

DIN EN 14726

ICS 77.040.30; 77.120.10

**Aluminium und Aluminiumlegierungen –
Chemische Analyse –
Leitfaden für die optische Funkenemissionsspektralanalyse;
Deutsche Fassung EN 14726:2005**

Aluminium and aluminium alloys –
Chemical analysis –
Guideline for spark optical emission spectrometric analysis;
German version EN 14726:2005

Aluminium et alliages d'aluminium –
Analyse chimique –
Directives pour l'analyse par spectrométrie d'émission optique à étincelles;
Version allemande EN 14726:2005

Gesamtumfang 24 Seiten

Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE) im DIN

Nationales Vorwort

Die Europäische Norm EN 14726:2005 ist von der Arbeitsgruppe 17 „Chemische Analyse“ (Sekretariat: Deutschland) im Technischen Komitee CEN/TC 132 „Aluminium und Aluminiumlegierungen“ (Sekretariat: Frankreich) ausgearbeitet worden.

Das zuständige deutsche Normungsgremium war bisher der Fachbereichsbeirat des Fachbereichs 1 „Aluminium“ des Normenausschusses Nichteisenmetalle (FNNE). Nach der Umstrukturierung ist nun hierfür der Arbeitsausschuss NA 066-02-06 AA, „Analyseverfahren für NE-Metalle“, im DIN Deutsches Institut für Normung e. V., zuständig.

Deutsche Fassung

**Aluminium und Aluminiumlegierungen —
Chemische Analyse —
Leitfaden für die optische Funkenemissionsspektralanalyse**

Aluminium and aluminium alloys —
Chemical analysis —
Guideline for spark optical emission spectrometric
analysis

Aluminium et alliages d'aluminium —
Analyse chimique —
Directives pour l'analyse par spectrométrie d'émission
optique à étincelles

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 22. Juli 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
Einleitung.....	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen.....	4
3 Begriffe	4
4 Symbole und Abkürzungen	4
5 Grundlage der Prüfmethode	5
6 Arbeits- und Kalibriermaterialien	5
6.1 Arbeitsmaterialien.....	5
6.2 Referenzmaterial und Rekalibrierproben	5
7 Prüfeinrichtung	6
7.1 Funkenspektrometer	6
7.2 Probenvorbereitungsmaschinen.....	7
8 Proben.....	7
8.1 Anforderungen an Analysenproben	7
8.2 Probenahme	7
9 Probenvorbereitung.....	8
10 Arbeitsbedingungen des Spektrometers	9
11 Durchführung der Messung.....	9
12 Kalibrieren und Auswerten (Berechnungsverfahren)	10
12.1 Grundlagen.....	10
12.2 Bezugs- und Referenzmaterialien	11
12.3 Grundkalibrierung.....	12
12.4 Rekalibrierung.....	14
12.5 Legierungsgruppenkalibrierung mit Simultankalibrierung	15
13 Genauigkeit (Präzision und Richtigkeit).....	15
13.1 Allgemeines	15
13.2 Fehlermöglichkeiten.....	16
13.3 Mess- und Kalibrierunsicherheit.....	16
13.4 Umfassende Untersuchung zur Genauigkeit.....	18
14 Überprüfung	18
14.1 Allgemeines.....	18
14.2 Kontinuierliche Überwachung.....	19
14.3 Überprüfung der Analysenprobe	19
14.4 Analysenfähigkeit	19
15 Verfügbarkeit des Analysensystems	20
16 Prüfbericht.....	20
Anhang A (informativ) Repräsentativer Funkenbereich.....	21
Literaturhinweise	22

Vorwort

Dieses Dokument (EN 14726:2005) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 132 „Aluminium und Aluminiumlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis März 2006, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2006 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.

Einleitung

Bei der optischen Atomemissionsspektalanalyse (OES) mit Anregung durch elektrische Funkenentladungen (F-OES), wird zur chemischen Analyse von Metallen ein geringer Teil der Probe durch die Erosion eines elektrischen Funkens thermisch zerstäubt. In der Funkenentladung wird das Aerosol atomisiert, teilweise ionisiert und zur Emission von optischer Strahlung angeregt. Die für jedes Element charakteristische Strahlung wird in der OES zum Elementnachweis und zur quantitativen Bestimmung der Elementgehalte verwendet.

