

DIN EN ISO 15350

ICS 77.080.01

**Stahl und Eisen –
Bestimmung der Gesamtgehalte an Kohlenstoff und Schwefel –
Infrarotabsorptionsverfahren nach Verbrennung in einem
Induktionsofen (Standardverfahren) (ISO 15350:2000);
Deutsche Fassung EN ISO 15350:2010**

Steel and iron –

Determination of total carbon and sulfur content –

Infrared absorption method after combustion in an induction furnace (routine method)
(ISO 15350:2000);

German version EN ISO 15350:2010

Aciers et fontes –

Dosage du carbone et du soufre totaux –

Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction
(méthode pratique) (ISO 15350:2000);

Version allemande EN ISO 15350:2010

Gesamtumfang 31 Seiten

Normenausschuss Eisen und Stahl (FES) im DIN

Nationales Vorwort

Die Europäische Norm EN ISO 15350:2010 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“ als ISO 15350:2000 ausgearbeitet und vom Technischen Komitee ECISS/TC 102 „Chemische Analysen von Eisen und Stahl“ (Sekretariat: Schweden) des Europäischen Komitees für die Eisen- und Stahlnormung (ECISS) ohne Änderung übernommen.

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

Eine entsprechende DIN-Norm gab es bisher nicht.

Deutsche Fassung

**Stahl und Eisen —
Bestimmung der Gesamtgehalte an Kohlenstoff und Schwefel —
Infrarotabsorptionsverfahren nach Verbrennung in einem
Induktionsofen (Standardverfahren)
(ISO 15350:2000)**

Steel and iron —
Determination of total carbon and sulfur content —
Infrared absorption method after combustion in an induction
furnace (routine method)
(ISO 15350:2000)

Aciers et fontes —
Dosage du carbone et du soufre totaux —
Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion
dans un four à induction (méthode pratique)
(ISO 15350:2000)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 18. März 2010 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 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, 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: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	5
4 Reagenzien	5
5 Geräte	6
6 Prüfverfahren	6
7 Probenahme	7
8 Durchführung	8
9 Angabe der Ergebnisse	14
10 Prüfbericht	16
Anhang A (informativ) Beispiele für die graphische Darstellung der Analyse Prinzipien	17
Anhang B (informativ) Beispielsberechnung für eine Linearitätsüberprüfung	23
Anhang C (informativ) Zusätzliche Angaben zu den internationalen Ringversuchen	24
Anhang D (informativ) Graphische Darstellung der Präzisionsdaten	28

Vorwort

Der Text von ISO 15350:2000 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 15350:2010 durch das Technische Komitee ECISS/TC 102 „Chemische Analysen von Eisen und Stahl“ übernommen, dessen Sekretariat vom SIS gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2010, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2010 zurückgezogen werden.

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

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, 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, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 15350:2000 wurde vom CEN als EN ISO 15350:2010 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren mit Infrarotabsorption nach Verbrennung im Induktionsofen zur Bestimmung des gesamten Kohlenstoff- und Schwefelgehalts in Stahl und Eisen fest.

Das Verfahren ist anwendbar auf Kohlenstoff, der in Massenanteilen zwischen 0,005 % (m/m) und 4,3 % (m/m) vorliegt sowie auf Schwefel, der in Massenanteilen zwischen 0,000 5 % (m/m) und 0,33 % (m/m) vorliegt.

Es ist vorgesehen, dass dieses Verfahren im Rahmen der üblichen Produktionsabläufe angewendet wird und dass es allen allgemein üblichen Laborpraktiken entspricht, die von anerkannten Laborakkreditierungsinstitutionen erwartet werden. Bei diesem Verfahren werden handelsüblich verfügbare Geräte sowie eine Kalibrierung und eine Verifizierung der Kalibrierung mit Hilfe zertifizierter Referenzmaterialien für Stahl und Eisen angewendet, und die Durchführung des Verfahrens wird unter Anwendung der üblichen Praktiken zur statistische Prozesskontrolle (SPC) überprüft.

Das Verfahren kann im Einelementmodus oder im Simultanmodus angewendet werden, d. h. Kohlenstoff oder Schwefel können unabhängig voneinander oder gleichzeitig bestimmt werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Unterlagen enthalten Bedingungen, die durch Bezugnahme im nachfolgenden Text auch für diese Internationale Norm gültig sind. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nicht dazu. Die sich auf diese Internationale Norm stützenden Parteien werden jedoch ermutigt, die Möglichkeit zur Anwendung der neuesten Ausgaben der nachstehend aufgeführten normativen Unterlagen zu prüfen. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen normativen Unterlagen. Die Mitglieder des IEC und der ISO besitzen Listen der gültigen Internationalen Normen.

