

DIN EN ISO 14284



ICS 77.080.01

Entwurf

Einsprüche bis 2022-02-10
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 14284:2003-02

**Eisen und Stahl –
Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Bestimmung der
chemischen Zusammensetzung (ISO/DIS 14284:2021);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 14284:2021**

Steel and iron –

Sampling and preparation of samples for the determination of chemical composition
(ISO/DIS 14284:2021);

German and English version prEN ISO 14284:2021

Fontes et aciers –

Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition
chimique (ISO/DIS 14284:2021);

Version allemande et anglaise prEN ISO 14284:2021

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2021-12-10 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe 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 fes@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES), 40042 Düsseldorf, Postfach 10 51 45 oder Sohnstr. 65, 40237 Düsseldorf.

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 107 Seiten

DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 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 „Chemische 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 „Analysenverfahren“ des DIN-Normenausschusses Eisen und Stahl (FES).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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) Die Bilder wurden geändert und neue Bilder wurden hinzugefügt,
- b) einige Definitionen wurden geändert und einige Definitionen wurden in Abschnitt 3 hinzugefügt;
- c) einige Begriffe wurden geändert;
- d) einige Absätze und Sätze wurden geändert;
- e) es wurden einige neue Absätze und Sätze hinzugefügt;
- f) es wurden einige neue Probennahmensonden hinzugefügt;
- g) die Einheiten wurden auf SI-Einheiten umgestellt.

<i>Titel de:</i>	Eisen und Stahl-Entnahme und Vorbereitung von Proben für die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung (ISO/DIS 14284:2021)
<i>Titel en:</i>	Steel and iron — Sampling and preparation of samples for the determination of chemical composition (ISO/DIS 14284:2021)
<i>Titel fr:</i>	Fontes et aciers — Prélèvement et préparation des échantillons pour la détermination de la composition chimique (ISO/DIS 14284:2021)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	5
Vorwort	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Anforderungen an die Probennahme und Probenvorbereitung	10
4.1 Allgemeines	10
4.2 Probe	10
4.2.1 Qualität	10
4.2.2 Größe	11
4.2.3 Kennzeichnung	11
4.2.4 Aufbewahrung der Proben	12
4.2.5 Probennahmen für ein Schiedsverfahren	12
4.3 Probennahme	12
4.3.1 Probe aus einer Schmelze	12
4.3.2 Probe aus einem Erzeugnis	12
4.4 Vorbereitung der Probe	13
4.4.1 Vorläufige Vorbereitung der Probe	13
4.4.2 Prüfprobe in Form von Spänen	13
4.4.3 Prüfprobe in Form von Bruchstücken	13
4.4.4 Prüfprobe in Form eines festen Blocks	14
4.4.5 Vorbereitung einer Prüfprobe durch Umschmelzen	15
4.5 Sicherheitsvorkehrungen	16
4.5.1 Persönlicher Schutz	16
4.5.2 Maschinen	16
4.5.3 Gefährliche Materialien	16
5 Eisenschmelze für die Stahlerzeugung und die Herstellung von Roheisen	16
5.1 Allgemeines	16
5.2 Probenentnahme mit dem Löffel	17
5.2.1 Verfahren	17
5.2.2 Instandhaltung der Ausrüstung	18
5.3 Probenentnahme mit Sonden	18
5.3.1 Allgemeines	18
5.3.2 Verfahren	19
5.4 Vorbereitung einer Prüfprobe	19
5.4.1 Vorbereitung	19
5.4.2 Entnahme der Prüfprobe mit einem chemischen Verfahren	19
5.4.3 Entnahme der Prüfprobe mit einem thermischen Verfahren	19
5.4.4 Entnahme der Prüfprobe mit einem physikalischen Verfahren	19
6 Eisenschmelze für die Herstellung von Gusseisen	20
6.1 Allgemeines	20
6.2 Probenentnahme mit dem Löffel	20
6.2.1 Allgemeines	20
6.2.2 Verfahren	21
6.2.3 Gekühlte Probe	21

6.2.4	Nicht gekühlte Probe.....	22
6.2.5	Instandhaltung der Ausrüstung.....	22
6.3	Probenentnahme mit Sonden.....	22
6.4	Vorbereitung einer Prüfprobe.....	22
6.4.1	Vorbereitung.....	22
6.4.2	Prüfprobe für chemische Verfahren.....	22
6.4.3	Prüfprobe für thermische Verfahren.....	23
6.4.4	Prüfprobe für physikalische Verfahren.....	23
6.5	Probennahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung des Sauerstoff- und Stickstoffgehalts.....	24
6.5.1	Allgemeines.....	24
6.5.2	Verfahren.....	24
6.5.3	Vorbereitung der Prüfmenge.....	24
7	Stahlschmelze für die Stahlherstellung.....	24
7.1	Allgemeines.....	24
7.2	Probenentnahme mit dem Löffel.....	25
7.2.1	Verfahren.....	25
7.2.2	Instandhaltung der Ausrüstung.....	25
7.3	Probenentnahme mit Sonden.....	25
7.3.1	Allgemeines.....	25
7.3.2	Verfahren.....	26
7.4	Vorbereitung einer Prüfprobe.....	26
7.4.1	Vorbereitung.....	26
7.4.2	Prüfprobe für chemische Verfahren.....	26
7.4.3	Prüfprobe für thermische Verfahren.....	27
7.4.4	Prüfprobe für physikalische Verfahren.....	27
7.5	Probennahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung des Stickstoff- und Sauerstoffgehalts.....	28
7.5.1	Probennahmeverfahren.....	28
7.5.2	Vorbereitung der Prüfmenge.....	28
7.6	Probennahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung des Wasserstoffgehalts.....	28
7.6.1	Allgemeines.....	28
7.6.2	Probennahmeverfahren.....	29
7.6.3	Vorbereitung der Prüfmenge.....	29
8	Roheisen.....	30
8.1	Allgemeines.....	30
8.2	Probennahme mit Einzelprobe.....	30
8.2.1	Anzahl der Einzelproben.....	30
8.2.2	Verfahren.....	30
8.2.3	Lieferung von gemischtem Roheisen.....	31
8.3	Vorbereitung einer Prüfprobe.....	31
8.3.1	Allgemeines.....	31
8.3.2	Prüfprobe für chemische Verfahren.....	32
8.3.3	Prüfprobe für thermische Verfahren.....	32
8.3.4	Prüfprobe für physikalische Verfahren.....	33
9	Gusseisenerzeugnisse.....	33
9.1	Allgemeines.....	33
9.2	Probennahme und Probenvorbereitung.....	33
9.2.1	Allgemeines.....	33
9.2.2	Prüfprobe für chemische Verfahren.....	34
9.2.3	Probe in Form eines festen Blocks zur Analyse durch thermische Analysenverfahren.....	35
9.2.4	Prüfprobe für physikalische Verfahren.....	35
10	Stahlerzeugnisse.....	36

10.1	Allgemeines	36
10.2	Auswahl einer Laborprobe oder einer Prüfprobe aus einem Gießereierzeugnis.....	36
10.3	Auswahl einer Laborprobe oder einer Prüfprobe aus einem Walzerzeugnis.....	36
10.3.1	Allgemeines	36
10.3.2	Abschnitte.....	36
10.3.3	Platten oder Brammen	37
10.3.4	Leichte Profile, Stangen, Stäbe, Bleche, Bänder und Drähte.....	37
10.3.5	Rohre und Leitungen.....	38
10.4	Vorbereitung einer Prüfprobe.....	39
10.4.1	Allgemeines	39
10.4.2	Prüfprobe in Form von Spänen	39
10.4.3	Prüfprobe in Form eines festen Blocks	39
10.5	Probennahme von bleihaltigem Stahl.....	40
10.6	Probennahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung des Sauerstoffgehalts.....	40
10.6.1	Allgemeines	40
10.6.2	Probennahmeverfahren.....	40
10.6.3	Vorbereitung einer Prüfmenge	41
10.7	Probennahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung des Wasserstoffgehalts.....	41
10.7.1	Allgemeines	41
10.7.2	Probennahmeverfahren.....	42
10.7.3	Vorbereitung einer Prüfmenge	42
Anhang A (informativ) Probennahmesonden zur Verwendung mit Eisenschmelze und Stahl		43
A.1	Allgemeines	43
A.2	Tauchsonden	43
A.3	Gießstrahlsonden	48
A.4	Saugsonden	48
A.5	Desoxidationssysteme für Probennahmesonden.....	48
A.6	Probenqualität.....	49
Anhang B (informativ) Probennahmesonden zur Verwendung mit Stahlschmelze für die Bestimmung des Wasserstoffgehalts		52
B.1	Allgemeines	52
B.2	Tauchsonden	52
B.3	Saugsonden.....	53
Literaturhinweise.....		55

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 14284:2021) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“ erarbeitet.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 14284:2021 wurde von CEN als prEN ISO 14284:2021 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*, erarbeitet.

