

DIN EN ISO 14284

ICS 77.080.01

Ersatz für
DIN EN ISO 14284:2003-02**Eisen und Stahl –
Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Bestimmung der
chemischen Zusammensetzung (ISO 14284:2022);
Deutsche Fassung EN ISO 14284:2022**

Steel and iron –
Sampling and preparation of samples for the determination of chemical composition
(ISO 14284:2022);
German version EN ISO 14284:2022

Aciers et fontes –
Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition
chimique (ISO 14284:2022);
Version allemande EN ISO 14284:2022

Gesamtumfang 56 Seiten

DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 14284:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“, Unterkomitee SC 1, „Methods of determination of chemical composition“, in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 459/SC 2 „Verfahren zur chemischen Analyse von Eisen und Stahl“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS (Schweden) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 021-00-30 AA „Analyseverfahren“ des DIN-Normenausschusses Eisen und Stahl (FES).

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 14284:2003-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Bilder wurden geändert;
- b) Abschnitt 3 wurde geändert;
- c) Normtext wurde geändert;
- d) es wurden neue Probennahmensonden hinzugefügt;
- e) die physikalischen Einheiten wurden auf SI umgestellt.

Frühere Ausgaben

DIN EN ISO 14284: 2003-02

Deutsche Fassung

Eisen und Stahl —
Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Bestimmung
der chemischen Zusammensetzung (ISO 14284:2022)

Steel and iron —
Sampling and preparation of samples for the
determination of chemical composition
(ISO 14284:2022)

Aciers et fontes —
Prélèvement et préparation des échantillons pour la
détermination de la composition chimique
(ISO 14284:2022)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 1. Oktober 2022 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 CEN-CENELEC-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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, 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: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Anforderungen an die Probenahme und Probenvorbereitung	9
4.1 Allgemeines	9
4.2 Probe	9
4.3 Probenahme	11
4.4 Vorbereitung der Probe	12
4.5 Sicherheitsvorkehrungen	15
5 Eisenschmelze für die Stahlerzeugung und die Herstellung von Roheisen	15
5.1 Allgemeines	15
5.2 Probenentnahme mit dem Löffel	15
5.3 Probenentnahme mit Sonden	17
5.4 Vorbereitung einer Prüfprobe	18
6 Eisenschmelze für die Herstellung von Gusseisen	19
6.1 Allgemeines	19
6.2 Probenentnahme mit dem Löffel	19
6.3 Probenentnahme mit Sonden	21
6.4 Vorbereitung einer Prüfprobe	21
6.5 Probenahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung des Sauerstoff- und Stickstoffgehalts	23
7 Stahlschmelze für die Stahlherstellung	23
7.1 Allgemeines	23
7.2 Probenentnahme mit dem Löffel	23
7.3 Probenentnahme mit Sonden	24
7.4 Vorbereitung einer Prüfprobe	25
7.5 Probenahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung des Stickstoff- und Sauerstoffgehalts	26
7.6 Probenahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung des Wasserstoffgehalts	27
8 Roheisen	29
8.1 Allgemeines	29
8.2 Probenahme mit Einzelprobe	29
8.3 Vorbereitung einer Prüfprobe	30
9 Gusseisenerzeugnisse	32
9.1 Allgemeines	32
9.2 Probenahme und Probenvorbereitung	32
10 Stahlerzeugnisse	34
10.1 Allgemeines	34
10.2 Auswahl einer Laborprobe oder einer Prüfprobe aus einem Gießereierzeugnis	34
10.3 Auswahl einer Laborprobe oder einer Prüfprobe aus einem Knetzeugnis	35
10.4 Vorbereitung einer Prüfprobe	37

10.5	Probennahme von bleihaltigem Stahl.....	38
10.6	Probennahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung des Sauerstoffgehalts.....	38
10.7	Probennahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung des Wasserstoffgehalts	39
Anhang A (informativ) Probennahmesonden zur Verwendung mit Eisenschmelze und Stahl.....		41
Anhang B (informativ) Probennahmesonden zur Verwendung mit Stahlschmelze für die Bestimmung des Wasserstoffgehalts		50
Literaturhinweise.....		54

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 14284:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 459/SC 2 „Verfahren zur chemischen Analyse von Eisen und Stahl“ erarbeitet, dessen Sekretariat von SIS gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 2023, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2023 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 14284:2002.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 14284:2022 wurde von CEN als EN ISO 14284:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17, *Steel*, Unterkomitee SC 1, *Methods of determination of chemical composition*, in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Standardisierung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 459/SC 2, *Verfahren zur chemischen Analyse von Eisen und Stahl*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 14284:1996), die technisch überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen sind folgende:

- Bilder wurden geändert;
- Abschnitt 3 wurde geändert;
- Normtext wurde geändert;
- es wurden neue Probennahmensonden hinzugefügt;
- die physikalischen Einheiten wurden auf SI umgestellt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sind an die nationale Normungsorganisation des Anwenders zu richten. Eine vollständige Auflistung dieser Stellen finden Sie unter www.iso.org/members.html.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Verfahren zur Probennahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung von Roheisen, Gusseisen und Stählen fest.

