

DIN EN 15063-1

ICS 77.040.20; 77.120.30

**Kupfer und Kupferlegierungen –
Bestimmung von Hauptbestandteilen und Verunreinigungen durch
wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) –
Teil 1: Anleitungen für das Routineverfahren;
Deutsche Fassung EN 15063-1:2006**

Copper and copper alloys –

Determination of main constituents and impurities by wavelength dispersive X-ray
fluorescence spectrometry (XRF) –

Part 1: Guidelines to the routine method;

German version EN 15063-1:2006

Cuivre et alliages de cuivre –

Détermination des éléments principaux et des impuretés par analyse spectrométrique de
fluorescence X à dispersion en longueur d'onde (XRF) –

Partie 1: Lignes directrices pour la méthode de routine;

Version allemande EN 15063-1:2006

Gesamtumfang 24 Seiten

Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE) im DIN

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm (EN 15063-1:2006) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 133 „Kupfer und Kupferlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 066-02-06 „Analyseverfahren für NE-Metalle“ des Normenausschusses Nichteisenmetalle (FNNE) verantwortlich.

Deutsche Fassung

Kupfer und Kupferlegierungen —
Bestimmung von Hauptbestandteilen und
Verunreinigungen durch wellenlängendispersive
Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) —
Teil 1: Anleitungen für das Routineverfahren

Copper and copper alloys —
Determination of main constituents and impurities by
wavelength dispersive X-ray fluorescence
spectrometry (XRF) —
Part 1: Guidelines to the routine method

Cuivre et alliages de cuivre —
Détermination des éléments principaux et des impuretés
par analyse spectrométrique de fluorescence X à dispersion
en longueur d'onde (XRF) —
Partie 1: Lignes directrices pour la méthode de routine

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 22. September 2006 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, Rumänien, 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 Kurzbeschreibung	4
3 Begriffe	4
4 Instrumentierung	6
5 Probenahme und Probenvorbereitung.....	11
6 Auswerteverfahren	11
7 Kalibrierstrategie	14
8 Validierung des Verfahrens (Genauigkeit und Präzision)	16
9 Leistungskriterien.....	16
10 Strahlenschutz	17
Anhang A (informativ) Beispiel zur Berechnung von Untergrundäquivalentkonzentration, Nachweisgrenze, Bestimmungsgrenze und unterer Nachweisgrenze.....	18
Anhang B (informativ) Beispiel zur Berechnung der Linieninterferenz eines Elements auf ein anderes	20
Anhang C (informativ) Beispiel für Leistungskriterien, erhalten aus einer Präzisionsprüfung	21
Literaturhinweise	22

Bilder

Bild 1 — Anordnung eines Spektrometers mit ebenem Kristall, verwendet in sequenziellen Geräten.....	6
Bild 2 — Anordnung eines Spektrometers mit gekrümmtem Kristall, verwendet in simultanen Geräten	7
Bild A.1 — Kalibrationskurve für Blei in Kupfer-Aluminiumlegierungen.....	18
Bild B.1 — Beispiel für einen Ausdruck der Intensitäten $\text{Int A} = f(\text{Int B})$	20

Tabellen

Tabelle 1 — Vergleich zwischen Endfenster- und Seitenfensterröhren	7
Tabelle 2 — Anodenwerkstoffe für Röntgenröhren und jeweilige Anwendungsfelder	8
Tabelle 3 — Kristalle und deren Anwendungen	9
Tabelle 4 — Typischer Satz von Kristallen für die Analyse von Kupfer und Kupferlegierungen	10
Tabelle 5 — Beispiel für durchzuführende Prüf- und Instandhaltungsarbeiten an Röntgenfluoreszenzspektrometern	17
Tabelle C.1 — Leistungskriterien	21

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15063-1:2006) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 133 „Kupfer und Kupferlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 2007, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2007 zurückgezogen werden.