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

- Die Bilder wurden geändert und neue Bilder wurden hinzugefügt.
- Einige Definitionen wurden geändert und einige Definitionen wurden in Abschnitt 3 hinzugefügt.
- Einige Begriffe wurden geändert.
- Einige Absätze und Sätze wurden geändert.
- Es wurden einige neue Absätze und Sätze hinzugefügt.
- Es wurden einige neue Probennahmensonden hinzugefügt.
- Die Einheiten wurden auf SI umgestellt.

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

Das folgende Dokument wird im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

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 Probe chemischen Reaktionen ausgesetzt wird

3.2

physikalisches Analysenverfahren

Verfahren zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung, bei dem die Zusammensetzung bestimmt wird, ohne dass die Probe chemischen Reaktionen 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

flüssiges Metall, von dem eine Probe entnommen wird

3.5

Probenentnahme mit dem Löffel

Verfahren, bei dem die Probe aus der *Schmelze* (3.4) oder während des Gießens der Schmelze mit einem langstieligen Löffel entnommen und in eine kleine Kokille gegossen wird

3.6

Löffelprobe

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

3.7

Probenentnahme mit Sonden

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

3.8

Probenentnahme mit Tauchsonden

Verfahren der *Probenentnahme mit einer Sonde* (3.6), bei dem die Sonde in die *Schmelze* (3.3) 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* (3.7), bei dem die Sonde in die *Schmelze* (3.4) getaucht wird, wobei die Probenkammer durch Ansaugen gefüllt wird

3.10

Probenentnahme aus dem Gießstrahl

Verfahren der *Probenentnahme mit einer Sonde* (3.7), 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 der *Probenentnahme mit Sonden* (3.7) gewonnen wurde

3.12

Gießereierzeugnis

Erzeugnis aus Eisen oder Stahl, das nicht umgeformt wurde, z. B. Block, stranggegossenes Halbzeug, Formstück

3.13

Kneterzeugnis

allgemeiner Begriff für Erzeugnisse, die durch Warm- und/oder Kaltumformen hergestellt werden, wie z. B. Strangpressen, Schmieden, Warmwalzen, Kaltwalzen oder Ziehen, entweder durch eines oder durch mehrere dieser Herstellverfahren.

BEISPIEL Kneterzeugnisse sind z. B. Stangen, Drähte, Rohre, Profile, Bleche, Bänder, Schmiedestücke

3.14

Sammelprobe

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

3.15

Laborprobe

Probe, die so aufbereitet wird, dass sie zur Entnahme einer oder mehrerer *Prüfproben* (3.16) an das Labor geschickt werden kann

3.16

Prüfprobe

Teil einer *Sammelprobe* (3.14) oder Teil einer *Laborprobe* (3.15), die aus einer Sammelprobe entnommen wurde, oder Teil einer aus der *Schmelze* (3.4) entnommenen Probe, die in den für die Analyse erforderlichen Zustand gebracht wird. Bei der Prüfprobe kann es sich auch um die Sammelprobe selbst oder um eine aus der Schmelze entnommene Probe handeln

Anmerkung 1 zum Begriff: Es gibt folgende Kategorien von Prüfproben:

- Probe in Form eines festen Blocks;
- durch Umschmelzen erhaltene Probe;
- Probe in Form von Spänen der 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, der für die Analyse eingesendet wird. In einigen Fällen kann die Prüfmenge aus der *Sammelprobe* (3.14) selbst ausgewählt werden

Anmerkung 1 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), *Grobschleifen* (3.21) oder Pulverisieren

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 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 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 für ein *physikalisches Analysenverfahren* (3.2), bei dem die Oberfläche der Probe mit einem rotierenden, scharfkantigen Zerspanungswerkzeug bearbeitet wird

3.23

Lieferung

zur gleichen Zeit gelieferte Metallmenge

3.24

Einzelprobe

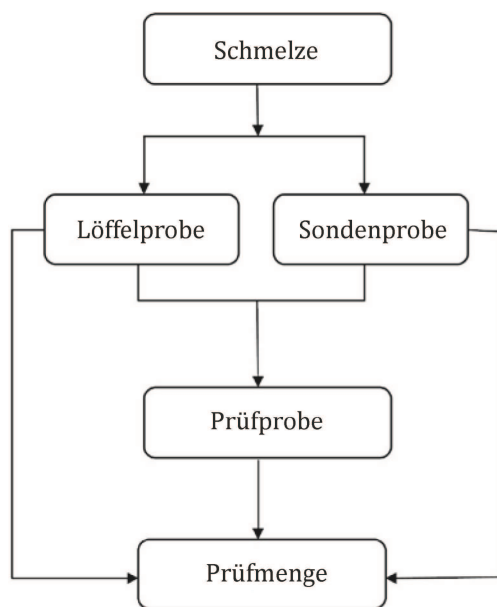
Metallmenge, die einer *Lieferung* (3.23) in einem Probenentnahmevorgang entnommen wird

4 Anforderungen an die Probennahme und Probenvorbereitung

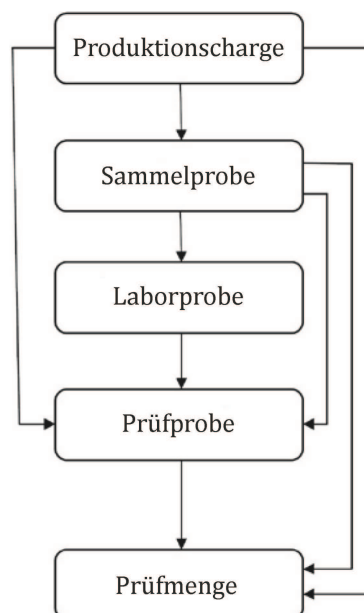
4.1 Allgemeines

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 Abschnitten 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).



a) Schmelzflüssiges Eisen und Stahl



b) Roheisen, Gusseisen und Stahlerzeugnisse

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 Proben 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 im Wesentlichen 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. Die in diesem Dokument angegebenen Größen für Analysenproben sind nur als Richtwerte zu betrachten.

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 Scheibenprobe kleine Ansätze angebracht.

ANMERKUNG Probennahmesonden zur Verwendung mit schmelzflüssigem Eisen und Stahl sind von verschiedenen Lieferanten erhältlich. Die Hauptmerkmale der verschiedenen Sondentypen sind in Anhang A und Anhang 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 aufgebrachte 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 üblicher Größe und Form bestehen. Diese können durch Verfahren wie Bohren, Fräsen, Drehen oder Stanzen 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 Zerkleinerung 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.

ANMERKUNG 1 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 der Oberflächen von Proben mit doppelter Dicke (siehe A.2.3 c in Anhang A) und zum Stanzen von Stanzproben, die Prüfmengen bilden, dürfen Einrichtungen zum Sandstrahlen der Probe enthalten.

ANMERKUNG 2 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 darf 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 mit einem Durchmesser von üblicherweise 30 mm bis 40 mm und einer Dicke von 6 mm umgewandelt, die sich für die Analyse mit einem physikalischen Verfahren eignet. Einige Arten von Umschmelzeinrichtungen verfügen über Möglichkeiten zum Schleudergießen der Scheibe.

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 und bei der Probennahme von schmelzflüssigen 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

Hinsichtlich der Verwendung von Lösemitteln für die Reinigung und Trocknung von Proben und Prüfmengen muss auf die entsprechenden nationalen Vorschriften verwiesen werden.

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 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 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.

Eine scheibenförmige Probe, die gemeinhin als Münzprobe bezeichnet wird, kann mit einer zweiteiligen Stahl-/Kupfer-/Kupfer-Chrom-Form hergestellt werden. Die Form besteht aus zwei Teilen, die während des Gebrauchs zusammengeklammert werden: ein Teil ist eine flache Kühlplatte, das andere ein Block mit dem Formnest.

ANMERKUNG 1 In der Regel kann eine Probe mit einem Durchmesser von 35 mm bis 40 mm und einer Dicke von 6 mm bis 12 mm verwendet werden.

ANMERKUNG 2 Im Falle von Gusseisen verfügen Proben mit einer Dicke von mehr als 8 mm wahrscheinlich nicht über eine vollständige Mikrostruktur aus weißem Gusseisen.

Der Rand des Formnests kann verjüngt sein, um die Entnahme der Probe aus der Form zu erleichtern.