ISO 437:1982, *Steel and cast iron — Determination of total carbon content — Combustion gravimetric method*

ISO 4934:1980, *Steel and cast iron — Determination of sulfur content — Gravimetric method*

ISO 4935:1989, *Steel and iron — Determination of sulfur content — Infrared absorption method after combustion in an induction furnace*

ISO 5725-1:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definition*

ISO 5725-2:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*

ISO 5725-3:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method*

ISO 9556:1989, *Steel and Iron — Determination of total carbon content — Infrared absorption method after combustion in an induction furnace*

ISO 10701:1994, *Steel and iron — Determination of sulphur content — Methylene blue spectrophotometric method*

ISO 13902:1997, *Steel and iron — Determination of high sulphur content — Infrared absorption method after combustion in an induction furnace*

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

3 Kurzbeschreibung

3.1 Kohlenstoff

Umwandlung von Kohlenstoff in Kohlenstoffmonoxid und/oder Kohlenstoffdioxid durch Verbrennung in einem Sauerstoffstrom. Messung des vom Sauerstoffstrom transportierten Kohlenstoffmonoxids und Kohlenstoffdioxids durch Infrarotabsorption.

3.2 Schwefel

Umwandlung von Schwefel in Schwefeldioxid durch Verbrennung in einem Sauerstoffstrom. Messung des vom Sauerstoffstrom transportierten Schwefeldioxids durch Infrarotabsorption.

4 Reagenzien

4.1 Aceton, der Rückstand nach dem Verdampfen muss einen Massenanteil von weniger als 0,000 5 % haben.

4.2 Cyclohexan, der Rückstand nach dem Verdampfen muss einen Massenanteil von weniger als 0,000 5 % haben.

4.3 Inerte keramische Masse, bestehend aus Attapulgit-Ton, der mit Natriumhydroxid getränkt ist, eine Korngröße von 0,7 mm bis 1,2 mm, zur Absorption von Kohlenstoffdioxid.

4.4 Reines Eisen, verwendet als Beschleuniger, Korngröße 0,4 mm bis 0,8 mm, mit bekannten, niedrigen Kohlenstoff- und Schwefelgehalten, die jeweils Massenanteile von weniger als 0,001 0 % entsprechen.

4.5 Magnesiumperchlorat, analysenrein, Korngröße 0,7 mm bis 1,2 mm, zur Absorption von Feuchtigkeit.

4.6 Sauerstoff, extrem rein (Massenanteil mindestens 99,5 %).

Falls im Sauerstoff organische Verunreinigungen vermutet werden, muss vor den Einrichtungen zur Absorption von Kohlenstoffdioxid und Wasser ein Röhrchen mit einem Oxidationskatalysator [Kupfer(II)-oxid oder Platin] eingebaut werden, das auf eine Temperatur über 600 °C erhitzt wurde.

4.7 Platin oder platinisiertes Siliciumdioxid, zur Umwandlung von Kohlenstoffmonoxid in Kohlenstoffdioxid auf 350 °C erwärmt.

4.8 Beschleuniger, für die Kohlenstoffbestimmung Kupfer, ein Gemisch aus Wolfram-Zinn oder Wolfram und für die Schwefelbestimmung Wolfram, Korngröße 0,4 mm bis 0,8 mm, mit bekannten, niedrigen Kohlenstoff- bzw. Schwefelgehalten, die Massenanteilen von weniger als 0,001 % bzw. 0,000 5 % entsprechen.

4.9 Baumwollzellulose-Filter, zum Sammeln von Schwefeltrioxid.

4.10 Zertifizierte Referenzmaterialien (CRM) für Stahl oder Eisen, alle für die Kalibrierung und zur Verifizierung der Kalibrierung verwendeten Referenzmaterialien müssen von international anerkannten Institutionen zertifiziert sein und durch geeignete Durchführung eines nationalen oder internationalen Ringversuchsprogramms oder mehrerer nationaler oder internationaler Ringversuchsprogramme validiert werden. Zu bevorzugen sind Materialien, die nach Schiedsverfahren zertifiziert wurden, z. B. nach ISO 437 und ISO 9556 für Kohlenstoff sowie nach ISO 4934, ISO 4935, ISO 10701 und ISO 13902 für Schwefel und die im Gegensatz zu Materialien auf Basis anderer zertifizierter Referenzmaterialien auf SI-Einheiten rückführbar sind.