Es werden Verfahren sowohl für schmelzflüssiges als auch für massives Metall festgelegt.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweise in diesem Dokument.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org>

3.1 chemisches Analysenverfahren
Verfahren zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung, bei dem die *Prüfprobe* (3.16) oder die *Prüfmenge* (3.17) chemischen Reaktionen ausgesetzt wird

3.2 physikalisches Analysenverfahren
Verfahren zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung, ohne dass die *Prüfprobe* (3.16) chemischen Reaktionen ausgesetzt wird

BEISPIEL Optische Emissionsspektrometrie (OES) oder Röntgenfluoreszenzspektrometrie (RFA).

3.3 thermisches Analysenverfahren
Verfahren zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung, bei dem die *Prüfprobe* (3.16) erwärmt, verbrannt oder aufgeschmolzen wird

3.4 Schmelze
flüssiges Metall, von dem eine *Probe* (3.25) entnommen wird

3.5 Probenentnahme mit dem Löffel
Verfahren, bei dem eine *Probe* (3.25) aus der *Schmelze* (3.4) entnommen wird oder während des Gießens der Schmelze mit einem Löffel mit langem Griff entnommen wird und in eine kleine Form gegossen wird

3.6 Löffelprobe
Probe (3.25), die mit der *Probenentnahme mit dem Löffel* (3.5) entnommen wurde

3.7 Sondenprobenentnahme
Verfahren, bei dem die *Probe* (3.25) mit einer handelsüblichen Probennahmesonde, die in die *Schmelze* (3.4) getaucht wird, entnommen wird

3.8

Sondenprobenahme

Probe (3.25) aus *Sondenprobenentnahmen* (3.7)

3.9

Probenentnahme durch Ansaugen

Verfahren der *Probenentnahme* (3.7) mit einer Sonde, bei dem die Sonde in die *Schmelze* (3.4) getaucht wird und die Probenkammer durch Ansaugen gefüllt wird

3.10

Probenentnahme aus dem Gießstrahl

Verfahren der *Probenentnahme* (3.7) mit einer Sonde, bei dem die Sonde in einen flüssigen Metallstrahl gehalten wird und die Probenkammer durch die Kraft des Metallstrahles gefüllt wird

3.11

Tauchprobennahme

Verfahren der *Probenahme* (3.7), bei dem die Sonde in die *Schmelze* (3.4) eingetaucht wird und die Probenkammer in der Sonde durch Eisendruck oder Schwerkraft gefüllt wird

3.12

Gießereierzeugnis

Erzeugnis aus Eisen oder Stahl, das nicht umgeformt wurde

BEISPIEL Ein Barren, ein durch Stranggießen gewonnenes Halbzeug oder ein Guss.

3.13

Kneterzeugnis

Erzeugnis, das durch Warm- und/oder Kaltumformung wie Extrudieren, Schmieden, Warmwalzen, Kaltwalzen oder Ziehen entweder ausschließlich oder in Kombination gewonnen wird

3.14

Sammelprobe

eine ausreichende Menge an Gusseisen, Roheisen oder Stahl aus einer Produktcharge zur Entnahme einer oder mehrerer *Laborproben* (3.15)

BEISPIEL Stangen, Stangen, Drähte, Rohre, Profile, Bleche, Bänder, Schmiedeteile.

3.15

Laborprobe

Teil einer *Probe* (3.25), der so verarbeitet wird, dass er an das Labor geschickt werden kann, um eine oder mehrere *Prüfprobe* zu erhalten (3.16)

3.16

Prüfprobe

Teil einer *Sammelprobe* (3.14) oder einer *Laborprobe* (3.15), die aus einer Sammelprobe entnommen wurde, oder Teil einer aus der *Schmelze* (3.4) entnommenen *Probe* (3.25), die in den für die Analyse erforderlichen Zustand gebracht wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei der Prüfprobe kann es sich auch um die Sammelprobe selbst oder um eine aus der Schmelze entnommene Probe handeln.

Anmerkung 2 zum Begriff: Es gibt folgende Kategorien von Prüfproben:

- Probe in Form eines festen Blocks;
- durch Umschmelzen erhaltene Probe;
- Probe in Form von Spänen, die bei der Bearbeitung entstehen;
- Probe in Form von durch Brechen (3.19) gewonnenen Bruchstücken;
- Probe in Form von durch Zerkleinerung (3.18) gewonnenem Pulver.

3.17

Prüfmenge

Teil einer *Prüfprobe* (3.16) oder Teil einer aus der *Schmelze* (3.4) entnommenen *Probe* (3.25), der für die Analyse eingesendet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: In einigen Fällen kann die Prüfmenge aus der *Sammelprobe* (3.14) selbst ausgewählt werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Spezifische Arten von Prüfmengen in Form von festen Blöcken sind die folgenden:

- kleine Scheibe, im Allgemeinen als Stanzprobe bezeichnet, durch Stanzen hergestellt;
- kleines Ansatzstück, im Allgemeinen als Ansatz bezeichnet;
- Stange mit kleinem Durchmesser, im Allgemeinen als Stift bezeichnet, durch Abtrennen hergestellt.