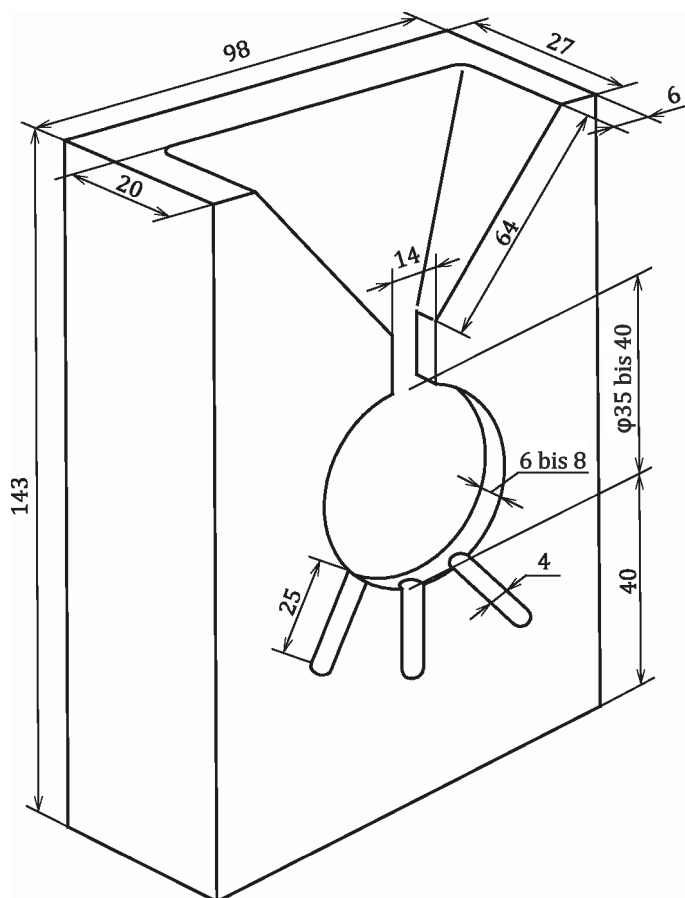
ANMERKUNG 3 Beispielsweise von 38 mm auf 32 mm.

ANMERKUNG 4 Die Münzprobe kann senkrecht oder waagrecht in die Form gegossen werden.

Eine Münzprobe mit einem oder mehreren Stiften kann mit einer Kombinationsform hergestellt werden. Die Stifte werden aus der Scheibe herausgebrochen und bei Bedarf als Prüfmenge für ein thermisches Analysenverfahren verwendet. Ein Beispiel für eine Kombinationsform zur Verwendung mit schmelzflüssigem Eisen, die für die Herstellung von Gusseisen vorgesehen ist, ist in Bild 2 dargestellt.

Eine dünne, plattenförmige Probe mit einem abgerundeten Ende kann mit einer geschlitzten Form aus Gusseisen oder Stahl hergestellt werden. Die beiden Hälften der Form sind oben abgeschrägt, um einen Speiserkopf zu erhalten und werden während des Gebrauchs zusammengeklammert. Diese Art von Form kann bevorzugt für schmelzflüssiges Eisen mit hohem Kohlenstoffgehalt verwendet werden.

ANMERKUNG 5 Die Größe der Probe beträgt üblicherweise 70 mm x 35 mm mit einer Dicke von 4 mm.



ANMERKUNG Die flache Kühlplatte (nicht abgebildet) weist ähnliche Maße auf.

Bild 2 — Typische vertikale Kombinationsform für die Probennahme von schmelzflüssigem Eisen für die Herstellung von Gusseisen

5.2.2 Instandhaltung der Ausrüstung

Es ist wichtig, dass die Löffel für die Probennahme und die Metallformen sauber und trocken sind. Nach dem Gebrauch müssen Schlacke und Pfannenbär entfernt und die Oberflächen der Form mit einer Drahtbürste gereinigt werden.

Die Formen sollten nachbearbeitet werden, wenn die Innenflächen abgenutzt sind. Dadurch entfällt die Notwendigkeit einer zusätzlichen Bearbeitung der Probe während der Oberflächenvorbereitung.

5.3 Probenentnahme mit Sonden

5.3.1 Allgemeines

Die verschiedenen Arten von Sonden für die Probennahme von Hochofeneisen sind in Anhang A beschrieben. Die Sonden sollten so gestaltet sein, dass sie eine scheibenförmige Probe mit einer Mikrostruktur aus weißem Gusseisen liefern, die für die Anforderungen des für die Analyse gewählten physikalischen Verfahrens ausreichend dick ist.

Die Probennahme wird durch Faktoren wie den Winkel und die Tiefe des Eintauchens des Probensammlers in die Schmelze beeinflusst, und die Eintauchzeiten können je nach Temperatur des schmelzflüssigen Eisens

variieren. Diese Faktoren sollten für den jeweiligen Eisenherstellungsprozess ermittelt und anschließend streng kontrolliert werden, um die Qualität der Prüfprobe sicherzustellen.

5.3.2 Verfahren

Für die Probennahme aus einer Schmelze wird ein entsprechender Probensammler in die Schmelze eingetaucht, und zwar in einem möglichst geringen Winkel zur vertikalen Ebene.

Bei der Probennahme aus der Rinne eines Hochofens wird die Eintauchposition so gewählt, dass eine ausreichende Tiefe des schmelzflüssigen Metalls für den Einsatz eines Probensammlers sichergestellt ist. Für die meisten Arten von Probennahmen ist eine Tiefe von etwa 200 mm ausreichend.

Für die Probennahme aus einem Gießstrahl schmelzflüssigen Eisens wird ein geeigneter Ansaugprobensammler in einem Winkel von etwa 45° zur vertikalen Ebene möglichst nahe am Stutzen des Behälters in den Metallstrom aus der Pfanne eingeführt.

Der Probensammler wird nach einer festgelegten Zeit aus der Schmelze herausgezogen, auseinandergebrochen und die Probe an der Luft abkühlen gelassen.

5.4 Vorbereitung einer Prüfprobe

5.4.1 Vorbereitung

Jegliche Oberflächenoxidation von einer aus der Schmelze entnommenen Probe, durch die die Prüfprobe bei der anschließenden Aufbereitung verunreinigt werden könnte, wird entfernt.

5.4.2 Entnahme der Prüfprobe mit einem chemischen Verfahren

Im Falle von Gusseisen mit weißer Mikrostruktur wird die Probe in kleine Stücke zerbrochen und mit einem Schlagmörser oder einer Vibrationsmühle zerkleinert, um eine ausreichende Menge an Prüfproben mit einer Partikelgröße von vorzugsweise weniger als 150 µm zu erhalten.

Bei Gusseisen mit grauer Mikrostruktur werden die Späne durch Anbohren der Probe bei niedriger Geschwindigkeit gewonnen, wie in 8.3.1 beschrieben.

5.4.3 Entnahme der Prüfprobe mit einem thermischen Verfahren

Der Stift einer scheibenförmigen Probe wird in Stücke mit geeignetem Gewicht zerbrochen, die als Prüfmengen verwendet werden können, oder es werden die Ansätze einer Sondenprobe verwendet.

Für die Sauerstoffbestimmung wird die Prüfmenge aus der Hauptmasse der Scheibenprobe entnommen.

Alternativ werden der Stift oder die Ansätze in einem Schlagmörser zerkleinert, um eine ausreichende Menge der Prüfprobe mit einer Partikelgröße von etwa 1 mm bis 2 mm zu erhalten.

Beim Brechen sollte die Entstehung von Feinmaterial vermieden werden. Im Falle einer plattenförmigen Probe wird die Probe in kleine Stücke zerbrochen und auf ähnliche Weise zerkleinert.

5.4.4 Entnahme der Prüfprobe mit einem physikalischen Verfahren

Im Falle einer scheibenförmigen Probe werden bei Bedarf alle Ansätze oder Stifte entfernt und dann die Oberfläche der Probe geschliffen, um eine für die Probe repräsentative Oberfläche ohne Verunreinigungen oder Oxidation zu erhalten. Die Menge des auf diese Weise abzutragenden Materials muss entsprechend der chemischen Zusammensetzung des jeweiligen Gusseisens und den Probennahmebedingungen bestimmt werden; die Dicke der abzutragenden Schicht liegt üblicherweise zwischen 0,5 mm und 1 mm (siehe A.6).

Im Falle einer plattenförmigen Probe wird die Platte in zwei Teile zerbrochen, um eine für die Analyse geeignete Probe zu erhalten.

Die Probe wird durch grobes Schleifen vorbereitet, um eine Überhitzung der Oberfläche zu vermeiden.

Bei der Vorbereitung der Oberfläche von dünnen Proben ist besondere Sorgfalt geboten. Ein Spannfutter muss speziell dafür ausgelegt sein, die Probe während der Schleifarbeiten sicher zu halten.

