

Eisen und Stahl
Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Bestimmung der
chemischen Zusammensetzung
(ISO 14284:1996)
Deutsche Fassung EN ISO 14284:2002

DIN
EN ISO 14284

ICS 77.040.30

Steel and iron — Sampling and preparation of samples for the
determination of chemical composition (ISO 14284:1996);
German version EN ISO 14284:2002

Fontes et aciers — Prélèvement et préparation des échantillons pour la
détermination de la composition chimique (ISO 14284:1996);
Version allemande EN ISO 14284:2002

Die Europäische Norm EN ISO 14284:2002 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Die Europäische Norm EN ISO 14284 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Stahl“ als ISO 3900 ausgearbeitet und vom Technischen Komitee ECISS/TC 20 „Chemische Analyse von Eisenwerkstoffen“ (Sekretariat: Schweden) des Europäischen Komitees für die Eisen- und Stahlnormung (ECISS) ohne Änderungen als Europäische Norm übernommen.

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

Das vorliegende Dokument legt Verfahren für die Entnahme und Vorbereitung von Proben zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung von Roheisen, Gusseisen und Stahl fest. Diese Festlegungen betreffen Verfahren der Probenahme aus Eisenwerkstoffen im flüssigen und im festen Zustand.

Fortsetzung 48 Seiten EN

Normenausschuss Eisen und Stahl (FES) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Eisen und Stahl
**Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Bestimmung der
chemischen Zusammensetzung**
(ISO 14284:1996)

Steel and iron —
Sampling and preparation of samples for the determination
of chemical composition
(ISO 14284:1996)

Fontes et aciers —
Prélèvement et préparation des échantillons pour la
détermination de la composition chimique
(ISO 14284:1996)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. Juli 2002 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, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Malta, 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

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Definitionen	6
4 Anforderungen für die Entnahme und Vorbereitung von Proben	8
4.1 Allgemeines	8
4.2 Probe	9
4.2.1 Qualität	9
4.2.2 Größe	10
4.2.3 Kennzeichnung.....	10
4.2.4 Aufbewahrung	10
4.2.5 Schiedsuntersuchung	11
4.3 Auswahl einer Probe	11
4.3.1 Probe aus einer Schmelze.....	11
4.3.2 Probe aus einem Erzeugnis	11
4.4 Vorbereitung einer Probe	12
4.4.1 Einleitende Vorbereitung.....	12
4.4.2 Analysenprobe in Form von Spänen.....	12
4.4.3 Analysenprobe in Pulverform oder in stückiger Form	12
4.4.4 Analysenprobe in Stückform	13
4.4.5 Herstellung einer Analysenprobe durch Umschmelzen	14
4.5 Sicherheitsmaßnahmen.....	14
4.5.1 Schutz von Personen.....	14
4.5.2 Maschinen.....	14
4.5.3 Gefahrstoffe	14
5 Flüssiges Eisen zur Stahlerzeugung und Herstellung von Masseisen	15
5.1 Allgemeines	15
5.2 Probenahme mit dem Löffel.....	15
5.2.1 Verfahren.....	15
5.2.2 Wartung der Ausrüstung	15
5.3 Probenahme mit Sonden	16
5.3.1 Allgemeines	16
5.3.2 Verfahren.....	16
5.4 Vorbereitung einer Analysenprobe	16
5.4.1 Einleitende Vorbereitung.....	16
5.4.2 Analysenprobe für chemische Verfahren.....	16
5.4.3 Analysenprobe für thermische Verfahren	16
5.4.4 Analysenprobe für physikalische Verfahren.....	17
6 Flüssiges Eisen zur Gusseisenherstellung	17
6.1 Allgemeines	17
6.2 Probenentnahme mit dem Löffel	17
6.2.1 Allgemeines	17
6.2.2 Verfahren.....	18
6.2.3 Abgeschreckte Probe	18
6.2.4 Nicht abgeschreckte Probe.....	18
6.2.5 Wartung der Ausrüstung	20
6.3 Probenahme mit Sonden.....	20
6.4 Vorbereitung einer Analysenprobe	20
6.4.1 Einleitende Vorbereitung.....	20
6.4.2 Analysenprobe für chemische Verfahren.....	20
6.4.3 Probe in Stückform für thermische Analysenverfahren	21
6.4.4 Analysenprobe für physikalische Verfahren.....	21
6.5 Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Sauerstoff-, Stickstoff- und Wasserstoffbestimmung	22

