_2 - C_1) \times (A_s - A_1)}{(A_2 - A_1)} + C_1$$

Dabei ist:

- C_1 die Nickelkonzentration in der niedrigeren Eingabelungslösung, in Mikrogramm je Milliliter ($\mu\text{g/ml}$);
- C_2 die Konzentration des Nickels in der höheren Eingabelungslösung, in Mikrogramm je Milliliter ($\mu\text{g/ml}$);
- A_s die Absorption der Probelösung;
- A_1 die Absorption der niedrigeren Eingabelungslösung;
- A_2 die Absorption der höheren Eingabelungslösung,;

7.3 Nickelgehalt in der Probe

Der Nickelgehalt in der Probe, X , ausgedrückt in Massenanteilen (%) wird nach folgender Gleichung errechnet:

$$X = \frac{C_s \times V}{10^4 \times m}$$

Dabei ist:

- C_s die Nickelkonzentration in der Probelösung, in Mikrogramm je Milliliter ($\mu\text{g/ml}$);
- V das (endgültige) Verdünnungsvolumen der Probelösung, in Milliliter (ml);
- m die Masse der Probenmenge, in Gramm (g).

7.4 Endergebnis

Das arithmetische Mittel der annehmbaren Bestimmungen, auf 0,01 % gerundet für Ergebnisse unter 1% Massenanteile Nickel und auf 0,1 % gerundet für Ergebnisse über 1% Massenanteile Nickel, ist anzugeben.

8 Präzision

Eine Probe unter Einbeziehung von sieben Laboratorien und sechs unterschiedlichen Materialien wurde 1993 und 1994 nach ISO 5725 durchgeführt.

Jedes Laboratorium führte an jedem Material vier Bestimmungen durch. Alle Materialien hatten einen Nickelgehalt in der Nähe des Grenzwertes von 0,05 % Nickel.

8.1 Wiederholpräzision

Standardabweichung $s_r = 0,0021$ % (m/m)

Wert für $r = 0,0059$ % (m/m)

Der Unterschied zwischen zwei Einzelergebnissen, die derselbe Beobachter an demselben Probenmaterial mit derselben Prüfausrüstung innerhalb eines kurzen Zeitabschnitts ermittelt, sollte bei normaler und sorgfältiger Anwendung des Prüfverfahrens die Wiederholpräzision r im Mittel nur in einem von 20 Fällen überschreiten.

8.2 Vergleichspräzision

Standardabweichung $s_R = 0,0044$ % (m/m)

Wert für $R = 0,012$ % (m/m)

Der Unterschied zwischen zwei unabhängigen Einzelergebnissen, die verschiedene Beobachtern in verschiedenen Laboratorien an gleichem Probenmaterial ermitteln, sollte bei normaler und sorgfältiger Anwendung des Prüfverfahrens die Vergleichspräzision R im Mittel nur in einem von 20 Fällen überschreiten.

9 Prüfbericht

Der Prüfbericht für jede Bestimmung muß mindestens folgende Angaben enthalten:

- a) Kennzeichnung der Probe, einschließlich Probenherkunft, Eingangsdatum, Form der Probe;
- b) Probenahmeverfahren;
- c) Hinweis auf diese Norm;
- d) ob Oberflächenbeschichtungen entdeckt wurden;
- e) das Ergebnis der Prüfung auf Nickellässigkeit, um die Anwesenheit von Oberflächennickel zu entdecken;
- f) Nickelgehalt, angegeben nach Abschnitt 7;
- g) wenn von Bedeutung, Abweichungen von dem in dieser Europäischen Norm spezifizierten Verfahren;
- h) alle ungewöhnlichen Erscheinungen, die während der Bestimmung beobachtet wurden;
- i) Prüfdatum;
- j) Bezeichnung des Laboratoriums, das die Analyse durchführte;
- k) Unterschriften des Laborleiters und des Sachbearbeiters.

Seite 12
EN 1810:1998

Anhang A (informativ)

Literaturhinweise

- | | |
|----------------|--|
| ISO 5725 | Precision of test method - Determination of repeatability and reproducibility for standard test method by inter-laboratory tests |
| ISO/CD 13204-1 | Guidelines for the use of flame atomic absorption spectrometry (FAAS) - General guidelines |
| ISO/CD 13204-2 | Guidelines for the use of flame atomic absorption spectrometry (FAAS) - Guidelines for routine methods |
| ISO/CD 13204-3 | Guidelines for the use of flame atomic absorption spectrometry (FAAS) - Guidelines for referee methods |