Das Prüfergebnis, das an einer kleinen Messprobe (meistens kleiner als ein Milligramm je Brennfleck) von einer oder mehr Laborproben erhalten wird, wird entweder auf eine Laborprobe oder auf viele Tonnen einer Schmelze eines Gusserzeugnisses aus Aluminium oder Aluminiumlegierungen bezogen. Gussstruktur und Seigerung stören Messungen.

Die F-OES ist geeignet, die in technischen Spezifikationen festgelegten chemischen Zusammensetzungen von Metallproben zu ermitteln. Als Prüf-, Test- und Messeinrichtung für Legierungszusammensetzungen dient die F-OES dazu, die Herstell- und Gießprozesse zu überwachen und zu prüfen. Dazu werden Analysenproben während des Zusammenschmelzens der Legierungsbestandteile und während des Gießens in verschiedenen Prozessstufen aus dem flüssigen Metall entnommen.

Neben der Prozessüberwachung erlaubt die F-OES im Rahmen einer analytisch-chemischen Dienstleistung die Erstellung eines Analysenzertifikats, das sich auf die Laborprobe bzw. auf einen vereinbarten Probenbereich dieser Probe bezieht.

Die Geräte einschließlich der verwendeten Software in den Prüflaboratorien können unterschiedlich sein und sich ändern. Deshalb beschreiben diese Leitlinien die allgemeinen Grundlagen.

Sie gibt eine Anleitung zu Kriterien, die erfüllt werden sollten, und für die detaillierte Dokumentation in Laborvorschriften, um rückführbare Prüfergebnisse mit Unsicherheitsintervallen zu erhalten.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm gibt eine Anleitung zu den Kriterien und dem grundlegenden Verfahrensablauf, die die optische Funkenemissionsspektralanalyse (F-OES) von Metallproben bestimmen, beginnend bei der Probenahme über die Probenvorbereitung bis hin zum Prüfbericht sowie die Anforderungen an das funkenspektrometrische Gesamtverfahren, die erfüllt werden müssen für

- die Einhaltung der vereinbarten Präzision und Richtigkeit der Prüfergebnisse [ISO 3541-1, ISO 5725-1] mit Bezug auf die vereinbarte Probe oder den Probenbereich;
- die Rückführbarkeit der Prüfergebnisse auf die internationalen Grundeinheiten — Masse (kg) und Stoffmenge (mol);
- den Nachweis der Übereinstimmung zwischen dem funkenspektrometrischen Ergebnis und der durchschnittlichen Zusammensetzung der angelieferten Metallprobe innerhalb der angegebenen Unsicherheit [ISO 3534-1] für das Prüfergebnis;
- die Vergleichbarkeit der Prüfergebnisse zwischen verschiedenen Laboratorien;
- einen möglichst störungsfreien Betrieb des Funkenspektrometers.

Diese Leitlinien beziehen sich auf rechnergesteuerte, simultan messende Spektrometer für die Analyse von festen Proben.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieser Europäischen Norm erforderlich. 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 12258-2:2004, *Aluminium und Aluminiumlegierungen — Begriffe — Teil 2: Chemische Analyse*

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

EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:2005)*

ISO 3534-1, *Statistics — Vocabulary and symbols — Part 1: Probability and general statistic terms*

ISO 3534-2, *Statistics — Vocabulary and symbols — Part 2: Statistical quality control*

ISO 5725-1, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*

ISO Guide 30, *Terms and definitions used in connection with reference materials*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach EN 12258-2:2004.

4 Symbole und Abkürzungen

Symbole und Formelzeichen werden unmittelbar bei den zugehörigen Formeln definiert. Abkürzungen werden in Klammern hinter den Begriff gesetzt, wenn dieser erstmalig im Text erscheint (z. B. F-OES).

5 Grundlage der Prüfmethode

- a) Funkenspektrometrische Messung nach mechanischer Vorbereitung der Metallprobe, die falls erforderlich aus der Metallschmelze entnommen wird.
- b) Auswertung des Messsignals:
 - 1) Kalibrierung mit Legierungen oder Universalkalibrierung: Auswertung mit gespeicherten Auswertefunktionen, die beim Kalibrieren mit Referenzmaterial ähnlicher chemischer Zusammensetzung festgelegt wurden;
 - 2) Kalibrierung mit Leitfunktionen: Anpassen der Auswertefunktion nach Messung von Referenzmaterial mit bekannter chemischer Zusammensetzung.
- c) Auswertung und Korrektur der Messergebnisse wie durch Vorversuche ermittelt oder nach Angaben des Spektrometerherstellers.
- d) Überwachen, dokumentieren und statistisches Auswerten aller Einflussgrößen, welche die Unsicherheit der Analysenergebnisse (ISO 3534-1) mitbestimmen unter Einbeziehung der durchschnittlichen chemischen Zusammensetzung der angelieferten Probe (siehe Abschnitt 9) oder der vereinbarten Analysenzone.