6 Eisenschmelze für die Herstellung von Gusseisen

6.1 Allgemeines

Die folgenden Verfahren gelten für die Probennahme von Eisenschmelze aus Kupol- und Elektroöfen, aus Warmhalteöfen im Duplexverfahren sowie aus Pfannen und Behandlungsbehältern.

Schmelzflüssiges Eisen, das für die Herstellung von Gusseisen bestimmt ist, kann Inhomogenitäten aufweisen, so dass bei der Planung von Strategien und Verfahren zur Probennahme besondere Sorgfalt geboten ist, um den Anforderungen des jeweiligen Herstellungsprozesses gerecht zu werden. Zum Beispiel neigt schmelzflüssiges Eisen in Warmhalteöfen zur Schaumbildung, und bei der Probennahme sollte sichergestellt werden, dass die Analyse für die gesamte Schmelze repräsentativ ist.

Bei Chargenprozessen müssen zwei oder mehr Proben aus den Schmelzöfen entnommen werden, vorzugsweise wenn etwa ein Drittel und zwei Drittel der Schmelze ausgetragen sind, und eine durchschnittliche Analyse muss ermittelt werden. Bei kontinuierlichen Prozessen müssen die Proben in regelmäßigen Zeitabständen entnommen werden.

Die Verfahren zur Probennahme sind üblicherweise so konzipiert, dass das schmelzflüssige Metall einer vom Löffel gegossenen Probe so schnell wie möglich abgekühlt wird, um eine metallurgische Struktur aus weißem Gusseisen (ohne Graphit) zu erhalten. Für die Analyse mit physikalischen Verfahren wird eine durch Kokillenguss erhaltene Mikrostruktur aus weißem Gusseisen benötigt.

Nicht gekühlte Proben dürfen auch für nasschemische Bestimmungen verwendet werden. In diesem Fall dürfen die Proben speziell aus einem Löffel gegossen werden, oder es darf eine Prüfprobe aus einem für die mechanische Prüfung vorgesehenen Prüfstab oder Kielblock ausgewählt werden. Die Prüfstäbe oder -blöcke werden aus demselben Metall gegossen wie das/die Gussstück(e).

In Absprache mit dem Auftraggeber sollten bei der Herstellung großer Gussstücke oder großer Stückzahlen zwei oder mehr Proben entnommen werden.

Für die Probennahme und Probenvorbereitung von schmelzflüssigem Eisen für die Bestimmung von Sauerstoff und Stickstoff gelten besondere Anforderungen (siehe 6.5).

6.2 Probenentnahme mit dem Löffel

6.2.1 Allgemeines

Die Probennahme sollte erfolgen, bevor der Schmelze Beimengungen zugesetzt wurden.

Alternativ sollte ausreichend Zeit verstreichen, bis die unmittelbare Wirkung der Zusätze nachlässt, und die Schmelze sollte vor der Probennahme gründlich durchgerührt werden. Wird vor der Probennahme keine ausreichende Standzeit eingehalten, wird die Repräsentativität der Probennahme erheblich beeinträchtigt.

Die Probennahme von Gusseisen mit Kugelgraphit ist besonders schwierig, da es während des Herstellungsprozesses zu Verunreinigungen durch Schlacke kommen kann. In diesem Fall darf eine geeignete Probe durch Filtern der Schmelze mit einer Keramikscheibe gewonnen werden.

Um eine Probe zu erhalten, die für die chemische Zusammensetzung des Gusserzeugnisses repräsentativ ist, muss die Probe nach der Zugabe von Beimengungen entnommen werden.

6.2.2 Verfahren

Ein Graphitlöffel oder ein Stahllöffel, der mit einer Schicht aus einem feuerfesten Material wie Ganister ausgekleidet ist, eignet sich für die Verwendung nach einem der folgenden Verfahren.

- a) Schlacke wird von der Oberfläche der Schmelze durch Abschöpfen entfernt, dann wird ein vorgewärmter Löffel in die Schmelze getaucht und mit schmelzflüssigem Eisen befüllt.
- b) Während des Gießens wird ein vorgewärmter Löffel in den Gießstrahl eingeführt und mit schmelzflüssigem Eisen befüllt.

6.2.3 Gekühlte Probe

Das schmelzflüssige Eisen wird unverzüglich aus dem Löffel in eine geschlitzte Form aus Kupfer gegossen, um eine Probe in Form einer kleinen, flachen Platte mit einer Dicke von 4 mm bis 8 mm zu erhalten. Die Probe wird aus der Form entnommen, sobald sie fest ist, um eine zu starke Erwärmung der Form und die Gefahr des Zerbrechens der Probe zu vermeiden; anschließend wird ein eventueller Aufsatz abgebrochen.

Die Probe, die im Allgemeinen als Münzprobe bezeichnet wird, kann eine runde, rechteckige oder quadratische Form aufweisen.

ANMERKUNG 1 Die entsprechenden typischen Größen sind ein Durchmesser von 35 mm bis 40 mm, 50 mm × 27 mm und 50 mm × 50 mm.

ANMERKUNG 2 Im Allgemeinen werden Scheibenproben vertikal und rechteckige und quadratische Proben horizontal gegossen.

Die Form besteht aus zwei Teilen, die während des Gebrauchs zusammengeklipmt werden: ein Teil ist eine flache Kühlplatte, das andere ein Block mit dem Formnest. Der Rand des Formnests kann verjüngt sein um die Entnahme der Probe aus der Form zu erleichtern.

Eine Münzprobe mit einem oder mehreren Stiften kann mit einer Kombinationsform hergestellt werden. Die Stifte werden aus der Scheibe herausgebrochen und bei Bedarf als Prüfmenge für ein thermisches Analysenverfahren verwendet.

ANMERKUNG 3 Ein Beispiel für eine solche vertikale Kombinationsform, die gemeinhin als Buchform bezeichnet wird und aus Kupfer oder wassergekühltem Kupfer hergestellt wird, ist in Bild 2 dargestellt. Die erhaltene Probe ist eine Scheibe mit einem Durchmesser von 35 mm bis 40 mm und einer Dicke von 6 mm bis 8 mm, die über drei Stifte mit einem Durchmesser von 4 mm verfügt.

Die Temperatur des schmelzflüssigen Eisens im Löffel muss so hoch wie möglich und mit dem Material der Form kompatibel sein. Die Form muss zwingend kalt sein, um eine ausreichende Abkühlung für die Herstellung einer Prüfprobe mit einer Mikrostruktur aus weißem Gusseisen sicherzustellen. Falls erforderlich, sollte die Form vor der Verwendung luftgekühlt werden. Die Form muss frei von Feuchtigkeit sein.

Für Verfahren, bei denen die Probennahme in häufigen Abständen erfolgen muss, müssen mehrere Formen vorgesehen werden, um sicherzustellen, dass eine kalte Form zur Verfügung steht.

Thermische Spannungen aufgrund einer übermäßigen Erwärmung der Form können zum Bruch der Münzprobe führen und müssen vermieden werden.

6.2.4 Nicht gekühlte Probe

Das schmelzflüssige Eisen wird unverzüglich aus dem Löffel in eine Sandform gegossen, um eine zylindrische, blockförmige Probe mit einem Durchmesser von etwa 50 mm und einer Länge von 40 mm bis 50 mm zu erhalten.

Alternativ darf eine Prüfprobe aus einem für die mechanische Prüfung vorgesehenen Prüfstab oder Kielblock ausgewählt werden. Prüfstäbe oder -blöcke werden entweder aus schmelzflüssigem Eisen gegossen, das mit einem Löffel aus einer Pfanne entnommen wird, oder, wenn eine kleine Handpfanne zum Gießen verwendet wird, direkt aus der Pfanne selbst. Die Stäbe haben üblicherweise einen Durchmesser von 30 mm und eine Länge von 150 mm und dürfen senkrecht oder waagrecht in einer Sandform gegossen werden.

Die Proben müssen vor der Entnahme aus der Form vollständig abkühlen.

Nicht gekühlte Proben dürfen nur für nasschemische Bestimmungen verwendet werden.

6.2.5 Instandhaltung der Ausrüstung

Es ist wichtig, dass die Löffel und die Metallformen sauber und trocken sind. Nach dem Gebrauch müssen Schlacke und Pfannenbär entfernt und die Oberflächen der Form mit einer Drahtbürste gereinigt werden.

Die Formen sollten nachbearbeitet werden, wenn die Innenflächen abgenutzt sind. Dadurch entfällt die Notwendigkeit einer zusätzlichen Bearbeitung der Probe während der Oberflächenvorbereitung.

6.3 Probenentnahme mit Sonden

Bei der Herstellung von Erzeugnissen aus Gusseisen wird die Probenentnahme mit Sonden nur in geringem Umfang eingesetzt. Probennahmesonden müssen, sofern erforderlich, so ausgelegt sein, dass sie Proben aus der Schmelze von der Qualität und der metallurgischen Mikrostruktur ermöglichen, die für das Analysenverfahren erforderlich sind.