4.11 Referenzmaterialien (RM) für Stahl oder Eisen, wobei die für die statistische Prozesskontrolle des Verfahrens angewendeten Materialien nicht zertifiziert zu sein brauchen, wenn geeignete Homogenitätsdaten verfügbar sind, die entweder von der Zertifizierungsinstitution oder von dem die RM anwendenden Prüflaboratorium erfragt werden können, um die Validität der ermittelten Kontrolldaten sicherzustellen.

5 Geräte

Es müssen übliche Laborgeräte sowie die folgenden Geräte verwendet werden.

5.1 Gerät für die Infrarot-Analyse zur Bestimmung von Kohlenstoff (C) oder Schwefel (S), das aus einer Quelle für Infrarot, einer Messkammer und einer Referenzkammer sowie einem Infrarot-Detektor besteht.

5.2 Keramiktiegel entsprechend den Festlegungen des Herstellers des verwendeten Geräts, der für eine Verbrennung in einem Induktionsofen ohne Bildung kohlenstoff- und schwefelhaltiger Verbindungen geeignet ist, so dass es möglich ist, Blindwerte innerhalb der festgelegten Grenzwerte zu erreichen und beizubehalten.

ANMERKUNG Verunreinigungen durch Kohlenstoff und Schwefel können im Allgemeinen beseitigt werden, indem die Tiegel in einem Elektroofen in Luft mindestens 40 min bei 1 000 °C oder mindestens 15 min bei 1 350 °C geglüht werden. Nach der Behandlung sind sie aus dem Ofen zu entnehmen, 2 min bis 3 min auf einer geeigneten, sauberen, wärmebeständigen Schale abkühlen zu lassen und dann in einem Exsikkator aufzubewahren.

5.3 Tiegelzangen, zur Handhabung der verwendeten Tiegel (5.2).

6 Prüfverfahren

Das Prüfverfahren ist für handelsübliche Analysatoren entwickelt, in denen alle Arbeitsschritte automatisch ablaufen und die mit Stahl- und Eisenmaterialien mit bekannten Kohlenstoff- und Schwefelgehalten kalibriert sind.

Die verwendeten Analysatoren sind zufrieden stellend, wenn sie den in Abschnitt 8 aufgeführten Kriterien entsprechen.

6.1 Infrarotabsorption von Kohlenstoff — Verfahren A

Die Menge des vorhandenen Kohlenstoffdioxids wird gemessen, indem die Absorption der Infrarotstrahlung gemessen wird. Kohlenstoffdioxid (CO₂) absorbiert Infrarotstrahlung (IR-Strahlung) einer spezifischen Wellenlänge innerhalb des Infrarotspektrums. Die Absorption von Strahlungsenergie dieser Wellenlänge durch das gasförmige Kohlenstoffdioxid erfolgt, wenn IR-Strahlung eine Infrarot-Zelle passiert. Mit Hilfe eines Interferenzfilters zur Selektion der exakten Wellenlänge wird verhindert, dass die übrige Infrarotenergie den Detektor erreicht. Dadurch kann die absorbierte Infrarotenergie eindeutig dem CO₂ zugeordnet werden, dessen Konzentration aus der Energieänderung am Detektor zu bestimmen ist. Bei diesem Verfahren wird eine IR-Zelle mit nur einer Kammer verwendet, die gleichzeitig als Referenz- und als Messkammer dient. Der gesamte Kohlenstoffgehalt in Form von CO₂ wird über eine vorprogrammierte Dauer überwacht und gemessen. Siehe Bild A.1.

6.2 Infrarotabsorption von Kohlenstoff — Verfahren B

Bei Verbrennung der Probe wird der CO₂-Strom zusammen mit dem als Trägergas dienenden Sauerstoff durch die Messkammer (siehe 5.1) geleitet, während durch eine separate Referenzkammer lediglich Sauerstoff strömt. Durch beide Kammern wird Strahlungsenergie von der IR-Quelle so durchgeschickt, dass sie gleichzeitig an der Membran (der Kondensatorplatte) eintrifft. Der durch die Messkammer geleitete Teil der IR-Energie wird von dem dort vorhandenen CO₂ absorbiert, während die durch die Referenzkammer geleitete IR-Energie nicht absorbiert wird. Daraus ergibt sich ein Ungleichgewicht beim Auftreffen der IR-Energie auf der Membran, wodurch die Membran verzerrt wird. Diese Verzerrung verändert den kapazitiven Blindwiderstand, und daraus resultiert eine Änderung des elektrischen Signals, das für die Messung des Kohlenstoffdioxids (CO₂) verstärkt wird. Der gesamte Kohlenstoffgehalt in Form von CO₂ wird über eine vorprogrammierte Dauer überwacht und gemessen. Siehe Bild A.2.