6.5.1	Allgemeines	22
6.5.2	Verfahren	22
6.5.3	Vorbereitung der effektiven Analysenproben	22
7	Flüssiger Stahl zur Stahlerzeugung	22
7.1	Allgemeines	22
7.2	Probenentnahme mit dem Löffel	22
7.2.1	Verfahren	22
7.2.2	Wartung der Ausrüstung	23
7.3	Probenahme mit Sonden	23
7.3.1	Allgemeines	23
7.3.2	Verfahren	23
7.4	Vorbereitung einer Analysenprobe	24
7.4.1	Einleitende Vorbereitung	24
7.4.2	Analysenprobe für chemische Verfahren	24
7.4.3	Analysenprobe für thermische Verfahren	24
7.4.4	Analysenprobe für physikalische Verfahren	24
7.5	Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Sauerstoffbestimmung	25
7.5.1	Verfahren zur Entnahme von Proben	25
7.5.2	Vorbereitung der effektiven Analysenprobe	25
7.6	Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Wasserstoffbestimmung	25
7.6.1	Allgemeines	25
7.6.2	Probenahmeverfahren	26
7.6.3	Herstellung der effektiven Analysenprobe	26
8	Masselroheisen	27
8.1	Allgemeines	27
8.2	Entnahme von Inkrementen	27
8.2.1	Zahl von Inkrementen	27
8.2.2	Verfahren	27
8.2.3	Lieferung von Masselmischungen	28
8.3	Vorbereitung einer Analysenprobe	28
8.3.1	Allgemeines	28
8.3.2	Analysenprobe für chemische Verfahren	28
8.3.3	Analysenprobe für thermische Verfahren	28
8.3.4	Analysenprobe für physikalische Verfahren	29
9	Gusseisenerzeugnisse	30
9.1	Allgemeines	30
9.2	Entnahme und Vorbereitung von Proben	30
9.2.1	Allgemeines	30
9.2.2	Analysenprobe für chemische Verfahren	30
9.2.3	Analysenprobe in Stückform für thermische Verfahren	31
9.2.4	Analysenprobe für physikalische Verfahren	31
10	Stahlerzeugnisse	32
10.1	Allgemeines	32
10.2	Auswahl einer Vorprobe oder einer Analysenprobe aus einem Gusserzeugnis	32
10.3	Auswahl einer Vorprobe oder einer Analysenprobe aus Halbzeug	32
10.3.1	Allgemeines	32
10.3.2	Profile	32
10.3.3	Bleche oder Platinen	34
10.3.4	Leichtprofile, Stäbe, Stangen, Feinbleche, Bänder und Drähte	35
10.3.5	Rohre	35
10.4	Vorbereitung einer Analysenprobe	35
10.4.1	Allgemeines	35
10.4.2	Probenanalyse in Form von Spänen	35
10.4.3	Analysenprobe in Stückform	36
10.5	Probenahme bei bleilegiertem Stahl	36
10.6	Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Sauerstoffbestimmung	36
10.6.1	Allgemeines	36
10.6.2	Probenentnahmeverfahren	36
10.6.3	Vorbereitung der effektiven Analysenprobe	37

	Seite
10.7 Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Wasserstoffbestimmung	37
10.7.1 Allgemeines	37
10.7.2 Probenahmeverfahren	38
10.7.3 Vorbereitung der effektiven Analysenprobe	38
Anhang A (informativ) Probenahmesonden für die Anwendung bei flüssigem Eisen und Stahl	39
Anhang B (informativ) Probenahmesonden für die Anwendung bei flüssigem Stahl für die Wasserstoffbestimmung	46
Anhang ZA (normativ) Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen	48

Vorwort

Der Text von ISO 14284:1996 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Stahl“ der International Organization for Standardization (ISO) erarbeitet und wurde vom Technischen Komitee ECISS/TC 20 „Verfahren der chemischen Analyse von Eisenwerkstoffen“, dessen Sekretariat von SIS gehalten wird, als Europäische Norm übernommen.

Dieses Europäische Dokument muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis März 2003, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2003 zurückgezogen werden.

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, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 14284:1996 wurde von CEN als EN ISO 14284:2002 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

ANMERKUNG Die normativen Verweisungen auf Internationale Normen sind im Anhang ZA (normativ) aufgeführt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt Verfahren für die Entnahme und Vorbereitung von Proben zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung von Roheisen, Gusseisen und Stahl fest. Es werden Verfahren zur Anwendung für Eisenwerkstoffe sowohl im flüssigen als auch im festen Zustand festgelegt.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Normen enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle normativen Dokumente unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im Folgenden genannten Normen angewendet werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 377:1997, *Steel and steel products — Location of samples and test pieces for mechanical testing*.

ISO 9147:1987, *Pig-Irons — Definition and classification*.

3 Definitionen

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten folgende Definitionen.