6.4 Vorbereitung einer Prüfprobe

6.4.1 Vorbereitung

Die Probe wird je nach dem gewählten Analysenverfahren nach einem der unter 6.4.2, 6.4.3 oder 6.4.4 beschriebenen Verfahren vorbereitet.

6.4.2 Prüfprobe für chemische Verfahren

6.4.2.1 Allgemeines

Die Bearbeitung zur Gewinnung von Spänen sollte durch Bohren oder Drehen bei niedriger Drehzahl (100 bis 150 U/min) mit einem Werkzeug mit Wolframkarbidbestückung erfolgen, wobei die Drehzahl und der Vorschub so eingestellt werden müssen, dass Späne gleichmäßiger Größe ohne feine Partikel erzeugt werden. Es muss darauf geachtet werden, dass sowohl die Probe als auch das Werkzeug nicht übermäßig erwärmt werden.

Im Falle von Grauguss müssen die Späne so fest und kompakt wie möglich sein, mit einer Masse von etwa 10 mg (100 Späne je Gramm), um ein Zerbröckeln und den Verlust von Graphit zu verhindern. Die Späne sollten nicht mit einem Lösemittel gewaschen oder magnetisch behandelt werden, da die Gefahr besteht, dass sich die Verteilung von Metall und Graphit verändert. Ein Werkzeug mit einem Durchmesser von 10 mm ist für die Herstellung von Spänen durch Bohren geeignet.

Der Größenbereich der Späne für die Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts sollte 1 mm bis 2 mm betragen.

Wenn eine maschinelle Bearbeitung nicht praktikabel ist, darf die Probe in Stücke gebrochen werden, die dann mit einem Schlagmörser oder einer Vibrationsmühle zerkleinert werden, um eine ausreichende Menge an Prüfprobe mit einer Partikelgröße von weniger als 150 µm zu erhalten. Dieses Verfahren sollte nur in Fällen angewendet werden, in denen nachgewiesen werden kann, dass die Zerkleinerung nicht zu einer Verunreinigung der Probe führt.

6.4.2.2 Verfahren

Bei einer gekühlten Probe wird die Probe, falls möglich, angebohrt, wobei die von der Oberfläche stammenden Späne aussortiert werden.

Im Falle einer nicht gekühlten Probe, die für nasschemische Bestimmungen verwendet wird, wird bei einem zylindrischen Block ein Loch quer an einer Stelle gebohrt, die einem Drittel der Länge des Blocks entspricht. Anschließend wird ein weiteres Loch auf der gegenüberliegenden Seite gebohrt. Die Späne von einem Drittel der radialen Tiefe in beiden Richtungen werden aussortiert. Es wird weiter durch die Mitte des Blocks gebohrt, um die Prüfprobe zu erhalten.

Im Falle eines Prüfstabs muss eines der folgenden Verfahren angewendet werden.

- a) Es werden zwei Abflachungen an gegenüberliegenden Seiten des Stabs geschliffen und in einem Drittel der Länge des Stabs von einer Seite zur anderen gebohrt.
- b) Der Prüfstab wird mit einer Drehbank mit einem maximalen Schnitt von 0,25 mm gedreht; es darf keine Schneidflüssigkeit oder Kühlflüssigkeit verwendet werden. Es wird ein Radialschnitt von der Kante zur Mitte vorgenommen oder ein Querschnitt der Stange gedreht; das Drehen darf sich nicht auf die Oberfläche der Stange beschränken. Die Späne von der Oberfläche der Stange werden aussortiert.

Im Falle einer nicht bearbeitbaren Probe werden Stücke aus der Probe herausgebrochen oder eine 3 mm dicke Schicht oder Scheibe aus dem Querschnitt in der Nähe der Unterseite eines Prüfstabs herausgeschnitten. Diese Stücke werden mit einem Schlagmörser oder einer Vibrationsmühle zerkleinert, um eine ausreichende Masse an Prüfprobe mit einer Partikelgröße von weniger als 150 µm zu erhalten.

6.4.3 Prüfprobe für thermische Verfahren

Im Falle einer gekühlten Probe wird der Stift aus der Probe entfernt und in Stücke gebrochen oder geschnitten, um diese als Prüfmenge zu verwenden.

Alternativ wird der Stift in einem Schlagmörser zerkleinert, um eine Prüfprobe mit einer Partikelgröße von etwa 1 mm bis 2 mm zu erhalten. Bei der Zerkleinerung muss die Entstehung von Feinmaterial vermieden werden.

ANMERKUNG An den durch Zerkleinern gewonnenen Stücken kann der Sauerstoffgehalt nicht bestimmt werden.

Im Falle einer nicht gekühlten Probe, die für nasschemische Bestimmungen verwendet wird, wird mit einer Säge eine 3 mm dicke Scheibe oder Schicht aus dem Querschnitt eines zylindrischen Blocks oder Prüfstabs herausgeschnitten und in Prüfstücke mit geeigneter Masse zerlegt, die als Prüfmenge dienen.

Die Masse eines als Prüfmenge ausgewählten Stücks sollte nicht weniger als etwa 0,3 g betragen.

6.4.4 Prüfprobe für physikalische Verfahren

Im Falle einer gekühlten Probe werden alle Stifte entfernt und dann ein Schleifgerät mit festem Kopf verwendet, um eine Oberfläche zu erhalten, die frei von Verunreinigungen oder Oxidation und für die Probe repräsentativ ist. Die Menge des auf diese Weise abzutragenden Materials muss entsprechend der chemischen Zusammensetzung des jeweiligen Gusseisens und den Probennahmebedingungen bestimmt werden; die Dicke der abzutragenden Schicht beträgt üblicherweise 1 mm.

Während des Schleifvorgangs wird eine Luftkühlung empfohlen, um eine zu starke Erwärmung der Probe zu vermeiden. Wenn die Mikrostruktur der Probe nicht über die gesamte Dicke gekühlt ist, kann übermäßiges Schleifen zu Analysefehlern führen. Gekühlte Proben müssen regelmäßig routinemäßig untersucht werden, um sicherzustellen, dass die metallurgische Struktur der vorbereiteten Probe für das Analysenverfahren geeignet ist.

Ein übermäßiges Erwärmen der Probe während der Oberflächenvorbereitung muss vermieden werden. Andernfalls kann es zu Oberflächenrissen kommen, die die Genauigkeit der Analyse beeinträchtigen können.

Bei der Vorbereitung der Oberfläche einer dünnen Münzprobe muss sorgfältig vorgegangen werden. Ein Spannfutter muss speziell dafür ausgelegt sein, die Probe während der Schleifarbeiten sicher zu halten.

ANMERKUNG Für die Oberflächenvorbereitung eignet sich eine Schleifmaschine mit festem Kopf besser als eine Pendelschleifmaschine. Die Pendelschleifmaschine kann keine ebene Oberfläche für die Prüfprobe erzeugen.

6.5 Probennahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung des Sauerstoff- und Stickstoffgehalts

6.5.1 Allgemeines

Die Bestimmung des Sauerstoff- und Stickstoffgehalts ist bei der Herstellung von Gussstücken nur in begrenztem Maße erforderlich. Bei den Verfahren zur Probennahme und Probenvorbereitung muss eine Verunreinigung der Probe durch Sauerstoff und Stickstoff vermieden werden (siehe 7.5).

6.5.2 Verfahren

Für die Bestimmung des Sauerstoff- und Stickstoffgehalts eignen sich üblicherweise Stifte, die aus einer im Kokillenguss hergestellten Probe herausgebrochen werden. Solche Proben können mit einem Löffel aus der Schmelze entnommen und das schmelzflüssige Eisen, wie in 6.2 beschrieben, in eine kombinierte Buchform gegossen werden, um stiftförmige Proben mit einem Durchmesser von 6 mm bis 8 mm zu erhalten. Zu diesem Zweck wird die Konstruktion der in Bild 2 gezeigten Gussform abgeändert, indem die drei stiftförmigen Hohlräume vergrößert werden, um Stifte mit dem gewünschten Durchmesser herzustellen.

6.5.3 Vorbereitung der Prüfmenge

Durch Drehen auf einer Drehbank und mit einem Werkzeug mit Wolframkarbidspitze werden alle Spuren von Oberflächenoxidation von dem Stift entfernt. Mit einem separaten Trennwerkzeug wird der Stift quer durchtrennt, um eine Prüfmenge mit einer geeigneten Masse für die Analyse zu erhalten. Eine zu starke Erwärmung des Stiftes bei der Vorbereitung der Prüfmengen muss vermieden werden.

