

DIN EN ISO 7526



ICS 77.100; 77.120.40

Einsprüche bis 2019-09-26
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 27526:1992-02

Entwurf

**Ferronickel –
Bestimmung des Schwefelgehalts –
Infrarot-Absorptionsverfahren nach der Verbrennung im Induktionsofen
[Routineverfahren] (ISO/DIS 7526:2019);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 7526:2019**

Ferronickels –
Determination of sulfur content –
Infra-red absorption method after combustion in an induction furnace [Routine method]
(ISO/DIS 7526:2019);
German and English version prEN ISO 7526:2019

Ferro-nickel –
Détermination de la teneur en soufre –
Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction
[Méthode de routine] (ISO/DIS 7526:2019);
Version allemande et anglaise prEN ISO 7526:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-07-26 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 fnne@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 Nichteisenmetalle (FNNE), 10772 Berlin, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 34 Seiten

DIN-Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 7526:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 155 „Nickel and nickel alloys“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird. Es gibt z. Z. kein zuständiges „Technisches Komitee“ bei CEN für dieses Projekt, daher werden die Aufgaben im Rahmen der parallelen Abstimmung vom Zentralsekretariat des CEN wahrgenommen.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 066-03-04 AA „Nickel“ im DIN-Normenausschuss Nichteisenmetalle (FNNE).

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.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschsprachigen Dokumente hingewiesen:

ISO 4934:2003	siehe DIN EN ISO 4934:2004-05
ISO 4935:1990	siehe DIN EN 24935:1992-07
ISO 5725, part 1 to part 3	siehe DIN EN ISO 5725, Teil 1 bis Teil 3

Änderungen

Gegenüber DIN EN 27526:1992-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Übernahme der ISO-Norm mit gleicher Normnummer als „DIN EN ISO“;
- b) Einschränkung des Anwendungsbereichs bei Ferronickel;
- c) vormaligen Abschnitt 5 und Abschnitt 7 technisch revidiert;
- d) vorherigen Anhang A und Anhang C entfernt;
- e) Präzisionsdaten aktualisiert.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 4934:2004-05, *Stahl und Eisen — Bestimmung des Schwefelgehaltes — Gravimetrisches Verfahren (ISO 4934:2003); Deutsche Fassung EN ISO 4934:2003*

DIN EN 24935:1992-07, *Stahl und Eisen — Bestimmung des Schwefelgehalts — Methode mit Infrarotabsorption nach Verbrennung im Induktionsofen (ISO 4935:1989); Deutsche Fassung EN 24935:1991*

DIN ISO 5725, Teil 1 bis Teil 3, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen*

Ferronickel — Bestimmung des Schwefelgehalts — Infrarot-Absorptionsverfahren nach der Verbrennung im Induktionsofen [Routineverfahren] (ISO/DIS 7526:2019)

Ferro-nickel — Détermination de la teneur en soufre — Méthode par absorption dans l'infrarouge après combustion dans un four à induction [Méthode de routine] (ISO/DIS 7526:2019)

Ferronickels — Determination of sulfur content — Infra-red absorption method after combustion in an induction furnace [Routine method] (ISO/DIS 7526:2019)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9p

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien	5
6 Prüfeinrichtung	6
7 Probennahme und Probenvorbereitung	7
8 Verfahren	8
8.1 Vorbereitung und Stabilisierung des Instruments	8
8.2 Blindprobe und Nullpunkteinstellung	8
8.3 Kalibrierung	9
8.4 Bestimmung	9
9 Darstellung der Prüfergebnisse	10
9.1 Berechnung	10
9.2 Präzision	10
10 Prüfbericht	13
Anhang A (informativ) Eigenschaften kommerzieller Hochfrequenz-Induktionsöfen und Infrarot-Schwefel-Analysatoren	14
A.1 Verbrennungsofen	14
A.2 Infrarot-Gasanalysator	14
Anhang B (informativ) Zusammensetzung der für die Validierungs-Präzisionsprüfung verwendeten Proben	15
Anhang C (informativ) Grafische Darstellung der Präzisionsdaten	16
Literaturhinweise	17
 Bilder	
Bild C.1 — Logarithmische Verhältnis zwischen dem Schwefelgehalt (m) und der entsprechenden Wiederholpräzision (r) und Vergleichsparametern (R_w und R)	16
 Tabellen	
Tabelle 1 — Ermittelte Ergebnisse der Präzisionsprüfung	12
Tabelle 2 — Geglättete Werte der Wiederholpräzision und Vergleichsgrenzen	13
Tabelle B.1 — Zusammensetzung der für die Validierungs-Präzisionsprüfung verwendeten Proben	15

