

DIN EN 10318

ICS 17.040.20; 25.220.40

**Bestimmung der Dicke und der chemischen Zusammensetzung
metallischer Überzüge auf Basis von Zink und Aluminium –
Standard-Verfahren;
Deutsche Fassung EN 10318:2005**

Determination of thickness and chemical composition of zinc- and aluminium-based
metallic coatings –

Routine method;

German version EN 10318:2005

Détermination de l'épaisseur et de la composition chimique des revêtements en zinc et en
alliage d'aluminium –

Méthode de routine;

Version allemande EN 10318:2005

Gesamtumfang 24 Seiten

Normenausschuss Eisen und Stahl (FES) im DIN
Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm (EN 10318:2005) wurde vom Technischen Komitee ECISS/TC 20 „Chemische Analyse von Eisenwerkstoffen“ (Sekretariat: Schweden) des Europäischen Komitees für die Eisen- und Stahlnormung (ECISS) erarbeitet.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss 30 „Analyseverfahren“ des Normenausschusses Eisen und Stahl (FES).

Das vorliegende Dokument legt ein Emissions-Spektralanalyseverfahren zur Bestimmung der Dicke und chemischen Zusammensetzung metallischer Überzüge auf Zink- und Aluminiumbasis fest. Als Legierungselemente können Aluminium, Nickel, Silicium und Blei bestimmt werden.

Deutsche Fassung

**Bestimmung der Dicke und der chemischen Zusammensetzung
metallischer Überzüge auf Basis von Zink und Aluminium —
Standard-Verfahren**

Determination of thickness and chemical composition of
zinc- and aluminium-based metallic coatings —
Routine method

Détermination de l'épaisseur et de la composition chimique
des revêtements en zinc et en alliage d'aluminium —
Méthode de routine

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. März 2005 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 Management-Zentrum 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 Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

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



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

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Geräte	4
5 Probenahme	5
6 Durchführung	6
7 Verifizierung der Analysengenauigkeit	10
8 Auswertung	11
9 Prüfbericht	16
Anhang A (normativ) Berechnung der Kalibrierkonstanten und quantitative Beurteilung von Tiefenprofilen	17
Literaturhinweise	22

Vorwort

Diese Europäische Norm (EN 10318:2005) wurde vom Technischen Komitee ECISS/TC 20 „Chemische Analysenverfahren von Eisenwerkstoffen“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom SIS gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2005, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2005 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Emissions-Spektralanalyseverfahren mittels Glimmentladung zur Bestimmung der Dicke und der chemischen Zusammensetzung metallischer Überzüge, die auf Zink- und Aluminiumlegierungen basieren, fest. Als Legierungselemente werden Aluminium, Nickel, Silicium und Blei berücksichtigt.

Dieses Verfahren ist anwendbar bei Zinkanteilen zwischen 40 % (m/m) und 100 % (m/m), Aluminiumanteilen zwischen 0,01 % (m/m) und 60 % (m/m), Nickelanteilen zwischen 0,01 % (m/m) und 15 % (m/m), Siliciumanteilen zwischen 0,01 % (m/m) und 3 % (m/m) und Bleianteilen zwischen 0,005 % (m/m) und 0,1 % (m/m).

2 Normative Verweisungen

Nicht anwendbar.

3 Kurzbeschreibung

Das Analyseverfahren, das hier beschrieben wird, umfasst folgende Schritte:

- a) Kathodenzerstäubung des Oberflächenüberzugs in einem Gleichstrom-Glimmentladegerät;
- b) optische Anregung der Atome der zu bestimmenden Elemente in dem Plasma, das sich in dem Glimmentladegerät bildet;
- c) spektrometrische Messung der charakteristischen Emissions-Spektrallinien der zu bestimmenden Elemente als Funktion der Zerstäubungsdauer (Tiefenprofil) und
- d) Umwandlung des Tiefenprofils in Einheiten der Intensität in Abhängigkeit von der Zeit und Tiefe mithilfe von Eichkurven (Quantifizierung). Die Kalibrierung des Systems erfolgt durch Messungen an Eichproben bekannter chemischer Zusammensetzung und gemessener Zerstäubungsrate.