Es muss sichergestellt werden, dass es zwischen der Vorbereitung der Prüfmenge und der Analyse keine Verzögerung gibt.

7 Stahlschmelze für die Stahlherstellung

7.1 Allgemeines

Die folgenden Verfahren gelten für die Probennahme von Stahlschmelze aus Öfen, Pfannen und anderen Behältern sowie aus Zwischenbehältern und Formen während des Schmelzens, der Nachbehandlung und des Gießens des Stahls.

Für die Probennahme und Probenvorbereitung von Stahlschmelze für die Bestimmung des Sauerstoff-, Stickstoff- (7.5) und Wasserstoffgehalts (7.6) gelten besondere Anforderungen.

7.2 Probenentnahme mit dem Löffel

7.2.1 Verfahren

Zur Probennahme aus einer Schmelze wird der Löffel durch die Schlacke in die Schmelze eingeführt und mit Stahlschmelze befüllt. Der Löffel wird zunächst in die Schlackenschicht eingetaucht, um ihn mit Schlacke zu überziehen, damit die Abkühlung verringert und das Anhaften der Probe am Löffel verhindert wird. Der Löffel wird herausgezogen und die Schlacke durch Abschöpfen der Oberfläche der Metallschmelze im Löffel entfernt.

Zur Probennahme aus einem Gießstrahl wird der Löffel von der Pfanne aus in den Gießstrahl eingeführt und mit Stahlschmelze befüllt. Anschließend wird der Löffel wieder herausgenommen.

Beim Einführen des Löffels in den Gießstrahl muss aufgrund der Kraft des aus dem Stutzen der austretenden Metallschmelze vorsichtig vorgegangen werden; es kann erforderlich sein, die Durchflussmenge des Metalls während der Probennahme zu verringern.

Falls erforderlich wird der Stahlschmelze im Löffel eine abgemessene Menge Desoxidationsmittel zugesetzt. Wenn die Stahlschmelze im Ruhezustand ist (nach einer Dauer von bis zu 10 s), wird er unverzüglich in eine einteilige Stahlform gegossen, die zur Herstellung einer konischen zylindrischen Probe dient. Die Probe sollte am oberen Ende einen Durchmesser von etwa 25 mm bis 40 mm und am unteren Ende einen Durchmesser von etwa 20 mm bis 35 mm haben und eine Länge von 40 mm bis 75 mm aufweisen.

Die Probe wird aus der Form entnommen und so abgekühlt, dass eine Rissbildung verhindert wird. Die Proben werden ausreichend langsam abgekühlt, damit sie sich leicht bearbeiten lassen.

Für die Probennahme von nichtrostendem Stahl darf ein feuerfester Ring, der auf einer Gusseisenplatte platziert wird, als Form verwendet werden; der Ring sollte eine Wandstärke von 10 mm bis 12 mm haben. Die Probe wird durch Abbrechen des feuerfesten Materials aus der Form genommen.

Eine stiftförmige Probe darf mithilfe eines Quarzrohrs mit Pipette aus der Löffelprobe entnommen werden. Es kann, sofern möglich, direkt aus der Form entnommen werden.

ANMERKUNG Aluminiumdraht wird häufig als Desoxidationsmittel bei der Probenentnahme mit dem Löffel verwendet, vorausgesetzt, dass Aluminium keine Beeinträchtigungen des Analysenverfahrens verursacht und dass die Bestimmung des Aluminiumgehalts der Schmelze nicht erforderlich ist. Die Menge des hinzugefügten Aluminiums liegt üblicherweise zwischen 0,1 % (Massenanteil) und 0,2 % (Massenanteil). Andere Desoxidationsmittel, wie Titan oder Zirkonium, dürfen mit ähnlichen Einschränkungen verwendet werden.

7.2.2 Instandhaltung der Ausrüstung

Es ist wichtig, dass die Löffel und die Metallformen sauber und trocken sind. Nach dem Gebrauch müssen Schlacke und Pfannenbär entfernt und die Oberflächen der Form mit einer Drahtbürste oder einer anderen geeigneten Vorrichtung gereinigt werden.

Die Formen sollten nachbearbeitet werden, wenn die Innenflächen abgenutzt sind. Dadurch entfällt die Notwendigkeit einer zusätzlichen Bearbeitung der Probe während der Oberflächenvorbereitung.

7.3 Probenentnahme mit Sonden

7.3.1 Allgemeines

Die wichtigsten Merkmale der verschiedenen Arten von im Handel erhältlichen Probennahmesonden für die Verwendung mit Stahlschmelze sind in Anhang A beschrieben.

Die Probennahme wird von Faktoren wie dem Eintauchwinkel und der Eintauchtiefe des Probensammlers in die Schmelze sowie der Eintauchdauer in die Schmelze beeinflusst. Es ist von wesentlicher Bedeutung, dass diese Faktoren für die besonderen Bedingungen der Zusammensetzung und der Temperatur des entsprechenden Stahls bestimmt werden und anschließend streng kontrolliert werden, um die für die Analyse erforderliche Qualität sicherzustellen.

Es müssen Vorkehrungen getroffen werden, um sicherzustellen, dass die Probenentnahme mit Sonden die Probe aus Stahlschmelze nicht verunreinigt, insbesondere bei der Probennahme zur Bestimmung von Elementen, die in niedrigen Konzentrationen vorliegen (z. B.: ULC-Stahlproben). Die Auswahl der Materialien für die Konstruktion der Probennahmesonde, die Gestaltung des Verschluss- und Einlasssystems und das Verfahren zur Desoxidation müssen so gestaltet sein, dass das Risiko einer Verunreinigung (außer durch das Desoxidationsmittel selbst) möglichst gering ist.

7.3.2 Verfahren

Für die Probennahme aus tiefen Schmelzen, wie z. B. Schmelzöfen und Pfannen, wird ein geeigneter Probensammler schnell durch die Schlackenschicht in die Schmelze getaucht, und zwar so nahe wie möglich am Mittelpunkt der Schmelze und in einem Winkel, der möglichst nahe bei 90° liegt.

Für die Probennahme aus flachen Schmelzen, wie z. B. in Zwischenbehältern, aus den oberen Bereichen von Kokillen und aus Stranggussformen, wird das Einführungsrohr einer geeigneten Saugsonde durch die Schlacke oder das Abdeckpulver in die Schmelze eingeführt. Im Probensammler wird für 2 s bis 4 s (je nach Form und Größe des Probensammlers) ein Teilvakuum erzeugt, um die Form zu füllen.

Einige Zwischenbehälter enthalten eine ausreichende Menge an Metallschmelze, so dass eine Probennahme mit einer Tauchsonde möglich ist.

Für die Probennahme aus einem Gießstrahl wird eine geeignete Gießstrahlsonde in einem Winkel von 45° in den Metallstrom einer Gießpfanne eingeführt, und zwar an einer Stelle, die möglichst nahe am Stutzen der Gießpfanne liegt.

ANMERKUNG Bei der Bestimmung des Stickstoffgehalts wird vorzugsweise eine Sonde für die Probenentnahme durch Ansaugen verwendet.

Beim Einführen des Probensammlers in den Gießstrahl muss vorsichtig vorgegangen werden; es kann erforderlich sein, den Metaldurchfluss während der Probennahme zu verringern.

Nach einer vorher festgelegten Dauer wird der Probensammler aus der Schmelze herausgezogen und auseinandergebrochen. Die Probe wird an der Luft abgekühlt, bis sie eine mattrote Farbe annimmt, und anschließend in Wasser so abgeschreckt, dass keine Risse entstehen.

In einigen Fällen werden die Sondenproben im noch heißen Zustand ins Labor transportiert.

7.4 Vorbereitung einer Prüfprobe

7.4.1 Vorbereitung

Jegliche Oberflächenoxidation von einer aus der Schmelze entnommenen Probe durch die die Prüfprobe bei der anschließenden Aufbereitung verunreinigt werden könnte, wird entfernt.

7.4.2 Prüfprobe für chemische Verfahren

Bei einer Löffelprobe wird die zylindrische Probe an einem Punkt angebohrt, der sich von einem Drittel des Bodens bis zur Mitte der Probe erstreckt, wobei die Späne aus der oberflächennahen Schicht der Probe aussortiert werden.

Alternativ wird das untere Drittel der zylindrischen Probe mit einer Trennmaschine entfernt und anschließend wird über die gesamte freiliegende Fläche des Restes gefräst. Eine Wärmebehandlung in einer geeigneten Atmosphäre oder Umgebung (um sicherzustellen, dass die chemische Zusammensetzung nicht verändert wird) darf durchgeführt werden, um die Probe für die Bearbeitung aufzuweichen, vorausgesetzt, das Erzeugnis wurde der gleichen Wärmebehandlung unterzogen.