3.1

Chemisches Analysenverfahren

Verfahren zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung, bei dem die Probe einer chemischen Reaktion ausgesetzt wird

3.2

Physikalisches Analysenverfahren

Verfahren zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung, bei dem die Zusammensetzung bestimmt wird, ohne dass die Probe einer chemischen Reaktion ausgesetzt wird, z. B. Emissions- und Röntgenfluoreszenz-Spektralanalysen

3.3

Thermisches Analysenverfahren

Verfahren zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung, bei dem die Probe erwärmt, verbrannt oder aufgeschmolzen wird

3.4

Schmelze

Flüssigmetall, von dem eine Probe entnommen wird

3.5

Probenentnahme mit dem Löffel

Verfahren, bei dem die Probe aus der Schmelze oder während des Gießens der Schmelze mit einem langstieligen Löffel entnommen und in eine kleine Kokille gegossen wird

3.6

Löffelprobe

Probe, die mit dem Löffel aus der Schmelze entnommen und in eine kleine Kokille gegossen wurde

3.7

Probenentnahme mit Sonden

Verfahren, bei dem die Probe mit einer handelsüblichen Probenahmesonde, die in die Schmelze getaucht wird, entnommen wird

3.8**Probenentnahme mit Tauchsonden**

Verfahren der Probenentnahme mit einer Sonde, bei dem die Sonde in die Schmelze getaucht wird, wobei sich die Probenkammer in der Sonde durch ferrostatischen Druck oder durch Schwerkraft füllt

3.9**Probenentnahme durch Ansaugen**

Verfahren der Probenentnahme mit einer Sonde, bei dem die Sonde in die Schmelze getaucht wird, wobei die Probenkammer durch Ansaugen gefüllt wird

3.10**Probenentnahme aus dem Gießstrahl**

Verfahren der Probenentnahme mit einer Sonde, bei dem die Sonde in einen flüssigen Metallstrahl gehalten wird, wobei die Probenkammer durch die Kraft des Metallstrahles gefüllt wird

3.11**Sondenprobe**

Probe, die mit handelsüblichen Probenahmesonden entnommen wurde

3.12**Gießereierzeugnis**

Gegenstand aus Eisen oder Stahl, der nicht umgeformt wurde, z. B. Block, stranggegossenes Halbzeug, gegossenes Formstück

3.13**Umgeformtes Erzeugnis**

Gegenstand aus Stahl, der durch Walzen, Ziehen, Schmieden oder durch ein anderes Verfahren umgeformt wurde, z. B. Stab, Halbzeug, Blech, Band, Rohr, Draht

3.14**Probestück**

besonderer Gegenstand aus Eisen oder Stahl, der zum Zweck der Herstellung einer oder mehrerer Proben aus einer gelieferten Menge ausgewählt wurde

3.15**Vorprobe**

ausreichende Metallmenge, die zum Zweck der Herstellung einer oder mehrere Analysenproben aus dem Probestück entnommen wurde

3.16**Analysenprobe**

Teil des Probestückes, oder Teil der entnommenen oder Teil der aus der Schmelze entnommenen Probe, der in den für die Analyse erforderlichen Zustand gebracht wurde.

Die Analysenprobe kann das Probestück selbst oder die aus der Schmelze entnommene Probe sein

ANMERKUNG 1 Folgende Kategorien von Analysenproben werden unterschieden:

- Probe in Stückform;
- Probe, die umgeschmolzen wurde;
- Probe in Form von Spänen, die durch spanende Bearbeitung erhalten wurden;
- Probe in Form von Stückchen, die durch Zerkleinern erhalten wurden;
- Probe in Form von Pulver, das durch Zerkleinern erhalten wurde.

3.17

Effektive Analysenprobe

Teil der Analysenprobe oder Teil der aus der Schmelze entnommenen Probe, der tatsächlich analysiert wird. In Einzelfällen kann die effektive Analysenprobe aus dem Probestück selbst ausgewählt werden

ANMERKUNG 2 Folgende Sonderarten von effektiven Analysenproben in Stückform, die als Sondenproben entnommen wurden, werden unterschieden:

- effektive Analysenprobe in Form einer kleinen Scheibe, im Allgemeinen als Stanzprobe bezeichnet, durch Stanzen hergestellt;
- effektive Analysenprobe in Form eines kleinen Ansatzstückes, im Allgemeinen als Ansatz bezeichnet;
- effektive Analysenprobe in Form einer Stange mit kleinem Durchmesser, im Allgemeinen als Stift bezeichnet, durch Abtrennen hergestellt.