4 Geräte

4.1 Optisches Emissions-Spektralfotometer mit Glimmentladung

4.1.1 Allgemeines

Ein optisches Emissions-Spektralfotometer mit einer Glimmentladungsquelle vom Grimmtypp [1] oder einer ähnlichen Gleichspannungs-Glimmentladungsquelle und einem optischen Spektrometer mit direkter Messwertanzeige, das geeignete Spektrallinien für die zu bestimmenden Elemente einschließt (empfohlene Linien – siehe Tabelle 1), ist zu verwenden.

Der Innendurchmesser der Hohlanode der Glimmentladung muss 2 mm bis 8 mm betragen. Weiterhin wird für dünne Proben ein Kühlkreislauf, wie z. B. ein Metallblock mit zirkulierender Kühlflüssigkeit, empfohlen, ist jedoch für die Anwendung dieses Verfahrens nicht unbedingt erforderlich.

Es ist wünschenswert, dass das Gerät den Leistungsanforderungen nach 4.1.2 und 4.1.3, die nach 6.2.6 zu bewerten sind, entspricht.

4.1.2 Mindestanforderungen an die Wiederholpräzision

Die Emissionsintensität wird an einem homogenen Probestück mit einem Anteil des zu bestimmenden Elements $> 1\%$ (m/m) zehnmal gemessen. Vor jeder Intensitätsmessung wird für die Entladung eine Stabilisierungszeit von mindestens 60 s eingehalten (häufig als Vorbrennzeit bezeichnet). Jede Messung muss auf eine frisch vorbereitete Oberfläche der Probe lokalisiert werden. Für die zehn Messungen wird die Standardabweichung berechnet. Die Standardabweichung sollte 2 % der mittleren Intensität des zu bestimmenden Elements nicht überschreiten. Ist dies der Fall, wird die Prüfung zweimal wiederholt. Ist die hohe Standardabweichung reproduzierbar, liegt wahrscheinlich eine Störung des Gerätes vor oder die verwendete Probe ist nicht homogen. Bevor weiter gearbeitet wird, sollte die Ursache des Problems untersucht und beseitigt werden.

4.1.3 Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenzen sind geräteabhängig und matrixabhängig. Folglich kann die Nachweisgrenze für ein nachzuweisendes Element nicht einmalig für jedes verfügbare Gerät oder den vollen Analysenbereich der hier betrachteten Zink-Basislegierungen bestimmt werden. Für die Anwendung dieses Dokuments gilt eine Nachweisgrenze für ein bestimmtes Element als annehmbar, wenn sie höchstens ein Drittel der niedrigsten nachzuweisenden Konzentration für den vorgesehenen Anwendungsbereich erreicht. Die Nachweisgrenze wird nach dem nachstehend beschriebenen Verfahren bestimmt.

- a) Eine massive Probe ist als Blindprobe auszuwählen. Die Probenzusammensetzung sollte jener des zu analysierenden Überzugs hinsichtlich der elementaren Zusammensetzung der Matrix ähnlich sein. Weiterhin muss sein Anteil im Matrix-Material bekannt sein; er darf höchstens 0,1 mg/kg des zu analysierenden Elements betragen.
- b) Zehn Messungen sind an der Blindprobe durchzuführen. Für jede Analyse ist die Emissionsintensität bei der Wellenlänge des nachzuweisenden Elements über 10 s als Untergrund-Emissionsintensität zu bestimmen. Die angewendeten Glimmentladungsbedingungen sollten die gleichen sein wie jene, die bei der Analyse der Proben mit Überzug verwendet werden. Bei jeder Messung sollte die Blindprobe unter diesen Bedingungen so lange geprüft werden, bis stabile Signale erhalten werden, und erst dann die Emissionsintensität quantitativ bestimmt werden. Für jede Einzelbestimmung ist ein unberührter Bereich der Blindprobe zu verwenden.
- c) Die Nachweisgrenze ist nach folgender Gleichung zu berechnen:

$$DL = \frac{3 \times S}{m} \quad (1)$$

Dabei ist

DL die Nachweisgrenze;

S die Standardabweichung bei zehn Messungen der Untergrundintensität nach Schritt 2 [2];

M die analytische Empfindlichkeit, die bei der Kalibrierung als Verhältnis von Intensität und Massenanteil ermittelt wurde.

