

DIN EN 15063-1

ICS 77.040.20; 77.120.30

Einsprüche bis 2013-12-25
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 15063-1:2007-01**Entwurf**

**Kupfer und Kupferlegierungen –
Bestimmung von Hauptbestandteilen und Verunreinigungen durch
wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) –
Teil 1: Anleitungen für das Routineverfahren;
Deutsche Fassung prEN 15063-1:2013**

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 prEN 15063-1:2013

Cuivre et alliages de cuivre –

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

Partie 1: Lignes directrices pour la méthode de routine;

Version allemande prEN 15063-1:2013

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2013-10-25 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an fnne@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE) im DIN, 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 25 Seiten

Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE) im DIN

Nationales Vorwort

Dieser Europäische Norm-Entwurf (prEN 15063-1:2013) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 133 „Kupfer und Kupferlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN (Deutschland) gehalten wird.

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

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.

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

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

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

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: CEN-Umfrage
Dokument-Sprache: D

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 von 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 aus einer Präzisionsprüfung	22
Literaturhinweise	23

Vorwort

Dieses Dokument (prEN 15063-1:2013) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 133 „Kupfer und Kupferlegierungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 15063-1:2006 ersetzen.

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

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

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

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

Im Vergleich mit 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.

Einleitung

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

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

1 Anwendungsbereich

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

2 Kurzbeschreibung

Eine angemessen gereinigte 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 unbekannten Probe mit Kalibrierkurven, die mit Hilfe von Referenzmaterialien mit bekannten Konzentrationen bestimmt werden.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Referenzmaterial

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 Rückverfolgbarkeit 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 der Proben sollte sorgfältig geprüft werden.

3.7

Kalibrierung

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

3.8

Rekalibrierung

Anpassung des Instrumentensignals an das der Kalibrierung

Anmerkung 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 Verhältnisse zwischen Intensitäten unbekannter Proben und 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 einer festgelegten statistischen Sicherheit unterschieden werden kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Anhang A.

3.13

untere Nachweisgrenze

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Anhang A.

3.14

Bestimmungsgrenze

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

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Anhang A.