

DIN EN 15063-1

ICS 77.040.20; 77.120.30

Ersatz für
DIN EN 15063-1:2007-01

**Kupfer und Kupferlegierungen –
Bestimmung von Hauptbestandteilen und Verunreinigungen durch
wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) –
Teil 1: Leitfaden für das Routineverfahren;
Deutsche Fassung EN 15063-1:2014**

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 15063-1:2014

Cuivre et alliages de cuivre –
Détermination des éléments principaux et des impuretés par spectrométrie de
fluorescence X à dispersion de longueur d'onde (FRX) –
Partie 1: Lignes directrices pour la méthode de routine;
Version allemande EN 15063-1:2014

Gesamtumfang 25 Seiten

DIN-Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE)

Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm (EN 15063-1:2014) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 133 „Kupfer und Kupferlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

Die nationale Mitarbeit für Deutschland wurde vom Arbeitsausschuss NA 066-02-06 „Analyseverfahren für NE-Metalle“ des DIN-Normenausschusses Nichteisenmetalle (FNNE) geleistet.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 15063-1:2007-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Definition zu den Begriffen nach 3.1 und 3.2 verändert;
- b) Abschnitt 5 überarbeitet;
- c) redaktionelle Änderungen durchgeführt.

Frühere Ausgaben

DIN EN 15063-1: 2007-01

Deutsche Fassung

Kupfer und Kupferlegierungen —
Bestimmung von Hauptbestandteilen und Verunreinigungen durch
wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) —
Teil 1: Leitfaden 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 spectrométrie de fluorescence X à dispersion
de longueur d'onde (FRX) —
Partie 1: Lignes directrices pour la méthode de routine

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 8. November 2014 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 des CEN-CENELEC 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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Kurzbeschreibung	5
3 Begriffe	5
4 Instrumentierung	7
4.1 Prinzipieller Aufbau von Röntgenfluoreszenzspektrometern	7
4.2 Röntgenröhren	8
4.3 Vakuumsystem.....	9
4.4 Probenrotationsvorrichtung	9
4.5 Filter	9
4.6 Spaltkollimatoren.....	10
4.7 Analysatorkristalle.....	10
4.8 Zähler	11
4.9 Sequenz- und Simultangeräte	12
5 Probenahme und Probenvorbereitung	12
6 Auswerteverfahren	12
6.1 Allgemeines	12
6.2 Totzeitkorrektur.....	13
6.3 Untergrundkorrektur	13
6.4 Linieninterferenz Korrekturmodelle.....	13
6.5 Interelementeffekt Korrekturmodelle.....	14
7 Kalibrierverfahren	15
7.1 Allgemeines	15
7.2 Optimierung des Beugungswinkels 2θ	15
7.3 Auswahl optimaler Bedingungen für Detektoren	15
7.4 Auswahl optimaler Röhrenspannung und Strom.....	15
7.5 Auswahl der minimalen Messzeit.....	15
7.6 Auswahl von Kalibrierproben.....	15
7.7 Auswahl von Driftkontroll- und Rekalibrierproben	16
7.8 Messen der Kalibrierproben	16
7.9 Regressionsrechnung	16
8 Validierung des Verfahrens (Genauigkeit und Präzision)	17
9 Leistungskriterien	17
9.1 Allgemeines	17
9.2 Präzisionsprüfung	17
9.3 Leistungsüberwachung	17
9.4 Instandhaltung	18
10 Strahlenschutz	18
Anhang A (informativ) Beispiel zur Berechnung von Untergrundäquivalentkonzentration, Nachweisgrenze, Bestimmungsgrenze und unterer Nachweisgrenze.....	19
Anhang B (informativ) Beispiel zur Berechnung der Linieninterferenz eines Elements auf ein anderes	21
Anhang C (informativ) Beispiel für Leistungskriterien, erhalten unter Wiederholbedingungen.....	22
Literaturhinweise	23

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15063-1:2014) 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 Juni 2015, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2015 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 15063-1:2006.

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

EN 15063-1:2006, *Kupfer und Kupferlegierungen — Bestimmung von Hauptbestandteilen und Verunreinigungen durch wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) — Teil 1: Leitfaden 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*

Im Vergleich zu EN 15063-1:2006 wurden die folgenden Änderungen eingeführt:

- a) Definition zu den Begriffen nach 3.1 und 3.2 verändert;
- b) Abschnitt 5 überarbeitet;
- c) redaktionelle Änderungen durchgeführt.

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

Einleitung

Wellenlängendispersive 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 vorgesehen zur Analyse von Kupfer und Kupferlegierungen, er kann aber auch auf andere Werkstoffe angewendet werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm bietet eine Anleitung zu Konzepten und Arbeitsabläufen für die Kalibrierung und Analyse von Kupfer und Kupferlegierungen durch wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse.

2 Kurzbeschreibung

Eine angemessen vorbereitete Probe 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 der Probe mit Kalibrierkurven, die mit Hilfe von Referenzmaterialien bestimmt werden.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Referenzmaterial

RM

Material, das im Hinblick auf eine oder mehrere festgelegte Eigenschaft(en) ausreichend homogen und stabil ist und hergestellt wurde, um für dessen vorgesehene Verwendung in einem Messverfahren geeignet zu sein

[QUELLE: ISO Guide 30:1992/Amd.1:2008, definition 2.1]

3.2

zertifiziertes Referenzmaterial

ZRM

Referenzmaterial, das durch ein messtechnisch gültiges Verfahren in Bezug auf eine oder mehrere festgelegte Eigenschaft(en) charakterisiert und durch ein Zertifikat begleitet wird, in dem der Wert der festgelegten Eigenschaft, die zugehörige Unsicherheit und eine Erklärung der messtechnischen Rückführung angegeben werden

[QUELLE: ISO Guide 30:1992/Amd.1:2008, definition 2.2]

3.3

Analysenprobe

repräsentative Menge des zu prüfenden Materials

3.4

Kalibrierproben

Serie von zertifizierten Referenzmaterialien oder, falls nicht verfügbar, Referenzmaterialien, die zur Kalibrierung verwendet werden

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 1 zum Begriff: Driftkontrollproben können auch für die statistische Prozesskontrolle (SPC) des Gerätes verwendet werden.

3.6

Rekalibrierproben

Proben mit Gehalten nahe den Nullpunkten sowie mit Gehalten in der Nähe der Maxima der Kalibrierbereiche, die zur Rekalibrierung des Spektrometers verwendet werden

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

Anmerkung 2 zum Begriff: Chemische Analysen sind nicht notwendig, aber die Homogenität dieser 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 1 zum Begriff: 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 Intensitäten von Referenzmaterialien zu bestimmen

Anmerkung 1 zum Begriff: 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 1 zum Begriff: 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 1 zum Begriff: Siehe Anhang A.

3.12

Nachweisgrenze

niedrigste Konzentration, bei der ein durch ein bestimmtes Element erzeugtes Signal vom Untergrund mit einem festgelegten Vertrauensniveau unterschieden werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Anhang A.

3.13

untere Nachweisgrenze

berechnete niedrigste Konzentration, basierend auf dem zählstatistischen Fehler, bei der ein bestimmtes Element durch ein erzeugtes Signal vom Untergrund mit einem festgelegten Vertrauensniveau unterschieden werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Anhang A.

3.14

Bestimmungsgrenze

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Anhang A.