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 7526:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 155 „Nickel and nickel alloys“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 27526:1991 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 7526:2019 wurde von CEN als prEN ISO 7526:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (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 Themen 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 155, *Nickel and nickel alloys*.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 7526:1985), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Einschränkung des Anwendungsbereichs allein für Ferronickel;
- vormalige Abschnitte 5 und 7 wurden technisch revidiert;
- vorherige Anhänge A und C wurden entfernt;
- die Präzisionsdaten wurden aktualisiert.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist zu finden unter www.iso.org/members.html.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Infrarot-Absorptionsverfahren nach der Verbrennung im Induktionsofen für die Bestimmung des Schwefelgehalts in Ferronickel im Bereich von 0,002 % bis 0,12 % fest.

Das Verfahren ist zur Anwendung im normalen Produktionsbetrieb vorgesehen. Es werden kommerziell verfügbare Geräte verwendet, die mit Hilfe von Stahl und/oder Ferronickel zertifizierten Referenzmaterialien kalibriert sind.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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

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

4 Kurzbeschreibung

Verbrennung einer Prüfmenge in einem Hochfrequenz-Induktionsofen bei hoher Temperatur in einem Strom reinen Sauerstoffs und bei Vorhandensein von Zuschlagsmaterialien und Flussmitteln.

Umwandlung von Schwefel in Schwefeldioxid.

Messungen durch Infrarot-Absorption des Schwefeldioxids im Sauerstoffstrom.

5 Reagenzien

Während der Analyse dürfen nur Reagenzien mit einer anerkannten analytischen Bewertung verwendet werden.

5.1 Sauerstoff, hohe Reinheit (mindestens 99,5 % (Massenanteil)).

Ein auf 600°C aufgeheiztes Sauerstoffkatalysatorrohr [Kupfer (II)-oxid oder Platin] gefolgt von entsprechendem Kohlendioxid- und Feuchtigkeitsabsorber, müssen bei der Vermutung einer organischen Verunreinigung im Sauerstoff verwendet werden.

5.2 Inerte Keramik (Attapulgu-Ton), mit Natriumhydroxid imprägniert und einer Partikelgröße von 0,7 mm bis 1,2 mm (14 bis 22 Gitter) für die Absorption von Kohlendioxid.

5.3 Magnesiumperchlorat $[Mg(ClO_4)_2]$, mit einer Partikelgröße von 0,7 mm bis 1,2 mm (14 bis 22 Gitter) für die Feuchtigkeitsaufnahme.

5.4 Glaswolle

5.5 Flussmittel und Zuschlagsmaterialien

Die Ergänzung eines Flussmittels bewirkt das Zusammenbinden kleiner Partikel für eine effektivere Ofenverbindung und hilft bei der Herstellung einer flüssigeren Schmelze.

Die Ergänzung eines Zuschlagsmaterials bietet:

- a) ein gutes Koppelmedium für die Induktionswärme von ansonsten mangelhaften Proben (fein zerteilte Proben, Materialien komplexer Zusammensetzung);
- b) eine höhere Verbrennungstemperatur;
- c) bei kleineren Prüfmengen eine erhöhte Masse des Materials im Tiegel.

Jedes Flussmittel oder jedes Zuschlagsmaterial muss einen niedrigen Schwefelgehalt haben und im Kalibrierungsverfahren verwendet werden. Die Blindprobe aller Quellen (Sauerstoff, Feuerfestmaterialien, Flussmittel und Zuschlagsmaterial) darf der Schwefelgehalt 0,000 5 % (Massenanteil) nicht überschreiten.

Einige Materialien wirken als Flussmittel und Zuschlagsmaterial.

5.5.1 Flussmittel

Gebräuchliche Flussmittel sind Zinn, Kupfer plus Zinn, Kupfer oder Vanadiumpentoxid.

5.5.2 Zuschlagsmaterialien

Gebräuchliche Zuschlagsmaterialien sind Kupfer, Eisen, Wolfram oder Nickel.