3.18

Zerkleinerung

Verfahren zur Reduzierung der Partikelgröße durch *Brechen* (3.19) oder *Grobschleifen* (3.21)

3.19

Brechen

mechanische Verringerung der Partikelgröße eines Materials durch Zerbrechen großer Stücke in mehrere kleinere Stücke

3.20

Schleifen

Verfahren zur Vorbereitung einer *Metallprobe* (3.25) für ein *physikalisches Analysenverfahren* (3.2), bei dem die Oberfläche der *Prüfprobe* (3.16) mit einer Drehscheibe oder mit einem kontinuierlichen Band, die mit einem Schleifmittel beschichtet sind, abgetragen wird

3.21

Grobschleifen

Verfahren zur Vorbereitung einer *Metallprobe* (3.25) für ein *physikalisches Analysenverfahren* (3.2), bei dem die Oberfläche der *Prüfprobe* (3.16) mit einem Schleifkörper abgetragen wird

3.22

Fräsen

Verfahren zur Herstellung von Spänen oder zur Vorbereitung einer *Probenoberfläche* (3.25) für ein *physikalisches Analysenverfahren* (3.2), bei dem die Oberfläche der *Probe* (3.25) mit einem rotierenden, scharfkantigen Zerspanungswerkzeug bearbeitet wird

3.23

Lieferung

zur gleichen Zeit gelieferte Metallmenge

3.24

Einzelprobe

Metallmenge, die einer *Lieferung* (3.23) in einem Probenentnahmevorgang entnommen wird

3.25

Probe

Materialanteil, der aus einer größeren Materialmenge ausgewählt wurde

4 Anforderungen an die Probennahme und Probenvorbereitung

4.1 Allgemeines

In diesem Abschnitt werden die allgemeinen Anforderungen an die Probennahme, die Probe und die Probenvorbereitung von schmelzflüssigem Eisen und Stahl behandelt. Für jede Kategorie von schmelzflüssigen und massiven Metallen gelten besondere Anforderungen, die in den entsprechenden Unterabschnitten behandelt werden.

Der Ablauf der Probennahme und Probenvorbereitung von schmelzflüssigem Eisen und Stahl, Roheisen, Gusseisen und Stahlerzeugnissen ist in Bild 1 dargestellt. Für Roheisen gelten besondere Bestimmungen (siehe Abschnitt 8).