6.3 Infrarotabsorption für Kohlenstoff — Verfahren C, geschlossenes System

Die Verbrennung erfolgt in einem geschlossenen System, wobei CO und CO₂ in nur einer IR-Zelle nachgewiesen werden. Jedes Gas wird mit Hilfe eines Festkörperenergie-detektors gemessen. Um die jeweilige IR-Wellenlänge zum entsprechenden Detektor durchzulassen, werden Interferenzfilter angewendet. Wenn weder CO noch CO₂ vorhanden sind, empfängt jeder Detektor ein Energiemaximum. Weil die bei der Verbrennung gebildeten Gase CO und CO₂ die Eigenschaft haben, IR-Strahlung zu absorbieren, entsteht beim Durchgang der IR-Strahlung durch die Kammer ein Energieverlust; daraus resultiert ein Verlust des Signals, der in dem geschlossenen System den Konzentrationen des jeweiligen Gases proportional ist. Der gesamte Kohlenstoffgehalt in Form von CO₂ und CO wird über eine vorprogrammierte Dauer überwacht und gemessen. Siehe Bild A.3.

6.4 Infrarotabsorption für Schwefel — Verfahren A

Schwefeldioxid (SO₂) absorbiert Infrarotstrahlung (IR-Strahlung) einer spezifischen Wellenlänge innerhalb des Infrarotspektrums. Die Absorption von Strahlungsenergie dieser Wellenlänge durch das gasförmige Schwefeldioxid erfolgt, wenn IR-Strahlung eine Infrarot-Zelle passiert. Mit Hilfe eines Interferenzfilters zur Selektion der exakten Wellenlänge wird verhindert, dass die übrige Infrarotenergie den Detektor erreicht. Dadurch kann die absorbierte Infrarotenergie eindeutig dem SO₂ zugeordnet werden, dessen Konzentration aus der Energieänderung am Detektor zu bestimmen ist. Bei diesem Verfahren wird eine IR-Zelle mit nur einer Kammer verwendet, die gleichzeitig als Referenz- und als Messkammer dient. Der gesamte Schwefelgehalt in Form von SO₂ wird über eine vorprogrammierte Dauer überwacht und gemessen. Siehe Bild A.4.

6.5 Infrarotabsorption für Schwefel — Verfahren B

Bei Verbrennung der Probe wird der SO₂-Strom zusammen mit dem als Trägergas dienenden Sauerstoff durch die Messkammer (siehe 5.1) geleitet, während durch eine separate Referenzkammer lediglich Sauerstoff strömt. Durch beide Kammern wird Strahlungsenergie von der IR-Quelle so durchgeschickt, dass sie gleichzeitig an der Membran (der Kondensatorplatte) eintrifft. Der durch die Messkammer geleitete Teil der IR-Energie wird von dem dort vorhandenen SO₂ absorbiert, während die durch die Referenzkammer geleitete IR-Energie nicht absorbiert wird. Daraus ergibt sich ein Ungleichgewicht beim Auftreffen der IR-Energie auf der Membran, wodurch die Membran verzerrt wird. Diese Verzerrung verändert den kapazitiven Blindwiderstand, und daraus resultiert eine Änderung des elektrischen Signals, das für die Messung des Schwefeldioxids (SO₂) verstärkt wird. Der gesamte Schwefelgehalt in Form von SO₂ wird über eine vorprogrammierte Dauer überwacht und gemessen. Siehe Bild A.5.