ANMERKUNG 3 Wenn die Analysenprobe in Form von Spänen oder Pulver vorliegt, oder wenn eine Probe in Form eines Einzelstückes nach einem thermischen Verfahren analysiert wird, wird die effektive Analysenprobe durch Wägen erhalten. Bei einem physikalischen Analysenverfahren besteht der tatsächlich analysierte Teil nur aus einer kleinen Teilmasse der Analysenprobe. Bei der optischen Emissions-Spektralanalyse beträgt die bei einer elektrischen Entladung verbrauchte Masse des Metalls etwa 0,5 mg bis 1 mg; bei der Röntgenfluoreszenz-Spektralanalyse wird die charakteristische Strahlung durch eine sehr dünne Oberflächenschicht der Probe erzeugt.

3.18

Grobschleifen

Verfahren zur Vorbereitung einer Metallprobe für ein physikalisches Analysenverfahren, bei dem die Oberfläche der Analysenprobe mit einem Schleifkörper abgetragen wird

3.19

Schleifen

Verfahren zur Vorbereitung einer Metallprobe für ein physikalisches Analysenverfahren, bei dem die Oberfläche der Analysenprobe mit einer flexiblen Drehscheibe oder mit einem kontinuierlichen Band, die mit einem Schleifmittel beschichtet sind, abgetragen wird

3.20

Fräsen

Verfahren zur Herstellung von Spänen oder zur Vorbereitung einer Probenoberfläche für ein physikalisches Analysenverfahren, bei dem die Oberfläche der Probe mit einem rotierenden, scharfkantigen Zerspanungswerkzeug bearbeitet wird

3.21

Lieferung

zur gleichen Zeit gelieferte Metallmenge

3.22

Inkrement (Einzelprobe)

Metallmenge, die einer Lieferung in einem Probenentnahmevergange entnommen wird

4 Anforderungen für die Entnahme und Vorbereitung von Proben

4.1 Allgemeines

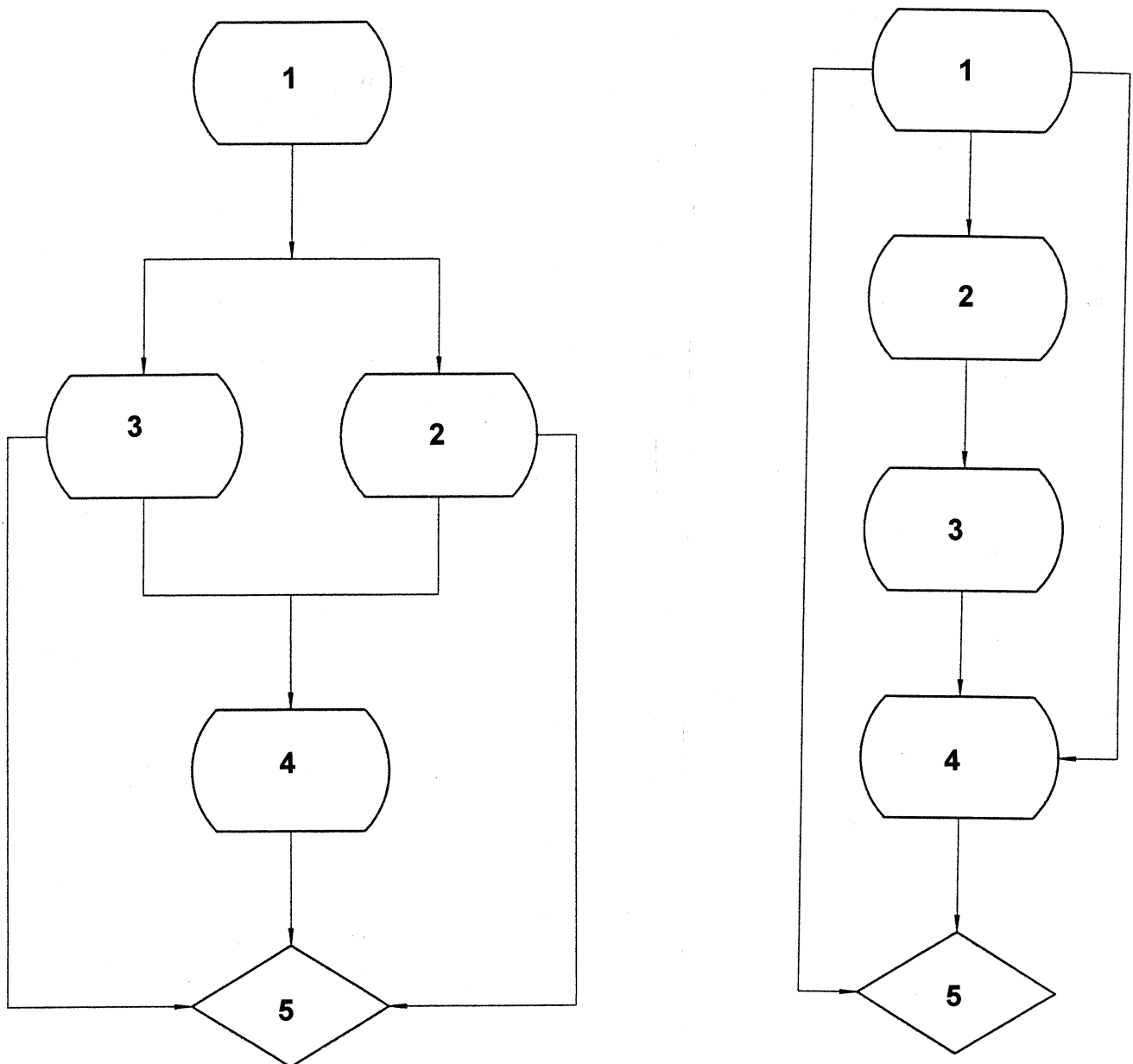
Dieser Abschnitt behandelt die allgemeinen Anforderungen an die Probe sowie an die Probenahme und die Probenvorbereitung bei Eisen und Stahl. Für jede Kategorie flüssigen und festen Metalls gelten spezielle Anforderungen, die in dem entsprechenden Unterabschnitt berücksichtigt werden.