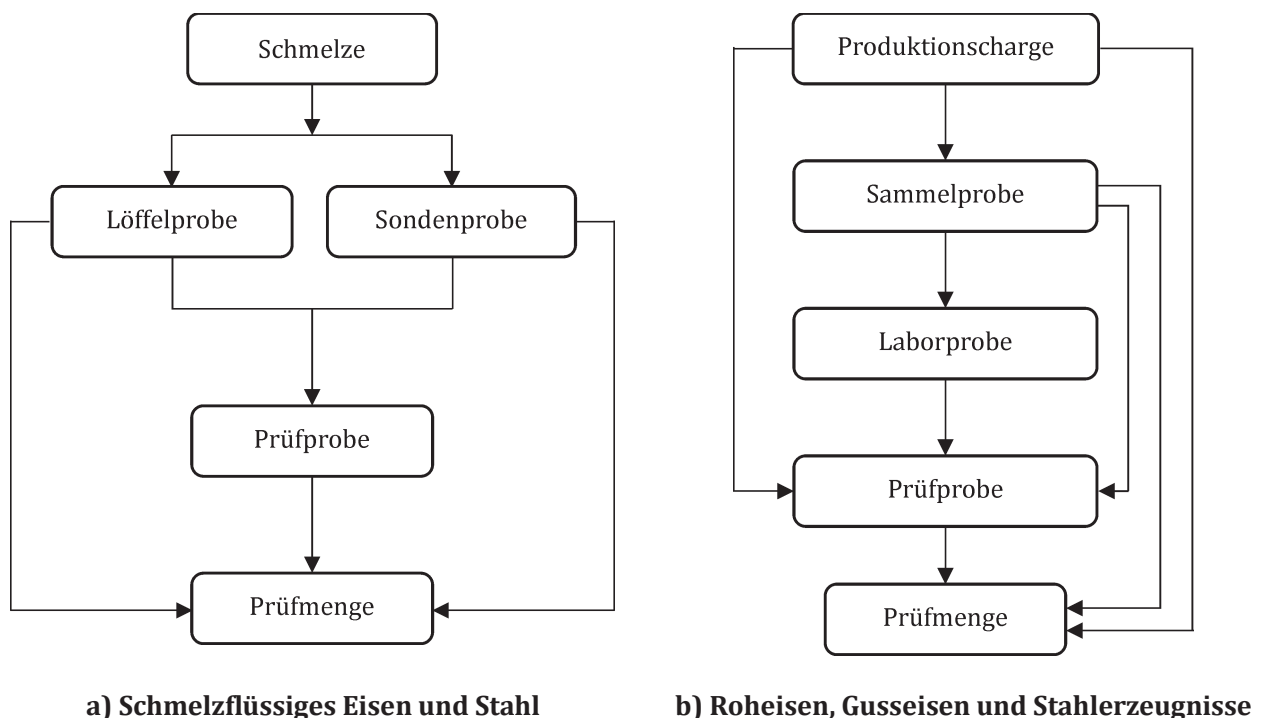


Bild 1 — Ablauf der Probennahme und Probenvorbereitung

4.2 Probe

4.2.1 Qualität

Die Probennahmeverfahren müssen so gestaltet sein, dass eine für die chemische Zusammensetzung der Schmelze oder der Sammelprobe repräsentative Probe entsteht.

Die Prüfprobe muss in Bezug auf die chemische Zusammensetzung ausreichend homogen sein, so dass Inhomogenität nicht nennenswert zur Unsicherheit der Ergebnisse der Analyse beiträgt. Bei einer aus einer Schmelze entnommenen Probe ist allerdings eine gewisse Variabilität in der Analyse sowohl innerhalb als auch zwischen den Prüfproben unvermeidlich; diese Variabilität ist ein fester Bestandteil der Genauigkeit der Analyse.

Die Prüfprobe muss frei von Oberflächenbeschichtungen, Feuchtigkeit, Schmutz oder anderen Formen der Verunreinigung sein.

Die Prüfprobe sollte möglichst frei von Hohlräumen, Rissen und Porosität sowie von Graten, Unebenheiten oder anderen Oberflächenfehlern sein.

Besondere Sorgfalt ist bei der Auswahl und Vorbereitung der Prüfprobe nötig, wenn zu erwarten ist, dass eine aus einer Schmelze entnommene Probe heterogen oder in irgendeiner Weise kontaminiert ist. Werden solche Unstimmigkeiten in den Proben festgestellt, müssen sie abgelehnt werden.

Eine aus einer Schmelze entnommene Probe muss so abgekühlt werden, dass ihre chemische Zusammensetzung und ihre metallurgische Mikrostruktur von Probe zu Probe gleich sind.

Die Analyse mit bestimmten physikalischen Verfahren kann durch die metallurgische Mikrostruktur der Probe beeinflusst werden, insbesondere bei Gusseisen (auch mit weißer Mikrostruktur) und Stählen im Guss- und Knetzustand.

4.2.2 Größe

Die Größe einer Laborprobe in Form eines festen Blocks muss so bemessen sein, dass zusätzliche Analysenproben für eine erneute Analyse möglich sind.

Die Analysenproben müssen eine ausreichende Masse aufweisen, um eine weitere Analyse zu ermöglichen. Im Allgemeinen reicht eine Masse von 100 g für eine Probe in Form von Spänen oder Pulver aus.

Die Form und die Größe der Proben werden bestimmt, um Folgendes sicherzustellen:

- ihre Homogenität;
- ihre Eignung als repräsentativ für die Zusammensetzung der Schmelze;
- eine Mikrostruktur, die an die Techniken der Analyse von festen Proben angepasst ist.

Bei Emissions- und Röntgenfluoreszenz-Spektralanalysen wird die Form und Größe der Probe durch die Maße der Probenkammer bestimmt.

4.2.3 Kennzeichnung

Eine Prüfprobe muss mit einer eindeutigen Kennzeichnung versehen werden, um die Schmelze, aus der sie entnommen wurde, und gegebenenfalls die Verarbeitungsbedingungen der Schmelze oder den Standort der Laborprobe oder der Prüfprobe in der Sammelprobe zurückverfolgen zu können.

Eine Prüfprobe Roheisen muss mit einer eindeutigen Kennzeichnung versehen werden, damit die Lieferung oder der Teil einer Lieferung und die Einzelprobe, aus der sie entnommen wurde, zurückverfolgt werden können.

Durch eine Etikettierung oder ein gleichwertiges Verfahren zur Kennzeichnung muss sichergestellt werden, dass die zugewiesene Kennzeichnung mit der Prüfprobe verknüpft bleibt.

Die Kennzeichnung, der Status und der Zustand der Probe müssen aufgezeichnet werden, um sicherzustellen, dass keine Verwechslungen hinsichtlich der Identität des Erzeugnisses, auf das sich die Analyse und die Aufzeichnungen beziehen, auftreten können.

4.2.4 Aufbewahrung der Proben

Es müssen geeignete Lagereinrichtungen vorgesehen werden, um die Prüfprobe zu trennen und zu schützen. Während und nach der Vorbereitung muss die Prüfprobe so aufbewahrt werden, dass eine Kontamination oder chemische Veränderung verhindert wird.

Es ist zulässig, die Laborprobe in Form eines festen Blocks aufzubewahren, so dass bei Bedarf eine Prüfprobe angefertigt werden kann.