5.6 Zertifizierte Stahl und/oder Ferronickel Referenzmaterialien (CRMs) (en: certified reference materials, CRMs), mit einem Schwefelgehalt zwischen 0,001 % und 0,15 % (Massenanteil)

Alle für die Kalibrierung verwendeten Referenzmaterialien müssen durch international anerkannte Gremien zertifiziert und durch angemessene Leistung bei einem oder mehreren nationalen oder internationalen laborübergreifenden Prüfprogrammen validiert worden sein. Zu bevorzugen sind zertifizierte Materialien, die durch Referenzverfahren (z. B. ISO 4934, ISO 4935, ISO 7525, ISO 10701 und ISO 13902) auf SI-Einheiten rückführbar sind anstelle solcher, die auf anderen zertifizierten Referenzmaterialien basieren.

6 Prüfeinrichtung

Übliche Laboreinrichtung plus die folgenden müssen verwendet werden.

6.1 Schwefel-Analysator

Die für die Verbrennung in einem Hochfrequenz-Induktionsofen und das folgende Infrarot-Absorptionsverfahren des entstandenen Schwefeldioxids benötigte Prüfeinrichtung kann von einer Anzahl an Herstellern im Handel bezogen werden. Zu der Bedienung des Geräts die Anweisungen des Herstellers beachten. Ein Druckregelgerät ist gemäß Herstellerangaben für die Prüfung des Sauerstoffdrucks zum Ofen erforderlich.

6.1.1 Die Sauerstoffzufuhr mit mit inerter Keramik (5.2) und Magnesiumperchlorat (5.3) gefüllten Rohren aufbereiten und eine Durchflussmenge von etwa 0,5 l/min in der Warteposition aufrechterhalten.

6.1.2 Einen Glaswollefilter (5.4) zwischen der Ofenkammer und den Analysator halten und bei Bedarf wechseln. Die Ofenkammer, der Sockelpfosten und die Filterklappe sollten regelmäßig gereinigt werden, um Oxidrückstände zu entfernen.

6.1.3 Der Hersteller kann empfehlen, das Steuergerät so einzustellen, dass es vor dem Eintritt von

Sauerstoff in die Ofenkammer eine Vorbrennzeit hat. Die Prüfmenge sollte sich während der Vorbrennzeit in einer Rotglut befinden. Wird Sauerstoff für die Verbrennungsstufe eingeleitet, steigt die Temperatur erheblich.

6.1.4 Die während der Verbrennung erreichte Temperatur hängt vom Ofen und dem Typ und der Menge des Metalls im Tiegel ab. Nachdem die Prüfmenge verschmolzen ist, wird eine hohe Temperatur ($> 1\,700\text{ °C}$) gehalten, damit das Schwefeldioxid vollständig vom Ofen zum Infrarot-Analysator entfernt werden kann.

6.1.5 Die Durchflussmenge des Sauerstoffs kann von einem Instrument zum anderen variieren, aber liegt während der Verbrennungsphase bei etwa 2,0 l/min.

6.1.6 Nachdem das Gerät einige Stunden lang inaktiv war oder nach der Reinigung der Ofenkammer oder des Filters, sollte das Gerät wie in 8.1 beschrieben stabilisiert werden.

ANMERKUNG Eigenschaften kommerzieller Geräte sind in Anhang A angegeben.

6.2 Keramiktiegel und -deckel

Keramiktiegel, die die Probe und jeden erforderlichen Zusatz enthalten, sind für die Verbrennung erforderlich. Diese müssen den genauen Maßen des Systems entsprechen und dem unterstützenden Sockelpfosten passen, damit die Prüfmenge für das Heizen korrekt im Tiegel innerhalb der Induktionsspule liegt.

ANMERKUNG Typische Maße der Verbrennungstiegel sind: Höhe: 25 mm; Außendurchmesser: 25 mm; Innendurchmesser: 20 mm; Wanddicke: 2,5 mm; Dicke der Unterkonstruktion: 8 mm. Der Durchmesser des Lochs am Deckel sollte größer als 10 mm sein.

Tiegel und Deckel müssen entsprechend der Festlegungen des Herstellers der Instrumente verwendet werden und in der Lage sein, der Verbrennung in einem Induktionsofen standzuhalten, ohne Schwefel enthaltene Chemikalien zu entwickeln, sodass ein Erreichen und Wahren von Blindwerten innerhalb der Spezifikationen möglich ist.