Die Reihenfolge bei der Entnahme und Vorbereitung von Proben bei flüssigem Eisen und Stahl, Gusseisen und Stahlerzeugnissen ist in Bild 1 dargestellt. Für Roheisen gelten besondere Anforderungen (siehe Abschnitt 8).

4.2 Probe

4.2.1 Qualität

Die Probenentnahme muss eine für die mittlere chemische Zusammensetzung der Schmelze oder des Probestückes repräsentative Analysenprobe liefern.



Legende

- 1 Schmelze
- 2 Sondenprobe
- 3 Löffelprobe
- 4 Analysenprobe
- 5 Effektive Analysenprobe

a) flüssiges Eisen und flüssiger Stahl

- 1 Los
- 2 Probestück
- 3 Vorprobe
- 4 Analysenprobe
- 5 Effektive Analysenprobe

b) Gusseisen- und Stahlerzeugnisse

Bild 1 — Reihenfolge bei der Probenahme und der Probenvorbereitung

Die Analysenprobe muss bezüglich der chemischen Zusammensetzung ausreichend homogen sein, sodass Inhomogenitäten unwesentlich zur Fehlerabweichung des Analysenverfahrens beitragen. Bei einer aus einer Schmelze entnommenen Probe kann jedoch eine gewisse Abweichung bei der Analyse sowohl innerhalb als auch zwischen den Analysenproben unvermeidlich sein; diese Abweichung bildet einen inhärenten Teil der Wiederholpräzision und der Vergleichpräzision der Analyse.

Die Analysenprobe muss frei von Oberflächenüberzügen, Feuchtigkeit, Schmutz oder andere Arten von Verunreinigungen sein.

Die Analysenprobe sollte möglichst frei von Einschlüssen, Rissen, Poren, Graten, Überwalzungen oder anderen Arten von Oberflächenfehlern sein.

Bei der Auswahl und Vorbereitung der Analysenprobe ist besonders sorgfältig vorzugehen, wenn anzunehmen ist, dass eine aus einer Schmelze entnommene Probe heterogen oder eventuell verunreinigt ist.

Eine aus einer Schmelze entnommene Probe ist so abzukühlen, dass die chemische Zusammensetzung und das metallurgische Gefüge der Probe von Probe zu Probe reproduzierbar sind.

Es ist zu beachten, dass einige physikalische Analysenverfahren durch das metallurgische Gefüge der Probe beeinflusst werden können, im Besonderen bei weiß oder grau erstarrtem Eisen und bei Stählen, die im Gusszustand oder umgeformt vorliegen.

4.2.2 Größe

Eine Vorprobe in Stückform muss für die Entnahme zusätzlicher Analysenproben für die gegebenenfalls unter Verwendung eines alternativen Analysenverfahrens durchzuführenden Wiederholungsprüfungen ausreichend groß sein.

Eine Analysenprobe von ausreichender Masse für eventuell erforderliche Wiederholungsprüfungen ist vorzubereiten. Im Allgemeinen ist für eine Probe in Form von Spänen oder Pulver eine Masse von 100 g ausreichend.

Die Anforderungen an die Maße einer Analysenprobe in Stückform hängen von dem ausgewählten Analysenverfahren ab. Bei der Emissions- und Röntgenfluoreszenz-Spektralanalyse sind Form und Größe der Probe durch die Abmessungen der Probenkammer festgelegt. Die in der vorliegenden Internationalen Norm angegebenen Maße für Analysenproben dienen nur zur Information.