6.6 Infrarotabsorption für Schwefel — Verfahren C, geschlossene Schleife

Die Verbrennung erfolgt in einem geschlossenen System, wobei SO₂ in nur einer IR-Zelle nachgewiesen wird. Das SO₂ wird mit Hilfe eines Festkörperenergie-detektors gemessen, und um die jeweilige IR-Wellenlänge zum Detektor durchzulassen, werden Interferenzfilter angewendet. Weil das bei der Verbrennung gebildete Gas SO₂ die Eigenschaft hat, IR-Strahlung zu absorbieren, entsteht beim Durchgang der IR-Strahlung durch die Kammer ein Energieverlust; daraus resultiert ein Verlust des Signals, der in dem geschlossenen System den Konzentration des Gases proportional ist. Der gesamte Schwefelgehalt in Form von SO₂ wird über eine vorprogrammierte Dauer überwacht und gemessen. Siehe Bild A.6.

7 Probenahme

Die Probenahme ist nach ISO 14284 oder nach zutreffenden nationalen Normen für Eisen und Stahl durchzuführen.

8 Durchführung

WARNUNG — Die Risiken im Zusammenhang mit einer Verbrennungsanalyse bestehen hauptsächlich darin, dass Verbrennungen beim Vorglühen der Keramiktiegel und durch die Schmelzen möglich sind. Es müssen stets Tiegelzangen sowie geeignete Behälter für die benutzten Tiegel angewendet werden. Für den Umgang mit Sauerstoffflaschen gelten die üblichen Vorsichtsmaßnahmen. Der bei der Verbrennung anfallende Sauerstoff muss aus der Prüfeinrichtung effektiv entfernt werden, weil eine hohe Sauerstoffkonzentration in einem geschlossenen Raum eine Brandgefahr darstellen kann.

8.1 Vorbereitung der Prüfeinrichtung

Die Apparatur ist nach den Anweisungen des Herstellers zu montieren und für den Betrieb vorzubereiten. Der Ofen und das Gerät für die Analyse sind zu überprüfen um sicherzustellen, dass keine undichten Stellen vorhanden sind. Bevor eine Kalibrierung des Systems oder eine Blindwertbestimmung vorgenommen wird, sind zur Stabilisierung der Prüfeinrichtung unter Anwendung einer Probe mit messbaren Kohlenstoff- und Schwefelkonzentrationen und unter Anwendung des Beschleunigers nach 8.3 mindestens fünf Bestimmungen durchzuführen.

8.2 Prüfmenge

8.2.1 Die Probe muss eine einheitliche Teilchengröße haben, die jedoch 0,4 mm nicht unterschreitet. Die Probe darf kein Öl, kein Fett und keine anderen Verunreinigungen enthalten, besonders keine Verunreinigungen, die den Kohlenstoff- und Schwefelgehalt der Probe erhöhen können. Für die Kalibrierung und für die Analyse müssen Prüfmengen mit gleicher Größe nach den Anweisungen des Herstellers entnommen werden.

Verunreinigte Proben und Proben, die Kohlenstoff in Massenanteilen von weniger als 0,02 % enthalten, sind in Aceton, Cyclohexan oder einem anderen geeigneten Lösemittel zu waschen und bei 70 °C bis 100 °C zu trocknen.

Eine geeignete Menge der Analysenprobe, die von den Parametern des Induktionsofens und vom Analytgehalt abhängt, möglichst nahe bei 1 mg, ist zu wägen.

8.2.2 Das Prüflaboratorium sollte sicherstellen, dass die Proben nicht mit kohlenstoff- und schwefelhaltigen Materialien verunreinigt sind. In dieser Internationalen Norm werden keine spezifischen Verfahren zur Vorbereitung der Proben behandelt. Zum Nachweis möglicher Verunreinigungen wird den Prüflaboratorien empfohlen, von Zeit zu Zeit kontrollierte Mehrfachbestimmungen an Prüfmengen mit unterschiedlichen Konzentrationen durchzuführen, die zum einen Fertigproben (für die Analyse vorbereiteten Proben) entnommen werden und die zum anderen Fertigproben, die zusätzlich mit Lösemittel gereinigt wurden, entnommen werden. Falls statistisch signifikante Unterschiede zwischen den Prüfmengen aus den Fertigproben und den Prüfmengen aus den zusätzlich mit Lösemittel gereinigten Fertigproben auftreten, sollten die Probenvorbereitungsverfahren überprüft und erforderlichenfalls überarbeitet werden.

8.3 Kalibrierung

8.3.1 Kohlenstoff

8.3.1.1 Festlegung der Kalibrierbereiche und Auswahl der zertifizierten Referenzmaterialien (CRMs)

Der im Laboratorium nach diesem Verfahren zu analysierende Gesamtbereich für die Kohlenstoffgehalte ist festzulegen und dann nach Tabelle 1 zu unterteilen.