Um jede Schwefelkontamination zu entfernen, den Tiegel in Luft oder Sauerstoff in einem Ofen für mindestens 1 h bei $1\,100\text{ °C}$ vorentzünden und in einem Exsikkator oder geschlossenen Behälter aufbewahren. Ein Widerstandsofen mit einem Verbrennungrohr, durch welches ein Sauerstoffstrom fließt, darf ebenfalls verwendet werden.

Tiegeldeckel, die für das Zurückhalten der festen Sauerstoffprodukte in der Warmzone der Induktionsspule verwendet werden, müssen auf ähnliche Weise vorentzündet werden.

6.3 Tiegelzangen, die empfohlene Tiegel (6.2) handhaben können.

7 Probennahme und Probenvorbereitung

7.1 Probennahme und Probenvorbereitung müssen entsprechend normal vereinbarter Verfahren oder im Streitfall durch entsprechende nationale Normen ausgeführt werden.

7.2 Die Laborprobe ist normalerweise in Form von Puder, Granalien, Frässpäne oder Bohrungen und es ist keine weitere Vorbereitung der Probe notwendig.

7.3 Wird vermutet, dass die Laborprobe mit Öl oder Fett vom Fräs- oder Bohrprozess kontaminiert ist, muss sie durch Waschen mit hochreinem Aceton und Lufttrocknen gereinigt werden.

7.4 Enthält die Laborprobe Partikel oder Teile mit stark variierenden Größen, sollte die Prüfmenge durch Riffeln ermittelt werden.

8 Verfahren

WARNUNG — Die Risiken in Verbindung mit der Verbrennungsanalyse sind überwiegend Verbrennungen beim Vorentzünden der Keramiktiegel und während des Schmelzens. Es sind jederzeit Tiegelzangen und geeignete Behälter für die verwendeten Tiegel zu verwenden. Es müssen normale Vorkehrungen für das Handhaben von Sauerstoffzylindern getroffen werden. Sauerstoff aus dem Verbrennungsprozess muss effektiv von der Prüfeinrichtung entfernt werden, da eine hohe Konzentration an Sauerstoff in einem beengten Raum ein Brandrisiko darstellen kann.

8.1 Vorbereitung und Stabilisierung des Instruments

8.1.1 Die Prüfeinrichtung aufstellen und entsprechend der Anweisungen des Herstellers für die Operation vorbereiten. Den Ofen und Analysator prüfen, um die Leckfreiheit sicherzustellen.

8.1.2 Das Gerät ist mehrfach durch Verbrennen verschiedener Proben, die den zu analysierenden entsprechen, aufzubereiten und zu stabilisieren. Hierfür werden geeignete Flussmittel und Zuschlagsmaterialien verwendet, bevor versucht wird, das System zu kalibrieren oder die Blindprobe zu bestimmen.

ANMERKUNG Es ist nicht erforderlich, vorentzündete Tiegel zu verwenden.

8.1.3 Das Instrument mehrmals mit fließendem Sauerstoff zirkulieren lassen und den Nullpunkt des Instruments einstellen.

8.2 Blindprobe und Nullpunkteinstellung

8.2.1 Schwefelgehalt $\leq 0,05$ %

Für jedes Instrument die ausgewählte Masse des Flussmittels (5.5.1) auf 0,005 g messen und in einen vorentzündeten Tiegel (6.2) übertragen. Die ausgewählte Masse der zertifizierten Referenzmaterialien (5.6) hinzufügen und anschließend mit der ausgewählten Masse des Zuschlagsmaterials (5.5.2) überdecken.

Der Typ und die Masse des Flussmittels und des Zuschlagsmaterials, die im Blindversuch verwendet wurden, sollten denen entsprechen, die für die Bestimmung der Proben verwendet wurden (siehe 8.4.1 für weitere Informationen). Der Massewert der zertifizierten Referenzmaterialien wird aufgezeichnet. Den Tiegel und die Inhalte auf den Probeständer stellen und den Ofen in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers bedienen. Die Bestimmung ist noch dreimal zu wiederholen. Das Ergebnis wird gemittelt.