Bei einer Sondenprobe werden Späne aus dem Scheibenteil der Probe durch Bohren oder Fräsen, wie in 10.4.2 beschrieben, gewonnen.

7.4.3 Prüfprobe für thermische Verfahren

Im Falle einer Probe mit angebrachten Ansätzen wird einer der Ansätze abgebrochen, der als Prüfmenge dient.

Bei einer Probe mit doppelter Dicke wird aus dem dünnen Teil der Scheibe ein Stück ausgestanzt, das als Prüfmenge dient. Eine Wärmebehandlung in einer geeigneten Atmosphäre oder Umgebung (um sicherzustellen, dass die chemische Zusammensetzung nicht verändert wird) darf durchgeführt werden, um die Probe weicher zu machen, damit sie leichter gestanzt werden kann, wenn die Rockwell-Härte der Probe etwa 25 HRC übersteigt, vorausgesetzt, das Erzeugnis wurde der gleichen Wärmebehandlung unterzogen.

Bei einer Scheiben- und Stift- oder einer Stiftsondenprobe wird eine Prüfmenge einer für die Analyse geeigneten Masse vom Stift abgeschnitten.

Im Falle einer zylindrischen Probe werden die Späne durch Anbohren oder Fräsen der Probe gewonnen.

Bei Proben für die Bestimmung des Kohlenstoffgehalts in kohlenstoffarmen Stählen muss besonders sorgfältig vorgegangen werden, um Verunreinigungen bei der Vorbereitung der Prüfmenge zu vermeiden. Für alle Arbeiten sollte eine Pinzette verwendet werden.

7.4.4 Prüfprobe für physikalische Verfahren

Im Falle einer zylindrischen Probe wird der Boden der Probe mit einer Trennscheibe oder einem Trennschleifer abgetrennt, um die Prüfprobe zu erhalten, die üblicherweise 20 mm bis 30 mm dick ist. Die Oberfläche muss vor der Analyse gefräst, grobgeschliffen oder bandgeschliffen werden.

Im Falle einer Sondenprobe werden gegebenenfalls Ansätze oder Stifte entfernt und dann die Oberfläche der Scheibe gefräst, grobgeschliffen oder bandgeschliffen, um eine für die Probe repräsentative Oberfläche zu erhalten. Die Menge des auf diese Weise abzutragenden Materials muss entsprechend der chemischen Zusammensetzung des jeweiligen Stahls und den Probennahmebedingungen bestimmt werden; die Dicke der abzutragenden Schicht liegt üblicherweise zwischen 1 mm und 2 mm (siehe A.6 in Anhang A). Im Falle einer Sondenprobe mit doppelter Dicke wird der dicke Teil der Scheibe vorbereitet.

Bei ultrakohlenstoffarmem Stahl (ULC) muss die Dicke der zu entfernenden Schicht üblicherweise mindestens 2 mm betragen.

Im Falle von Proben von bleihaltigen Stählen müssen die für die Oberflächenvorbereitung verwendeten Einrichtungen in einem Gehäuse untergebracht und mit einer Staubabsaugvorrichtung ausgestattet sein.

VORSICHT — Späne, die bei der Bearbeitung und Oberflächenvorbereitung von bleihaltigen Stählen anfallen, sowie Stäube aus Entstaubungsfiltersystemen müssen gesammelt und entsprechend den örtlichen Vorschriften für bleihaltige Abfälle sicher entsorgt werden.

7.5 Probennahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung des Stickstoff- und Sauerstoffgehalts

7.5.1 Probennahmeverfahren

Verfahren zur Probennahme von Stahlschmelze für die Bestimmung des Stickstoff- und Sauerstoffgehalts erfolgen mit im Handel erhältlichen Probennahmesonden. Die Hauptmerkmale der verschiedenen Sondentypen sind in Anhang A beschrieben. Die verwendeten Verfahren müssen so gestaltet sein, dass die Probennahme das Gleichgewicht zwischen Kohlenstoff und Sauerstoff in der Schmelze nicht beeinträchtigt. Es ist von entscheidender Bedeutung, dass eine Verunreinigung der Probe vermieden und dass in jeder Phase der Probennahme jegliche Oberflächenoxidation entfernt wird.

Kleine Anhänge an Proben, wie z. B. ein Stift mit einem Durchmesser von weniger als etwa 5 mm oder ein Ansatz, eignen sich im Allgemeinen nicht für die Herstellung einer Prüfmenge, die frei von Oberflächenoxidation ist. Ein Stück, das durch Stanzen aus einer Probe mit doppelter Dicke gewonnen wird, kann ausreichend sein. Für einige Anwendungen kann es empfehlenswert sein, eine Probe mit größerer Masse zu entnehmen, indem eine durch Schwerkraft gefüllte Probennahmesonde verwendet wird.

Es muss zwingend darauf geachtet werden, dass die Sonden vor der Probennahme trocken sind. Sie müssen bis zur Verwendung unter trockenen Bedingungen gelagert werden.

Für die Probennahme mithilfe eines Quarzrohrs mit Pipette, siehe 7.2.1.

7.5.2 Vorbereitung der Prüfmenge

Oxidationsprodukte werden von der Oberfläche der Probe durch Abschleifen so entfernt, dass es nicht zu einer übermäßigen Erwärmung kommt.

Von der Scheibe einer Sondenprobe wird eine Schicht abgeschnitten. Anschließend wird aus dieser Schicht eine würfelförmige Prüfmenge mit einer Masse herausgeschnitten, die für die Analyse geeignet ist.

Die Prüfmenge wird in einem Halteblock aus nichtrostendem Stahl oder einer anderen Vorrichtung fixiert und jede Oberfläche mit einer feinen Feile abgeschliffen. Für alle Arbeiten sollte eine Pinzette verwendet werden.

Die Prüfmenge wird in Aceton oder Ethylalkohol getaucht und an der Luft oder unter Grobvakuum getrocknet. Die Analyse wird unverzüglich durchgeführt; zwischen der Vorbereitung der Prüfmenge und der Analyse darf es keine Verzögerung geben.

7.6 Probennahme und Probenvorbereitung für die Bestimmung des Wasserstoffgehalts

7.6.1 Allgemeines

Verfahren zur Probennahme von Stahlschmelze für die Bestimmung des Wasserstoffgehalts erfolgen mit im Handel erhältlichen Probennahmesonden. Die Hauptmerkmale der verschiedenen Sondentypen sind in Anhang B beschrieben. Die Verfahren müssen so gestaltet sein, dass die schnelle Diffusion von Wasserstoff aus der Prüfprobe, die bei der Probennahme, der Lagerung der Probe und der Vorbereitung der Prüfmenge auftritt, minimiert und kontrolliert wird. Die Diffusionsverluste können bei Umgebungstemperaturen hoch sein, insbesondere bei Proben mit kleinem Durchmesser.

Die Sondenprobe muss frei von Rissen und Oberflächenporosität sowie von Feuchtigkeit, insbesondere von eingeschlossenem Wasser, sein. Der Zustand der Prüfmenge kann die analytische Messung stark beeinflussen. Wird eine Saugsonde für die Probennahme verwendet, so muss das Verfahren so gestaltet sein, dass die Gefahr des Eindringens von Feuchtigkeit in die Probe vermieden wird.

Die Wahl des Verfahrens zur Probennahme ist abhängig von der Temperatur der Schmelze, dem Analysenverfahren und der gewünschten Genauigkeit. Diese Zusammenhänge müssen untersucht werden, um ein geeignetes Verfahren für ein bestimmtes Verfahren zur Stahlherstellung zu ermitteln, mit dem Proben in der erforderlichen Qualität gewonnen werden können. Um eine einheitliche Analysequalität sicherzustellen, muss das Verfahren genauestens eingehalten werden.

Es ist von entscheidender Bedeutung, dass die Temperatur der Probe und der Prüfmenge in allen Phasen nach der Probennahme, während der Lagerung und der Probenvorbereitung so niedrig wie möglich gehalten wird. Die Probe muss in einem Kühlmittel aufbewahrt werden; geeignet ist entweder verflüssigter Stickstoff oder ein Gemisch aus Aceton und festem Kohlendioxid in Form von Flüssigschlamm, ein Gefrierschrank oder ein Kühlfach mit festem Kohlendioxid.

Eine solche Lagerung ist für ferritische Stähle unabdingbar. Die Diffusion von Wasserstoff in austenitischen Stählen verläuft langsam, allerdings muss in Ermangelung eines experimentellen Nachweises für jedes einzelne Material die vorgeschlagene Kühlmittellagerung verwendet werden.