6 Arbeits- und Kalibriermaterialien

6.1 Arbeitsmaterialien

6.1.1 Allgemeines

Die Arbeitsmaterialien sind in den Prüfanweisungen bzw. im Gerätehandbuch nach Maßgabe der Gerätehersteller bzw. als Ergebnis von Vorversuchen festzulegen.

6.1.2 Betriebsgas spezifizierter Reinheit (Argon für Spektrometrie, hochrein, siehe Empfehlung des Geräteherstellers).

6.1.3 Gasreinigungspatrone für das Betriebsgas (falls erforderlich zur Einhaltung der Spezifikation des Geräteherstellers).

6.1.4 Reinigungsbürsten für die Gegenelektrode, falls erforderlich (das Borstenmaterial darf die Elektrode nicht messbar kontaminieren).

6.1.5 Partikelfilter zum Ausfiltern des Metallkondensats aus dem Abgasstrom.

6.1.6 Ersatz- und Verschleißteile für das Funkenspektrometer nach Herstellerangaben (z. B. Gegenelektrode, Einsatz für den Funkentisch).

6.2 Referenzmaterial und Rekalibrierproben

6.2.1 Allgemeines

Die Referenzmaterialien (ISO Guide 30) und Rekalibrierproben müssen aufgelistet und in der Prüfanweisung dokumentiert werden.

6.2.2 Rekalibrierproben für die Driftkorrektur (siehe Abschnitt 12).

6.2.3 Leerwertprobe, hochreines Aluminium oder Aluminiumlegierung, bestehend aus hochreinen Bestandteilen (z. B. AlSn30) (siehe Abschnitt 12).

6.2.4 Binärproben, falls erforderlich, z. B. zur Linienüberlagerungskorrektur (siehe Abschnitt 12).

6.2.5 Kalibrierproben (siehe Abschnitt 12).

6.2.6 Analysenkontrollproben (siehe Abschnitte 12 und 13).

6.2.7 Spektrometerkontrollproben (siehe 14.2).

7 Prüfeinrichtung

7.1 Funkenspektrometer

Optisches Atomemissionsspektrometer mit Funkenanregung, geeignet für die chemische Analyse von Aluminium und Aluminiumlegierungen auf Haupt-, Neben- und Spurenbestandteile.

Funkenspektrometer sind aus folgenden wesentlichen Funktionsgruppen aufgebaut:

- a) System zur Atomisierung und Anregung:
 - 1) Funkenerzeuger;
 - 2) Funkenstand (Funkenstativ) mit Gegenelektrode.
- b) Spektralapparat (System zur spektralen Aussonderung bzw. Strahlungszerlegung).
- c) System zur Strahlungsmessung (Strahlungsempfänger).
- d) System zur Messwerterfassung, -verarbeitung und -auswertung.

ANMERKUNG Dazu kommen Baugruppen zur Stromversorgung, Gasversorgung, Gerätesteuerung und -überwachung, zur Weiterverarbeitung von Analysenergebnissen sowie Ein- und Ausgabegeräte (Tastatur, Bildschirm, Drucker, Rechner-schnittstelle).

In der Dokumentation der Prüfeinrichtung „Funkenspektrometer“ müssen mindestens die folgenden Angaben aufgezeichnet werden (siehe auch EN ISO/IEC 17025):

- Bezeichnung des Gerätes (einschließlich interner Kennzeichnung);
- Hersteller, Typenbezeichnung, Seriennummer;
- Beschaffungsunterlagen;
- Anlieferungszustand (z. B. neu, gebraucht, überholt);
- Datum der Inbetriebnahme (vorläufige Betriebsübernahme und Übernahme als Betriebseinrichtung oder Abnahme);
- Gerätebeschreibung.

Die Gerätebeschreibung muss wie folgt, die wesentlichen Eigenschaften und Ausstattungsmerkmale festhalten bzw. Hinweise auf die entsprechende Dokumentation des Herstellers geben:

- Spektrometertyp (z. B. rechnergesteuertes Simultanspektrometer mit 20 Messkanälen zur Analyse von ...);
- Spektralapparat und Wellenlängenbereich (z. B. Vakuumpolychromator mit Gitter Linien/mm für Wellenlängen von nm bis nm);