4.2.3 Kennzeichnung

Eine Analysenprobe muss eindeutig gekennzeichnet werden, damit die Schmelze, aus der das Probestück stammt, und, wenn erforderlich, die Herstellungsbedingungen der Schmelze oder die Lage der Vorprobe bzw. der Analysenprobe im Probestück feststellbar sind.

Eine Analysenprobe für Roheisen muss eindeutig gekennzeichnet werden, damit die Lieferung oder der Teil einer Lieferung und die Einzelprobe, aus der sie entnommen wurde, feststellbar sind.

Durch Beschriften oder ein äquivalentes Kennzeichnungsverfahren ist zu gewährleisten, dass die Analysenprobe gekennzeichnet bleibt.

Kennzeichnung, Status und Zustand der Probe müssen registriert werden, damit Verwechslungen hinsichtlich der Identität des Gegenstandes, auf den sich die Analyse und die Aufzeichnungen beziehen, ausgeschlossen werden.

4.2.4 Aufbewahrung

Um die Analysenproben auseinander zu halten und zu schützen, müssen ausreichende Lagerungsmöglichkeiten zur Verfügung stehen. Während und nach der Vorbereitung muss die Analysenprobe so gelagert werden, dass keine Verunreinigungen oder chemische Veränderungen auftreten.

Es ist zulässig, die Vorprobe in Stückform zu konservieren; gegebenenfalls kann eine Analysenprobe entnommen werden.

Die Analysenprobe oder die Vorprobe in Stückform muss ausreichend lange aufbewahrt werden, um die Integrität des Prüflabors zu sichern.

4.2.5 Schiedsuntersuchung

Bei einer für eine Schiedsuntersuchung vorgesehenen Probe muss die Analysenprobe vom Lieferer und Besteller oder von ihren Beauftragten gemeinsam vorbereitet werden. Die bei der Vorbereitung der Analysenprobe angewendeten Verfahren müssen registriert werden.

Die Behälter mit den zur Schiedsuntersuchung vorgesehenen Analysenproben müssen von beiden Parteien oder von ihren Beauftragten versiegelt werden. Sofern nicht anders vereinbart, müssen diese Behälter von den für die Vorbereitung von Proben verantwortlichen Beauftragten jeder Partei aufbewahrt werden.

4.3 Auswahl einer Probe

4.3.1 Probe aus einer Schmelze

Zum Zweck der Überwachung und Prozesskontrolle werden aus Schmelzen bei verschiedenen Stufen des Herstellungsprozesses Proben entnommen. Proben können während des Vergießens der Schmelze entnommen werden, um nachzuweisen, dass die chemische Zusammensetzung der Spezifikation des Gießereierzeugnisses entspricht. Bei Flüssigmetall zur Herstellung eines Gussstückes darf die Analysenprobe aus Probenstäben oder -blöcken für die mechanische Prüfung, die speziell aus dem gleichen Metall wie das Gussstück gegossen wurden, in Übereinstimmung mit der Erzeugnisnorm entnommen werden.

Die Verfahren zur Beprobung aus Schmelzen müssen so beschaffen sein, dass sie während eines bestimmten Herstellungsprozesses Proben entsprechend den Anforderungen bezüglich der Probenqualität (siehe 4.2.1) liefern. Die aus einer Schmelze entnommene Probe liegt im Allgemeinen in Form eines kleinen Blockes, eines zylindrischen oder rechteckigen Blockes, einer Scheibe aus Kokillenguss oder als Kombination einer Scheibe mit einer oder mehreren stiftförmigen Ansätzen vor; in einigen Fällen weist die scheibenförmige Probe Angussnasen auf.

ANMERKUNG 4 Probenahmesonden für die Anwendung bei flüssigem Eisen und Stahl können von einer Reihe von Anbietern bezogen werden; die wesentlichen Besonderheiten der verschiedenen Sondentypen werden in den Anhängen A und B beschrieben, wobei die Maßangaben nur zur Information dienen.

4.3.2 Probe aus einem Erzeugnis

Die Vorprobe oder die Analysenprobe kann aus dem Probestück in der Lage entnommen werden, die gegebenenfalls in der Erzeugnisspezifikation für die Auswahl von Proben für die mechanische Prüfung angegeben ist.

Bei Gusseisen kann die Analysenprobe aus einem an das Gussstück angegossenen Stab oder Block entnommen werden.

Bei Schmiedestücken kann die Analysenprobe aus dem Ausgangsmaterial, aus dem das Schmiedestück hergestellt wurde, aus Verlängerungen des Schmiedestückes oder aus zusätzlichen Schmiedestücken entnommen werden.

Falls keine besonderen Anforderungen in der Erzeugnisnorm oder einer entsprechenden Spezifikation festgelegt sind, darf die Analysenprobe nach einer Vereinbarung zwischen dem Lieferer und dem Besteller aus den Proben für die mechanische Prüfung oder direkt aus dem Probestück entnommen werden.