Zum Bestimmen des Blindwerts den Schwefelgehalt der zertifizierten Referenzmaterialien vom Durchschnitt subtrahieren. Ist die Blindprobe größer als 0,001 % (Massenanteil) und die entsprechende Standardabweichung größer als 0,000 2 % (Massenanteil), ist die Ursache des Problems zu finden, zu lösen und das Experiment zu wiederholen. Die durchschnittlichen Blindwerte sind in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers in dem Analysator aufzuzeichnen.

ANMERKUNG 1 Der ermittelte Messwert entspricht der Blindprobe aufgrund des Tiegels, Flussmittels und Zuschlagsmaterials.

ANMERKUNG 2 Hat der Analysator keine automatische Blindwertkorrektur, sollten die Blindwerte vor jeder Berechnung vom Gesamtergebnis subtrahiert werden.

ANMERKUNG 3 Ein alternatives Verfahren ist die Aufzeichnung der Messwerte des Blindversuchs und die Korrektur mit Hilfe einer Kalibrierkurve.

8.2.2 Schwefelgehalt > 0,05 %

Es wird empfohlen, keine Blindwertkorrektur durchzuführen. Jedoch muss eine Prüfung des Blindwertniveaus ausgeführt werden: der Wert muss unter 0,000 5 % (Massenanteil) liegen.

8.3 Kalibrierung

8.3.1 Einen Satz aus Stahl und/oder Ferronickel zertifizierten Referenzmaterialien (5.6) für die Kalibrierung und Verifizierung auswählen, welche mindestens an den unteren, oberen und Viertelpunkten eines jeden Betriebsbereichs liegen.

8.3.2 Ist das Instrument mit mehr als einem Schwefeldetektor ausgestattet, ist die in diesem Abschnitt beschriebene Einstellung an jedem Instrument auszuführen.

Alle experimentellen Parameter für jeden Schwefelbereich sind festzulegen. Die festzulegenden Parameter enthalten:

- Tiegel: vorentzündet oder nicht;
- Flussmittel und Zuschlagmaterial: Typ und Masse;
- Prüfmenge: Masse.

8.3.3 Für jeden Detektor (siehe 8.3.2) ist eine angemessene Menge (normalerweise 0,50 g) eines zertifizierten Referenzmaterials in einen vorentzündeten Tiegel (6.2) abzuwiegen, welches einen Schwefelgehalt entsprechend dem oberen eines jeden Betriebsbereichs entspricht. Die vorausgewählte Menge an Flussmittel (5.5.1) und Zuschlagmaterial (5.5.2) hinzufügen und wie in 8.4.1 beschrieben verbrennen. Dieser Prozess ist zweimal zu wiederholen.

Befinden sich die Ergebnisse im Intervall „Zertifizierter Wert $\pm 2\sigma$ “, ist die Netto-Instrumentenanzeige so einzustellen, dass sie nach den Anweisungen des Herstellers dem zertifizierten Schwefelgehalt im Referenzmaterial entsprechen.

8.3.4 Die Linearität der Kalibrierung ist durch mindestens dreimalige Analyse eines zertifizierten Referenzmaterials mit einem Schwefelgehalt im Mittelbereich der Detektoren zu prüfen: das Ergebnis muss im Intervall „Zertifizierter Wert $\pm 2\sigma$ “ liegen.

Vor dem Fortfahren jede nicht-konforme Bedingung korrigieren.

8.4 Bestimmung

8.4.1 Von der Analysenprobe ist eine Prüfmenge auf 0,001 g, 0,5 g bis 0,6 g zu wägen und in einen vorentzündeten Tiegel (6.2) mit einer geeigneten Menge des gewählten Flussmittels (5.5.1) zu übertragen, falls erforderlich. Nun wird die Analysenprobe mit einer geeigneten Menge des Zuschlagmaterials (5.5.2) abgedeckt und, falls erforderlich, ein Deckel auf den Tiegel gesetzt.

ANMERKUNG Das verwendete Flussmittel und Zuschlagmaterial hängt von den individuellen Eigenschaften des Geräts und des zu analysierenden Materialtyps ab. Für Ferronickel können 1,0 g bis 1,5 g Wolfram plus Zinn (7 bis 9 Teile Wolfram + 1 Teil Zinn) verwendet werden.

8.4.2 Den Tiegel und die Inhalte auf den Sockelpfosten des Ofens stellen, zur Verbrennungslage heben und das System verriegeln. Der Ofen wird in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers bedient.