Die Prüfprobe oder die Laborprobe in Form eines festen Blocks muss während eines ausreichenden Zeitraums im Labor für Kontrollen und/oder Nachprüfungen aufbewahrt werden.

4.2.5 Probennahmen für ein Schiedsverfahren

Bei Probennahmen, die für ein Schiedsverfahren bestimmt sind, müssen die Prüfproben vom Lieferanten und vom Käufer oder von ihren Vertretern gemeinsam vorbereitet werden. Die Verfahren zur Vorbereitung der Prüfproben müssen dabei dokumentiert werden.

Die Behältnisse mit den für das Schiedsverfahren bestimmten Prüfproben müssen von beiden Parteien oder von ihren jeweiligen Vertretern versiegelt werden. Sofern nicht anders vereinbart, müssen diese Behältnisse von den Vertretern jeder Partei aufbewahrt werden, die für die Vorbereitung der Probennahmen verantwortlich sind.

4.3 Probennahme

4.3.1 Probe aus einer Schmelze

Zur Überwachung und Kontrolle des Prozesses werden in verschiedenen Phasen des Herstellungsprozesses Proben aus der Schmelze entnommen. Während des Gießens der Schmelze dürfen Proben entnommen werden, um die chemische Zusammensetzung entsprechend der Spezifikation des Gießerzeugnisses zu überprüfen. Im Falle von Metallschmelze, das für die Herstellung eines Gussstücks bestimmt ist, kann die Prüfprobe aus Prüfstäben oder -blöcken ausgewählt werden, die speziell aus demselben Metall wie das Gussstück für die mechanische Prüfung entsprechend der Produktnorm gegossen wurden.

Die Probennahmeverfahren für Schmelzen müssen so ausgelegt sein, dass sie während eines bestimmten Herstellungsprozesses Proben in Übereinstimmung mit den Anforderungen an die Qualität der Probe liefern (siehe 4.2.1). Die aus einer Schmelze entnommene Probe hat üblicherweise die Form eines kleinen Barrens, eines zylindrischen oder rechteckigen Blocks, einer im Kokillenguss hergestellten Scheibe, von Stiften oder einer Kombination aus einer Scheibe mit einem oder mehreren daran befestigten Stiften; in einigen Fällen werden an einer Scheiben kleine Ansätze angebracht.

ANMERKUNG Probennahmesonden zur Verwendung mit schmelzflüssigem Eisen und Stahl können von verschiedenen Lieferanten bezogen werden. Die Hauptmerkmale der verschiedenen Proben sind in den Anhängen A und B aufgeführt.

4.3.2 Probe aus einem Erzeugnis

Die Laborprobe oder die Prüfprobe darf aus der Sammelprobe an der Stelle entnommen werden, die in der Produktspezifikation für die Auswahl des Materials für die mechanische Prüfung angegeben ist, sofern verfügbar.

Im Falle eines Eisengussstücks darf die Prüfprobe aus einem auf das Gussstück gegossenen Stab oder Block ausgewählt werden.

Im Falle eines Schmiedestücks darf die Prüfprobe aus dem ursprünglichen Ausgangsmaterial, aus dem das Schmiedestück hergestellt wurde, aus Verlängerungen des Schmiedestücks oder aus zusätzlichen Schmiedestücken ausgewählt werden.

Wenn keine Anforderungen in der Produktnorm oder in einer Spezifikation bei der Bestellung des Produkts angegeben sind, darf die Prüfprobe aus der Probe für die mechanische Prüfung oder aus dem Probestück oder direkt aus der Sammelprobe ausgewählt werden.

Die Laborprobe oder die Prüfprobe darf aus der Sammelprobe durch maschinelle Bearbeitung oder auf andere geeignete Weise gewonnen werden. Besondere Aspekte gelten für die Probennahme zur Bestimmung bestimmter Elemente.

4.4 Vorbereitung der Probe

4.4.1 Vorläufige Vorbereitung der Probe

Wenn ein Teil der Probe in seiner chemischen Zusammensetzung nicht repräsentativ sein könnte, z. B. aufgrund von Oxidation, darf nach einer Untersuchung zur Feststellung der Art und des Ausmaßes einer Änderung der Zusammensetzung vereinbart werden, die Teile, die sich verändert haben, aus der Probe zu entfernen. Nach diesem Vorgang muss die Probe geschützt werden, um eine Veränderung der Zusammensetzung zu verhindern.

Falls erforderlich, muss die Oberfläche des Metalls an der Bearbeitungsstelle mit geeigneten Mitteln vollständig freigelegt werden, um die bei der Herstellung aufgebrauchte Beschichtung zu entfernen. Die Metalloberfläche muss gegebenenfalls mit einem geeigneten Lösemittel entfettet werden. Es muss darauf geachtet werden, dass die Art der Entfettung zu keiner Beeinträchtigung der Genauigkeit der Analyse führt.