Die Vorprobe oder die Analysenprobe kann aus dem Probestück durch spanende Bearbeitung oder mittels Schneidbrenner entnommen werden. Bei der Entnahme von Proben zur Bestimmung bestimmter Elemente gelten besondere Anforderungen.

4.4 Vorbereitung einer Probe

4.4.1 Einleitende Vorbereitung

Besteht die Möglichkeit, dass Teile eines Probenabschnitts für die chemische Zusammensetzung nicht repräsentativ sind, z. B. durch Oxidation, kann nach einer Untersuchung zur Feststellung der Art und des Umfangs der Veränderungen in der Zusammensetzung vereinbart werden, jene Teile des Probenabschnitts zu entfernen, die sich verändert haben. Anschließend muss der Probenabschnitt vor Veränderungen in der Zusammensetzung geschützt werden.

Falls erforderlich, muss die Metalloberfläche an der zu beprobenden Stelle durch geeignete Mittel vollständig freigelegt werden, um während der Herstellung aufgebrauchte Beschichtungen zu entfernen. Gegebenenfalls muss die Oberfläche des Metalls mit einem geeigneten Lösemittel entfettet werden, wobei darauf zu achten ist, dass die Art und Weise des Entfettens die Analysengenauigkeit nicht beeinträchtigt.

4.4.2 Analysenprobe in Form von Spänen

Die Analysenprobe muss aus Spänen gleichmäßiger Größe und Form bestehen. Dazu sind Verfahren, wie Bohren, Fräsen, Drehen oder Stanzen, geeignet. Die Späne dürfen aus keinem Abschnitt der Probe entnommen werden, der durch die Wärme eines Schneidbrenners beeinträchtigt wurde.

Die während der Vorbereitung der Probe verwendeten Werkzeuge, Maschinen und Behälter müssen vor der Benutzung so gereinigt werden, dass die Analysenprobe nicht verunreinigt wird.

Der Zerspanungsvorgang ist so zu führen, dass die Späne nicht überhitzt werden, was durch Anlaufen (Blau- oder Schwarzverfärbung) der Späne gekennzeichnet ist. Eine unvermeidbare Verfärbung, wie sie bei Spänen aus einigen Arten legierter Stähle auftritt, z. B. bei Manganhartstählen und austenitischen Stählen, kann durch Auswahl geeigneter Werkzeuge und Schnittgeschwindigkeiten minimiert werden.

Zur Erzielung einer besseren Bearbeitbarkeit der Probe kann eine Wärmebehandlung erforderlich sein.

Die Verwendung von Kühlmitteln während der spanenden Bearbeitung ist nur in Sonderfällen zulässig; anschließend sind die Späne mit geeigneten, rückstandsfreien Lösemitteln zu reinigen.

Vor dem Einwiegen der effektiven Analyseprobe müssen die Späne gemischt werden. Für die meisten Anwendungen reicht es aus, die Späne durch Rollen der Behälter auf einer waagerechten Ebene und/oder durch vorsichtiges Umstürzen des Behälters zu mischen.

4.4.3 Analysenprobe in Pulverform oder in stückiger Form

Wenn das Bohren der Probe zur Herstellung von Spänen nicht möglich ist, wird die Probe in Stücke geschnitten oder gebrochen. Diese Stücke müssen dann in einem Mörser oder einer Schwingmühle, die auch als Tellermühle oder Ringwalzenmühle bekannt ist, so zerkleinert werden, dass die Analysenprobe in Form von Pulver vorliegt, das vollständig ein Sieb mit festgelegter Maschenweite passiert.

Bei einigen Anwendungen zur Bestimmung von Kohlenstoff nach einem thermischen Analysenverfahren wird die Probe in einem Mörser so lange zerkleinert, bis die Analysenprobe in Form von Stückchen einer Korngröße von etwa 1 mm bis 2 mm vorliegt.

Die zur Zerkleinerung verwendeten Geräte müssen aus Materialien bestehen, die zu keiner Änderung der Zusammensetzung der Probe führen. Zum Nachweis, dass die Benutzung derartiger Geräte die Zusammensetzung der Analysenprobe nicht beeinträchtigt, können geeignete Prüfungen erforderlich sein.

Proben aus graphitisiertem Eisen dürfen nicht feinzerkleinert werden.

Beim Sieben sind alle erforderlichen Vorsichtsmaßnahmen zu treffen, um Verunreinigungen oder Materialverlust zu vermeiden. Beim Sieben harter Materialien ist darauf zu achten, dass das Siebgewebe nicht beschädigt wird.