Das Technische Komitee CEN/TC 133 hat im Rahmen seines Arbeitsprogramms die Arbeitsgruppe CEN/TC 133/WG 10 „Analyseverfahren“ beauftragt, folgende Norm zu erarbeiten:

EN 15063-1, *Kupfer und Kupferlegierungen — Bestimmung von Hauptbestandteilen und Verunreinigungen durch wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) — Teil 1: Anleitungen für das Routineverfahren*

Dies ist einer von zwei Teilen der Norm zur Bestimmung von Hauptbestandteilen und Verunreinigungen in Kupfer und Kupferlegierungen. Der andere Teil ist:

EN 15063-2, *Kupfer und Kupferlegierungen — Bestimmung von Hauptbestandteilen und Verunreinigungen durch wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) — Teil 2: Routineverfahren*

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, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Einleitung

Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) wird seit mehreren Jahrzehnten als wichtiges analytisches Werkzeug in der Produktionsüberwachung genutzt. Charakteristisch für die RFA sind ihre Geschwindigkeit sowie ihre hohe Genauigkeit über einen weiten Konzentrationsbereich. Da die RFA in den meisten Fällen als Vergleichsverfahren angewendet wird, hängt ihr Einsatzbereich oft von der Beschaffenheit der Kalibrierproben ab. Das Verfahren ist allgemein eingeführt, die meisten seiner physikalischen Grundlagen sind gut bekannt.

Dieser Leitfaden ist in erster Linie gedacht zur Analyse von Metalllegierungen, aber er ist auch auf andere Materialien anwendbar, obwohl die Probenvorbereitung unterschiedlich ist.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil dieser Europäischen Norm bietet eine Anleitung zu Konzepten und Arbeitsabläufen für die Kalibrierung und Analyse von Kupfer und Kupferlegierungen durch Röntgenfluoreszenzanalyse.

2 Kurzbeschreibung

Ein angemessen gereinigter Prüfkörper wird mit einem hochenergetischen Röntgenstrahl bestrahlt. Die entstandenen sekundären Röntgenstrahlen werden mit Hilfe von Kristallen dispergiert, die Intensitäten werden mit Hilfe von Detektoren auf ausgewählten charakteristischen Wellenlängen gemessen. Elementkonzentrationen werden ermittelt durch Vergleich der gemessenen Intensitäten des unbekannten Prüfkörpers mit Kalibrierkurven, die mit Hilfe von Referenzmaterialien mit bekannten Konzentrationen bestimmt werden.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1 Referenzmaterial
Material, von dem ein oder mehrere Eigenschaftswerte ausreichend homogen und genau nachgewiesen sind, dass es zur Kalibrierung von Messgeräten, zur Beurteilung von Messverfahren oder zur Zuweisung von Stoffwerten verwendet werden kann

3.2 zertifiziertes Referenzmaterial
Referenzmaterial mit einem Zertifikat, in dem unter Angabe der Unsicherheit und des zugehörigen Vertrauensniveaus ein oder mehrere Eigenschaftswerte mit Hilfe eines Ermittlungsverfahrens zertifiziert sind, das die Rückverfolgbarkeit der Werte auf eine genaue Realisierung der Einheit ermöglicht

3.3 Analysenprobe
repräsentative Menge des zu prüfenden Materials

3.4 Kalibrierproben
Serie von zertifizierten Referenzmaterialien oder, falls nicht verfügbar, Referenzmaterialien, die zur Kalibrierung gebraucht wurden

3.5 Driftkontrollproben
eine Serie homogener, alle Elemente enthaltender Materialien, für die kalibriert wurde und die die niedrigen, mittleren und hohen Punkte des Kalibrierbereichs für alle Elemente abdecken und verwendet werden, um zeitliche Abweichungen dieser Punkte zu detektieren

ANMERKUNG Driftkontrollproben können auch für die statistische Prozesskontrolle (SPC) des Gerätes verwendet werden.

3.6 Rekalibrierproben
Proben mit Gehalten nahe der Nullpunkte sowie mit Gehalten in der Nähe der Maxima der Kalibrierbereiche, zu verwenden zur Rekalibrierung des Spektrometers

ANMERKUNG 1 Diese Proben werden während des Kalibrierprozesses gemessen, die erhaltenen Intensitäten werden im Computer entsprechend den Angaben des Herstellers gespeichert.

ANMERKUNG 2 Chemische Analysen sind nicht notwendig, aber die Homogenität der Proben sollte sorgfältig geprüft werden.

3.7**Kalibrierung**

Vorgang zur Aufstellung der Kalibrierkurve(n) durch Messung und Berechnung der besten Anpassung von Nettointensitäten der Konzentrationen aus einer Reihe von Kalibrierproben

3.8**Rekalibrierung**

Anpassung des Instrumentensignals an das der Kalibrierung

ANMERKUNG Um Schwankungen des Gerätes von Tag zu Tag zu kompensieren, werden für jedes Element eine Reihe von Rekalibrierproben, mindestens eine in der Nähe des Nullpunkts und eine am oberen Ende des Kalibrierbereiches, gemessen (Zweipunkt-Rekalibrierung). Die Intensitäten werden mit den ursprünglich während der Kalibrierung gemessenen Intensitäten verglichen und es werden Rekalibrierkoeffizienten berechnet. Die Kalibrierkonstanten werden nicht verändert.