Beträgt die Nachweisgrenze mehr als ein Drittel der bei der vorgesehenen Anwendung zu bestimmenden Konzentration, sollte die Prüfung wiederholt werden. Ist auch der zweite berechnete Wert größer als ein Drittel der bei der vorgesehenen Anwendung niedrigsten nachzuweisenden Konzentration, kann eine Störung des Gerätes vorliegen. In diesem Fall sollte das Problem untersucht und vor der Analyse unbekannter Proben beseitigt werden.

4.2 Datenerfassung

Da die Grundlage für die Bestimmung auf dem kontinuierlichen Zerstäuben des Oberflächenüberzugs beruht, muss das Spektralfotometer mit einem digitalen Anzeigesystem für zeitaufgelöste Messungen der Emissionsintensitäten ausgerüstet sein. Dafür wird ein System empfohlen, das für Datenerfassungsgeschwindigkeiten von mindestens 500 Messungen/s/Kanal geeignet ist. Für den Anwendungsbereich dieser Norm kann aber eine Geschwindigkeit von 2 Messungen/s/Kanal annehmbar sein.

5 Probenahme

Die Probenahme ist entsprechend den Empfehlungen des Herstellers des Überzugsmaterials durchzuführen. Im Allgemeinen sollten die Kantenbereiche eines Streifens mit Überzug vermieden werden. Die Größe der Proben sollte für die verwendete Glimmentladungsquelle geeignet sein. Üblicherweise sind runde oder rechteckige Proben mit einer Breite von 20 mm bis 100 mm geeignet.

6 Durchführung

6.1 Auswahl der Spektrallinien

Für jedes zu bestimmende Element sind mehrere Spektrallinien vorhanden, die verwendet werden können. Geeignete Linien müssen auf der Grundlage mehrerer Faktoren einschließlich des Spektralbereiches des verwendeten Spektrometers, des Konzentrationsbereiches des zu bestimmenden Elements, der Empfindlichkeit der Spektrallinien und spektraler Interferenzen mit anderen, in den Proben vorhandenen Elementen ausgewählt werden. Bei dieser Art der Auswahl, bei denen die meisten zu bestimmenden Elemente Hauptelemente in den Proben sind, ist das Auftreten von Eigenabsorption bestimmter, sehr empfindlicher Spektrallinien zu beachten. Eigenabsorption kann zu starker Nichtlinearität der Kalibrierkurven bei hohen Konzentrationsniveaus des zu bestimmenden Elements führen; solche Linien sollten daher für die Bestimmung von Hauptbestandteilen gemieden werden. Tabelle 1 enthält Empfehlungen für geeignete Spektrallinien.

Tabelle 1 — Empfohlene Spektrallinien für die Bestimmung gegebener Elemente

Element	Wellenlänge nm	Geschätzter anwendbarer Konzentrationsbereich % (m/m)	Anmerkungen
Zn	330,26	0,001 bis 100	
Zn	334,50	0,001 bis 100	
Zn	481,053	0,001 bis 100	
Al	172,50	0,1 bis 100	
Al	396,15	0,001 bis 100 ^a	Eigenabsorption
Ni	231,603	0,01 bis 100	
Ni	341,78	0,001 bis 100 ^a	schwache Eigenabsorption
Ni	349,30	0,005 bis 100 ^a	schwache Eigenabsorption
Pb	202,20	0,001 bis 10	
Pb	405,87	0,01 bis 100	
Si	212,41	keine Angaben verfügbar	
Si	251,61	keine Angaben verfügbar	
Si	288,16	0,001 bis 20	
Fe	249,318	0,01 bis 100	
Fe	259,94	0,01 bis 100	
Fe	271,44	0,1 bis 100	
Fe	371,94	0,005 bis 100 ^a	schwache Eigenabsorption
Fe	379,50	0,01 bis 100	
Cu	296,12	0,01 bis 100	
Cu	327,40	0,001 bis 5 ^a	starke Eigenabsorption

^a Die Anwendung einer nicht linearen Kalibrierkurve wird empfohlen.