Die Sondenprobe und die Prüfmenge müssen beim Schneiden der Probe und bei der Vorbereitung der Prüfmenge kalt gehalten werden. Die Kühlung kann durch Eintauchen in ein Kühlmittel erfolgen. Jegliche Feuchtigkeit, die sich nach dem Abkühlen auf der Oberfläche der Prüfmenge befindet, muss entfernt werden; die Prüfmenge wird in Aceton getaucht und dann einige Sekunden lang unter Grobvakuum getrocknet.

Proben, die nicht ordnungsgemäß gekühlt oder gelagert wurden, müssen entsorgt werden.

Die Vorbereitung der Oberfläche der Prüfmenge durch Abschleifen muss auf ein Minimum beschränkt werden, da sämtliche Oxidationsprodukte und Oberflächenmängel entfernt werden müssen. Die Prüfmenge muss unmittelbar nach der Vorbereitung analysiert werden.

7.6.2 Probennahmeverfahren

Es steht eine Reihe von im Handel erhältlichen Probennahmesonden zur Verfügung, die für stift- oder bleistiftförmige Proben mit unterschiedlichem Durchmesser ausgelegt sind (siehe Anhang B). Die gewählte Sonde für die Probennahme muss entsprechend den Anweisungen des Herstellers verwendet werden.

Es ist von wesentlicher Bedeutung, dass die Sondenprobe in kaltem Wasser abgeschreckt wird und dass das Wasser während des Abschreckens kräftig und dauerhaft gerührt wird. Es darf keine Verzögerung geben; das Abschrecken muss innerhalb einer Dauer von nicht mehr als 10 s nach der Probennahme erfolgen. Eine als Probenform verwendete Kieselsäurehülle muss zügig entfernt werden können, um eine schnelle Abkühlung zu ermöglichen.

Wenn die Probe ausreichend abgekühlt ist, wird die Probe zur Lagerung in ein Kühlmittel getaucht und ins Labor transportiert.

Ist die Sonde für die Aufnahme von diffusem Wasserstoff ausgelegt, muss sie abgeschreckt werden, um für die Handhabung ausreichend abgekühlt zu sein.

Für die Probennahme mithilfe eines Quarzrohrs mit Pipette, siehe 7.2.1.

7.6.3 Vorbereitung der Prüfmenge

Eine Prüfmenge mit einer für die Analyse geeigneten Masse wird aus den mittleren Abschnitten der Sondenprobe geschnitten. Der Schneidvorgang muss so durchgeführt werden, dass die Sondenprobe nur geringfügig erwärmt wird. Während des Schneidens muss reichlich Kühlflüssigkeit eingesetzt werden, oder die Probe muss in regelmäßigen Abständen gekühlt werden, oder es muss eine Kombination aus beiden Verfahren angewendet werden.

Die Oberfläche der Prüfmenge wird durch Feilen, Sandstrahlen oder leichtes Schleifen vorbereitet. Wenn Feilen verwendet wird, wird die Oberfläche von Hand mit einer Feinfeile abgeschliffen. Wird Sandstrahlen verwendet, so muss eine Sandstrahlmaschine ausschließlich für diesen Zweck vorgesehen sein, um eine Verunreinigung der Prüfmenge durch das Strahlmittel zu vermeiden. Wird Schleifen verwendet, muss die Prüfmenge in regelmäßigen Abständen gekühlt werden.

Die Prüfmenge wird durch Eintauchen in Aceton entfettet, durch Einwirkung eines Grobvakuum getrocknet und unverzüglich analysiert. Alternativ dazu darf die Prüfmenge durch Eintauchen in 2-Propanol (Isopropylalkohol) entfettet und anschließend mit Diethylether getrocknet werden.

8 Roheisen

8.1 Allgemeines

Die folgenden Verfahren gelten für die Probennahme von Eisen aus einem Hochofen, das in Blöcken mit einfacher Form gegossen wurde, sogenannten Masseln, üblicherweise in Form einer Doppelraute oder einer anderen ähnlichen Form. Die verschiedenen Arten von Roheisen sind in ISO 9147^[2] klassifiziert.

Es muss besonders darauf geachtet werden, dass eine repräsentative Probe für Roheisen entnommen wird.

8.2 Probennahme mit Einzelprobe

8.2.1 Anzahl der Einzelproben

Die Anzahl der Masseln, die als Einzelproben entnommen werden, muss für die Charge oder Lieferung repräsentativ sein. Bei einer Lieferung in loser Schüttung entspricht die Mindestzahl der Masseln, die einer Lieferung entnommen werden müssen, ISO 9147 (siehe Tabelle 1), sofern keine andere Vereinbarung zwischen Lieferant und Käufer getroffen wurde.

Tabelle 1 — Mindestanzahl von Masseln, die als Einzelproben aus einer Lieferung entnommen werden müssen

Masse der Lieferung t	Mindestanzahl von Masseln
≤ 10	9
> 10 bis ≤ 20	11
> 20 bis ≤ 40	12
> 40 bis ≤ 80	14
> 80 bis ≤ 160	16
> 160 bis ≤ 300	18
> 300 bis ≤ 600	21
> 600	24

8.2.2 Verfahren

Während des Entladens oder Beladens oder jeder anderen Bewegung einer Lieferung müssen die Masseln als Einzelproben in annähernd gleichen Zeitabständen oder Massen entnommen werden.

Bei Lieferungen in Waggonen oder Lastkraftwagen müssen die Probennahmestellen in einer bestimmten Reihenfolge angeordnet sein. Zum Beispiel von fünf Positionen aus, d. h. in der Mitte des Waggonen und in einem Sechstel der Entfernung von den Waggonenecken entlang der beiden Diagonalen.

Im Falle einer Halde wird ein Seil mit einer bestimmten Anzahl von Knoten auf den Haufen geworfen und die von diesen Knoten berührten Masseln entnommen. Dieser Vorgang wird so lange wiederholt, bis eine ausreichende Anzahl von Masseln entnommen wurde.

Ist es nicht möglich, die gesamte Oberfläche der Halde zu erreichen, oder ist der Zugang zur Halde unsicher, so müssen die Stellen für die Probennahme in einer bestimmten Reihenfolge auf der Oberfläche der Halde angeordnet werden.

Alternativ wird eine mechanische Schaufel verwendet, um eine Reihe von Teilproben von zufällig ausgewählten Stellen der Halde zu entnehmen. Anschließend wird aus jeder Teilprobe eine Massel nach dem Zufallsprinzip ausgewählt.

8.2.3 Lieferung von gemischtem Roheisen

Eine Lieferung von Roheisen darf eine Reihe von verschiedenen Roheisenchargen enthalten, die aus unterschiedlichen Quellen stammen dürfen. Lassen sich in der Lieferung Masseln unterschiedlicher Form und Größe unterscheiden, so muss der Anteil der einzelnen Roheisentypen visuell ermittelt werden.

Anschließend müssen von jedem Roheisentyp in der Lieferung Einzelproben entnommen werden, um separate Teilproben von Masseln zu bilden und so eine gewichtete Durchschnittsanalyse für die Lieferung zu erhalten.

8.3 Vorbereitung einer Prüfprobe

8.3.1 Allgemeines

Enthalten die als Einzelproben entnommenen Masseln infolge der Handhabung mit magnetischen Greifern Restmagnetismus, so müssen sie mithilfe einer Entmagnetisierungsspule entmagnetisiert werden, um eine Trennung von groben und feinen Partikeln während des Bohrens zu verhindern.

Die Bearbeitung der Probe zur Gewinnung von Spänen sollte durch Anbohren bei niedriger Drehzahl (100 bis 150 U/min) mit einem frisch geschärften Werkzeug erfolgen, wobei die Drehzahl und der Vorschub so eingestellt werden, dass Späne gleichmäßiger Größe mit einem minimalen Anteil an feinen Partikeln entstehen. Zur Gewinnung von Spänen eignet sich ein Bohrer mit einem Durchmesser von 12 mm bis 14 mm. Der Bohrer muss in regelmäßigen Abständen nachgeschärft werden, wobei darauf geachtet werden muss, dass sowohl die Probe als auch das Werkzeug nicht übermäßig erwärmt werden.

Bei einigen Eisenarten, z. B. sauerstoffgeblasenem Eisen, kann es erforderlich sein, einen Bohrer mit einem Werkzeug aus Wolframkarbid zu verwenden.

Die Späne müssen so fest und kompakt wie möglich sein, um ein Zerbröckeln und den Verlust von Graphit zu verhindern. Die Größe der Späne für die Bestimmung des Kohlenstoffgehalts muss etwa 1 mm bis 2 mm betragen.

Aufgrund des hohen Anteils an feinem Material darf kein Fräsen eingesetzt werden.

Die vorbereitete Probe darf nicht mit einem Lösemittel gewaschen oder magnetisch behandelt werden, da die Gefahr besteht, dass sich die Verteilung von Metall und Graphit verändert.