3.9**Referenzmessungen**

Messungen, die durchgeführt werden, um Verhältnisse zwischen Intensitäten unbekannter Proben und Referenzmaterialien zu bestimmen

ANMERKUNG Ursprünglich gemessene Intensitäten für Referenzmaterialien werden bei der Kalibrierung gespeichert, diese werden aktualisiert, um Schwankungen des Gerätes von Tag zu Tag zu kompensieren.

3.10**spektraler Untergrund**

Untergrund, erzeugt durch Strahlungsenergie einer Wellenlänge, die hinsichtlich ihrer Lage im Spektrum korrigiert ist, aber nicht direkt mit der gewünschten Beobachtung zusammenhängt

ANMERKUNG Im Fall einer Spektrallinie kann der spektrale Untergrund aus anderen Linien, aus Banden oder aus kontinuierlicher Strahlung bestehen.

3.11**Untergrundäquivalentkonzentration**

Analytkonzentration, die bei Anregung ein Nettosignal ergibt, welches dem spektralen Untergrund gleich ist

ANMERKUNG Siehe Anhang A.

3.12**Nachweisgrenze**

niedrigste Konzentration, bei der ein durch ein bestimmtes Element erzeugtes Signal vom Untergrund mit einer festgelegten statistischen Sicherheit unterschieden werden kann

ANMERKUNG Siehe Anhang A.

3.13**untere Nachweisgrenze**

berechnete niedrigste Konzentration, bei der ein durch ein bestimmtes Element erzeugtes Signal vom Untergrund mit einer festgelegten statistischen Sicherheit unterschieden werden kann

ANMERKUNG Siehe Anhang A.

3.14**Bestimmungsgrenze**

kleinste Konzentration, die mit einer festgelegten statistischen Sicherheit bestimmt werden kann und über einen vom Verfahren abhängigen Faktor mit der Nachweisgrenze verknüpft ist

ANMERKUNG Siehe Anhang A.

3.15

Empfindlichkeit

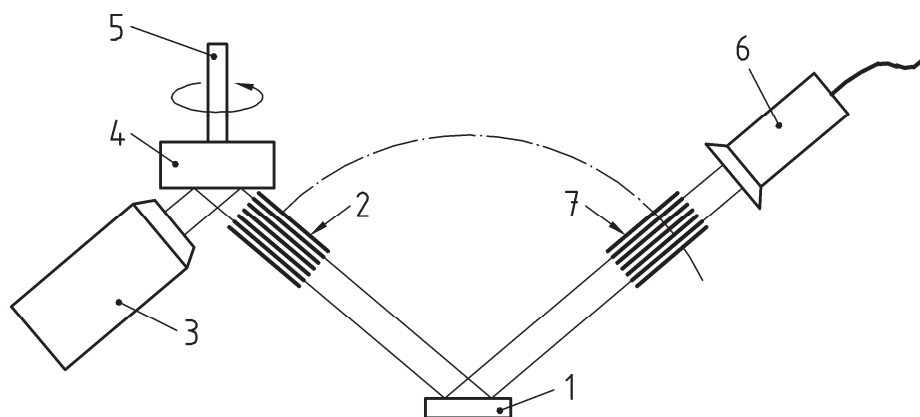
Maß für die Änderung des Signals mit der Änderung der Konzentration

ANMERKUNG Siehe Anhang A. Die Empfindlichkeit wird ausgedrückt in Impulsen je Sekunde je Prozent und wird erhalten als Differenz des Signals zwischen einer Probe mit hoher Konzentration und einer Probe mit niedriger Konzentration dividiert durch die Differenz der Konzentrationen.

4 Instrumentierung

4.1 Prinzipieller Aufbau von Röntgenfluoreszenzspektrometern

Das Aufbauprinzip zweier unterschiedlicher Röntgenfluoreszenzspektrometerkonzepte ist in den Bildern 1 und 2 wiedergegeben. Details werden in den nächsten Abschnitten beschrieben.



Legende

- 1 Kristall
- 2 Primärkollimator
- 3 Röntgenröhre
- 4 Probe
- 5 Probenrotationsvorrichtung
- 6 Zähler
- 7 Sekundärkollimator

Bild 1 — Anordnung eines Spektrometers mit ebenem Kristall, verwendet in sequenziellen Geräten