4.4.2 Prüfprobe in Form von Spänen

Die Prüfprobe muss aus Spänen von gleichmäßiger Größe und Form bestehen. Diese können durch Verfahren wie Bohren, Fräsen oder Drehen gewonnen werden. Die Späne dürfen nicht aus einem Teil der Probe gewonnen werden, der durch die Hitze eines Schneidwerkzeugs beeinträchtigt wurde.

Die bei der Vorbereitung der Probe verwendeten Werkzeuge, Maschinen und Behältnisse müssen zuvor gereinigt werden, um eine Kontamination der Prüfprobe zu verhindern.

Die Bearbeitung muss so erfolgen, dass die Späne nicht überhitzt werden, was durch eine Veränderung der Farbe (Blau- oder Schwarzfärbung) der Späne erkennbar ist. Die unvermeidliche Verfärbung von Spänen aus bestimmten legierten Stählen, z. B. Manganstählen und austenitischen Stählen, kann durch die Wahl geeigneter Werkzeuge und Schnittgeschwindigkeiten verringert werden.

Je nach Analyseverfahren darf eine Wärmebehandlung in einer geeigneten Atmosphäre oder Umgebung (um sicherzustellen, dass die chemische Zusammensetzung nicht verändert wird) durchgeführt werden, um die Probe für die Bearbeitung aufzuweichen, vorausgesetzt, das Erzeugnis wurde der gleichen Wärmebehandlung unterzogen. In einigen Fällen, z. B. bei der Bestimmung von Kohlenstoff oder Sauerstoff, ist eine Wärmebehandlung nicht zulässig.

Die Verwendung von Kühlmitteln während der Bearbeitung ist nur in Ausnahmefällen zulässig; danach müssen die Späne mit einem geeigneten Lösemittel gereinigt werden, das keine Ablagerungen hinterlässt.

Die Späne müssen vor dem Wiegen der Prüfmenge sorgfältig gemischt werden. Für die meisten Zwecke ist es ratsam, die Späne durch Rollen des Behältnisses auf einer ebenen Fläche und/oder durch leichtes Kippen des Behältnisses zu mischen.

4.4.3 Prüfprobe in Form von Bruchstücken

Ist das Anbohren der Probe zur Gewinnung von Spänen nicht praktikabel, so muss die Probe geschnitten oder in Stücke gebrochen werden. Diese Stücke müssen dann mit einem Schlagmörser oder einer Vibrationsmühle, auch Scheiben- oder Ringmühle genannt, zerkleinert werden, um eine Prüfprobe in Form von kleinen Bruchstücken zu erhalten, die in ihrer Gesamtheit durch ein Sieb mit einer festgelegten Maschenweite fallen.

Bei einigen Anwendungen zur Bestimmung des Kohlenstoffs mit einem thermischen Analysenverfahren wird die Probe in einem Schlagmörser zerkleinert, um eine Prüfprobe in Form von Bruchstücken mit einer Partikelgröße im Bereich von etwa 1 mm bis 2 mm zu erhalten.

Die zur Zerkleinerung benutzte Einrichtung muss aus einem Material hergestellt sein, das die Zusammensetzung der Probe nicht verändert. Es sind gegebenenfalls geeignete Prüfungen erforderlich, um nachzuweisen, dass die Verwendung einer solchen Einrichtung die Zusammensetzung der Probe in keiner Weise beeinflusst.

Die Zerkleinerung darf nicht für die Vorbereitung von Proben aus graphithaltigem Gusseisen verwendet werden.

Beim Siebvorgang müssen alle erforderlichen Vorkehrungen getroffen werden, um eine Kontamination oder den Verlust von Material zu vermeiden. Beim Sieben von hartem Material muss darauf geachtet werden, dass der Stoff des Siebes nicht beschädigt wird.

Vor dem Wiegen der Prüfmenge muss die Prüfprobe homogenisiert werden. Kleine Bruchstücke dürfen durch Umrühren homogenisiert werden.

VORSICHT — Fein zerteilte Metalle mit einer Partikelgröße von weniger als etwa 150 µm können ein Brandrisiko darstellen. Es muss sichergestellt werden, dass während der Zerkleinerung eine geeignete Lüftung vorhanden ist.

4.4.4 Prüfprobe in Form eines festen Blocks

4.4.4.1 Auswahl der Prüfprobe

Die Prüfprobe muss aus der Sammelprobe oder der Laborprobe durch Ausschneiden eines Stücks von für das Prüfverfahren geeigneter Größe und Form gewonnen werden. Die Proben müssen durch Sägen, Trennschleifen, Scheren oder Stanzen gewonnen werden.

Enthält die Produktnorm keine entsprechenden Vorgaben, so muss die Analyse mit einem physikalischen Verfahren an dem Teil der Probe durchgeführt werden, der einem Querschnitt des Produkts entspricht, sofern das Material eine ausreichende Dicke aufweist.