Die Analysenprobe muss vor dem Einwiegen der effektiven Analysenprobe homogenisiert werden. Pulver können durch Rühren homogenisiert werden.

WARNHINWEIS: Bei feinerzkleinerten Metallen mit einer Korngröße kleiner etwa 150 µm kann Brandgefahr bestehen. Während der Zerkleinerung ist für eine ausreichende Lüftung zu sorgen.

4.4.4 Analysenprobe in Stückform

4.4.4.1 Auswahl der Analysenprobe

Die Analysenprobe wird durch Abtrennen eines für die Analyse geeigneten Stückes aus dem Probestück oder aus der Vorprobe entnommen. Die Proben müssen durch Sägen, Trennschleifen, Scheren oder Stanzen entnommen werden.

Falls in der Erzeugnisnorm keine Angaben enthalten sind, werden physikalische Analysenverfahren an einem Teil des Probenabschnitts, der dem Querschnitt des Erzeugnisses in Querrichtung entspricht, durchgeführt, vorausgesetzt, das Material ist ausreichend dick.

4.4.4.2 Vorbereitung der Oberfläche der Analysenprobe

Die Analysenprobe muss so vorbereitet werden, dass die Oberfläche in einer für das Analysenverfahren geeigneten Weise freigelegt wird. Die Analysenoberfläche darf nicht an Probenabschnitten erfolgen, die durch die Wärme eines Schneidbrenners beeinträchtigt wurden. Die für die Probenvorbereitung verwendeten Geräte müssen so beschaffen sein, dass die Überhitzung der Probe minimiert wird und sie müssen, falls geeignet, Kühlsysteme einschließen.

Es können vier Gerätetypen zur Verwendung bei der Oberflächenvorbereitung unterschieden werden.

- a) Fräsmaschine, mit der eine vorgegebene Schichtdicke des Metalls reproduzierbar abgetragen werden kann, für Proben mit einer zum Fräsen geeigneten Härte. Gegebenenfalls sollte die Maschine für aus einer Schmelze entnommene und noch heiße Proben verwendet werden können.
- b) Schleifmaschine mit einem festen, rotierenden oder schwingenden Kopf, mit der eine vorgegebene Schichtdicke des Metalls reproduzierbar abgetragen werden kann.
- c) Flachbettschleifmaschine mit Schleifscheiben oder eine Maschine mit kontinuierlichem Schleifband, geeignet zur Vorbereitung der Oberfläche der Analysenprobe mit unterschiedlicher Oberflächengüte.
- d) Gerät zum Strahlen mit Sand oder Stahlkies, das bei Sonderfällen zur Reinigung der Oberfläche der Analysenprobe oder effektiven Analyseprobe verwendet werden kann.

Nach der Vorbereitung muss die Oberfläche der Analysenprobe glatt sein und darf keine Fehler aufweisen, die die Analysengenauigkeit beeinträchtigen.

Das Abtrennen der Probe und die Vorbereitung der Oberfläche können manuell oder automatisch durchgeführt werden. Bei aus Schmelzen entnommenen Proben können handelsübliche Systeme, bei denen die Fertigungsschritte automatisch ablaufen, verwendet werden. Systeme zur automatischen Vorbereitung von Sondenproben mit zwei Dicken [siehe A.2.3 c) in Anhang A], und Systeme zur Probegutgewinnung durch Stanzen können Einrichtungen zum Sandstrahlen der Probe und zum Weichglühen der Probe vor dem Stanzen einschließen.

Die abschließend bei der Herstellung der Analysenprobe verwendeten Schleifmittel müssen so ausgewählt werden, dass die Oberfläche nicht mit Elementen verunreinigt wird, die mit dem Analysenverfahren bestimmt werden. Die Körnung des Schleifmittels richtet sich nach der für die Analyse erforderlichen Oberflächenbeschaffenheit.

Bei der Emissions-Spektralanalyse ist in der Regel ein Schleifmittel mit einer Körnung von 60 bis 120 geeignet. Bei der Röntgenfluoreszenz-Spektralanalyse ist darauf zu achten, dass das zur Vorbereitung der Oberfläche ausgewählte Verfahren eine von Probe zu Probe reproduzierbare Oberflächenbeschaffenheit erzeugt. Weiterhin darf es keine Verschmutzung der Oberfläche geben.

Der Einfluss von Schleifmitteln hängt vom Analysenverfahren ab. Bei Anwendung der Emissions-Spektralanalyse wird die Oberfläche der Probe in der Regel durch Vorfunkeln gereinigt, wobei eventuelle Verunreinigungen durch Schleifmittel verdampfen. Jedoch ist bei der Verwendung einer neuen Schleifscheibe besondere Sorgfalt zur Vermeidung von Oberflächenverunreinigungen erforderlich.