4.4.4.2 Oberflächenvorbereitung der Prüfprobe

Die Prüfprobe muss so vorbereitet werden, dass eine für das Analysenverfahren geeignete Oberfläche freigelegt wird. Die Vorbereitung einer Oberfläche für die Analyse darf nicht an einem Teil einer Probe erfolgen, der thermisch beeinträchtigt wurde. Die für die Probenvorbereitung genutzte Einrichtung muss so gestaltet sein, dass eine Überhitzung der Probe auf ein Mindestmaß reduziert wird; gegebenenfalls müssen Kühlsysteme vorhanden sein.

Für die Oberflächenvorbereitung werden hauptsächlich folgende Einrichtungen verwendet:

- a) Eine Fräsmaschine, die in der Lage ist, eine vorher gewählte Tiefe von Metall in einer wiederholbaren Weise abzutragen, zur Verwendung mit Proben, die sich innerhalb eines zum Fräsen geeigneten Härtebereichs befinden. Die Einrichtung muss bei Bedarf mit einer Probe verwendet werden können, die aus einer Schmelze entnommen wird und noch warm ist.
- b) Eine Schleifmaschine mit feststehendem, rotierendem oder höhenrichtbarem Kopf, die in der Lage ist, eine vorgewählte Tiefe des Metalls in wiederholbarer Weise abzutragen.
- c) Eine Flachbett-Schleifmaschine mit Schleifscheiben oder eine Maschine mit dauerhaften Schleifbändern, mit der die Oberfläche der Prüfprobe in verschiedenen Feinheitsgraden vorbereitet werden kann.
- d) Eine Maschine zum Strahlen mit Sand, Splitt oder Metallschrot, die bei speziellen Anwendungen zur Reinigung der Oberfläche der Prüfprobe eingesetzt werden kann.

Für die Vorbereitung von Proben aus ultrakohlenstoffarmem Stahl (ULC) wird eine Fräsmaschine empfohlen.

Nach der Vorbereitung muss die Oberfläche der Prüfprobe eben und frei von Unregelmäßigkeiten sein, die die Genauigkeit der Analyse beeinträchtigen könnten.

Das Schneiden und die Oberflächenvorbereitung dürfen entweder per Hand oder automatisch durchgeführt werden. Bei aus Schmelzen entnommenen Proben dürfen im Handel erhältliche Systeme verwendet werden, die jede Phase der Vorbereitung automatisch durchführen. Systeme zur automatischen Vorbereitung von Oberflächen von Sondenproben mit doppelter Dicke [siehe A.2.3 c)] und zum Stanzen von Stanzproben, die Prüfmengen bilden, dürfen Einrichtungen zum Sandstrahlen der Probe enthalten.

ANMERKUNG Um die Probe vor dem Stanzen weicher zu machen, kann eine Wärmebehandlung in einer geeigneten Atmosphäre oder Umgebung durchgeführt werden (um sicherzustellen, dass die chemische Zusammensetzung nicht verändert wird).

Die in der letzten Phase der Vorbereitung der Prüfprobe verwendeten Schleifmittel müssen so ausgewählt werden, dass eine Verunreinigung der Oberfläche mit Elementen, die bestimmt werden sollen, verhindert wird. Die Körnung des Schleifmittels muss dem für das Analysenverfahren erforderlichen Oberflächengütegrad entsprechen.

Bei den Emissions-Spektralanalysen ist üblicherweise ein Schleifmittel mit einer Körnung von 60 bis 120 geeignet. Bei Röntgenfluoreszenz-Spektralanalysen muss zwingend darauf geachtet werden, dass das gewählte Verfahren zur Oberflächenvorbereitung zu einer von Probe zu Probe wiederholbaren Oberflächenausführung führt. Außerdem sollte es nicht zu einem Verschmieren der Oberfläche kommen.

Die Wirkung der Schleifmittel hängt vom Analysenverfahren ab. Bei der Anwendung von Emissions-Spektralanalysen wird die Oberfläche der Prüfprobe üblicherweise durch Vorfunkeln gereinigt, wobei sich eventuelle Schleifverunreinigungen verflüchtigen. Bei der Verwendung einer neuen Schleifscheibe ist jedoch besondere Vorsicht geboten, um eine Verunreinigung der Oberfläche zu vermeiden.

Bei der Anwendung von Röntgenfluoreszenz-Spektralanalysen müssen alle Phasen der Oberflächenvorbereitung auf mögliche Oberflächenverunreinigungen untersucht werden.

Die Prüfprobe muss nach der Vorbereitung einer Sichtprüfung unterzogen werden, um festzustellen, ob die Oberfläche frei von Partikeln oder Unregelmäßigkeiten ist; bei Vorhandensein von Unregelmäßigkeiten muss die Probe erneut behandelt oder verworfen werden. Die Prüfprobe muss trocken sein, und es muss darauf geachtet werden, dass die vorbereitete Oberfläche vor Verunreinigungen geschützt wird.

4.4.5 Vorbereitung einer Prüfprobe durch Umschmelzen

Eine Probe in Form von kleinen Stücken oder Spänen oder ein Teil der Sammelprobe selbst darf in einer Argon-Atmosphäre mit im Handel erhältlichen Schmelzeinrichtungen umgeschmolzen werden. Die Probe wird in eine Scheibe umgeformt. Einige Arten von Umschmelzeinrichtungen verfügen über Möglichkeiten zum Schleudergießen der Scheibe.

ANMERKUNG Die Probe wird in eine Scheibe mit einem Durchmesser von üblicherweise 30 mm bis 40 mm und einer Dicke von 4 mm umgewandelt, die sich für die Analyse mit einem physikalischen Verfahren eignet.

Während des Umschmelzens kann es zu teilweisen Verlusten einiger Elemente kommen. Es muss zwingend sichergestellt werden, dass jede selektive Verflüchtigung oder Trennung von Elementen oder jegliche andere Veränderung der Zusammensetzung quantitativ bekannt ist und die Ergebnisse der Analyse nicht wesentlich beeinträchtigt. Es muss durch geeignete Prüfungen nachgewiesen werden, dass jede Änderung der Zusammensetzung sowohl von geringem Ausmaß als auch wiederholbar ist.

Die für das Umschmelzen verwendete Einrichtung und das angewendete Verfahren müssen so ausgelegt sein, dass eine Änderung der Zusammensetzung verhindert oder auf ein Minimum reduziert wird und dass jede Änderung wiederholbar ist. Beim Umschmelzen sollte ein Desoxidationsmittel, z. B. 0,1 % (Massenanteil) Zirkonium, verwendet werden.

Nicht alle Eisenmetalle lassen sich auf diese Weise umschmelzen.

Dieses Verfahren darf nicht zur Probenvorbereitung für die Bestimmung eines Elements verwendet werden, das beim Umschmelzen einer signifikanten und nicht wiederholbaren Änderung der Zusammensetzung unterliegt.

4.5 Sicherheitsvorkehrungen

4.5.1 Persönlicher Schutz

Es muss persönliche Schutzausrüstung bereitgestellt werden, um das Verletzungsrisiko bei der Probennahme und Probenvorbereitung zu minimieren. Zu den Vorkehrungen gehören Schutzkleidung, Handschutz und Gesichtsmasken, die gegen Spritzer resistent sind, die bei der Probennahme von schmelzflüssigem Metall verwendet werden, sowie gegebenenfalls Atemschutzausrüstung.

4.5.2 Maschinen

Die Verwendung von Maschinen für die Probennahme und die Probenvorbereitung muss den einschlägigen nationalen Normen oder den vom Hersteller festgelegten Verfahren entsprechen.

4.5.3 Gefährliche Materialien

Es wird vorausgesetzt, dass die Verfahren den geltenden gesetzlichen Anforderungen in Bezug auf die Verwendung von Lösungsmitteln zur Reinigung und Trocknung von Proben und Probennahmen entsprechen.

5 Eisenschmelze für die Stahlerzeugung und die Herstellung von Roheisen

5.1 Allgemeines

Die folgenden Verfahren gelten für die Probennahme von schmelzflüssigem Hochofeneisen, das zur Stahlerzeugung oder zum Gießen von Roheisen bestimmt ist. Die Probennahme des schmelzflüssigen Eisens erfolgt üblicherweise aus der Hochofenrinne während des Abgießens der Schmelze in Torpedopfannen, aus Übergabebehältern, während der Nachbehandlung in der Pfanne oder während des Abgießens der Schmelze in eine Blockkokille.

Die chemische Zusammensetzung von Gusseisen kann sich während des Auslaufens aus dem Hochofen ändern. Der Schmelze müssen in festgelegten Zeitabständen zwei oder mehr Proben entnommen und die durchschnittliche Zusammensetzung muss bestimmt werden.

Werden physikalische Analysenverfahren verwendet, so muss das Probennahmeverfahren so gestaltet sein, dass das schmelzflüssige Metall so abgekühlt wird, dass die metallurgische Struktur der Probe für die Anforderungen des gewählten Analysenverfahrens geeignet ist.

5.2 Probenentnahme mit dem Löffel

5.2.1 Verfahren

Zur Probennahme aus einer Schmelze wird ein vorgewärmter Stahllöffel oder ein Keramiklöffel in die Schmelze getaucht und mit schmelzflüssigem Eisen gefüllt. Der Löffel wird herausgezogen und die Schlacke durch Abschöpfen der Oberfläche des schmelzflüssigen Eisens im Löffel entfernt.

Zur Probennahme aus einem Gießstrahl wird ein vorgewärmter Stahllöffel oder ein Keramiklöffel von der Pfanne aus in den Gießstrahl eingeführt und mit schmelzflüssigem Eisen gefüllt.

Das schmelzflüssige Eisen wird unverzüglich aus dem Löffel in eine Metallform gegossen, damit das Eisen so schnell wie möglich abkühlt. Die Probe wird aus der Form entnommen und ein eventueller Vorsprung abgebrochen.

Das schmelzflüssige Eisen muss zwingend in eine kalte Form gegossen werden, um eine ausreichende Abkühlung sicherzustellen; gegebenenfalls sollte die Form vor der Verwendung luftgekühlt werden. Die Form muss frei von Feuchtigkeit sein.