

Mindestanforderungen zur Akkreditierung der optischen Funkenemissionsspektrometrie (OES)

71 SD 1 005 | Revision: 1.1 | 24. Februar 2014

Geltungsbereich:

Diese Regel enthält verbindliche Anforderungen an Prüflaboratorien zur Akkreditierung des Verfahrens „Optische Funkenemissionsspektrometrie (OES)“. Weiterhin sind Anforderungen an das Akkreditierungsverfahren festgelegt.

Datum der Bestätigung durch den Akkreditierungsbeirat: 25.01.2014

Inhaltsverzeichnis

1	Zweck / Geltungsbereich	3
2	Begriffe	3
3	Beschreibung	3
3.1	Formulierung des Akkreditierungs-Scopes.....	3
3.2	Formulierung des Verfahrens für ein Labor	3
3.3	Standardarbeitsanweisung.....	4
3.4	Personal.....	4
3.5	Räumlichkeiten.....	4
3.6	Zertifizierte Referenzmaterialien (ZRM).....	4
3.7	Grundkalibrierung	5
3.8	Eignungsprüfungen	5
3.9	Prüfberichte.....	5
3.10	Begutachtung vor Ort.....	5
4	Mitgelte Unterlagen	6

1 Zweck / Geltungsbereich

Die optische Funkenemissionsspektrometrie ist als ein Teilgebiet der Atomemissionsspektrometrie aufgrund des übersichtlichen Anwendungsbereiches sowie der ausgereiften und automatisierten Messtechnik ein relativ abgeschlossenes Prüfgebiet zur spektralanalytischen Untersuchung von metallischen Werkstoffen. Das Verfahren ist in jedem Laboratorium als Hausverfahren zu definieren. Daraus ergeben sich nach DIN EN ISO/IEC 17025 Anforderungen an eine Validierung des Verfahrens.

Diese Regel enthält verbindliche Anforderungen an Prüflaboratorien zur Akkreditierung des Verfahrens „Optische Funkenemissionsspektrometrie (OES)“. Weiterhin sind Anforderungen an das Akkreditierungsverfahren festgelegt.

2 Begriffe

Nicht belegt

3 Beschreibung

3.1 Formulierung des Akkreditierungs-Scopes

Das Verfahren ist auf der Akkreditierungsurkunde in folgender Weise darzustellen:

Optische Funkenemissionsspektrometrie (OES) von Stahl- und Eisenwerkstoffen sowie Nicht-Eisenmetall-Werkstoffen

3.2 Formulierung des Verfahrens für ein Labor

Dieses Verfahren muss als Hausverfahren in die Urkundenanlage aufgenommen werden.

Beispiel: Optische Funkenemissionsspektrometrie (OES) zur Bestimmung von 19 Elementen in Stahl- und Eisenwerkstoffen sowie in Nickel-Basislegierungen (ggf. auch für Kupfer-, Zink- oder Blei-Basislegierungen)

Das Verfahren kann nur für Elemente akkreditiert werden, die durch ein geeignetes zertifiziertes Referenzmaterial (ZRM) angemessen rückgeführt werden (s. 3.6). Die Durchführung der ausreichenden Validierung des Verfahrens für die definierten Elemente muss dokumentiert sein.

Beispiel für eine angemessene Vorgehensweise: Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics (1998).

3.3 Standardarbeitsanweisung

Die Standardarbeitsanweisung zum Hausverfahren muss mindestens folgendes beinhalten:

- Die mit dem Hausverfahren bestimmbar Elemente müssen einzeln aufgeführt sein;
- Die Konzentrationsbereiche für die einzelnen Elemente müssen für die verschiedenen Legierungstypen festgelegt sein;
- Den Konzentrationsbereichen für die einzelnen Elemente sind Messunsicherheiten zuzuordnen. (Die angegebenen Messunsicherheitsbudgets müssen den akzeptierten Vorgaben, z. B. EUROLAB-EURACHEM Guidelines, entsprechen);
- Die Probenvorbereitung ist angemessen zu beschreiben;
- Die Überprüfung des Gerätes mittels Referenzproben ist zu beschreiben, geeignete Kriterien zur Freigabe des Gerätes sind zu definieren;
- Der Prüfablauf ist in der Standardarbeitsanweisung ausführlich zu beschreiben.

3.4 Personal

- Das Personal hat eine Fachausbildung/ausreichende Erfahrung auf dem Gebiet der optischen Funkenemissionspektrometrie nachzuweisen, der Nachweis über eine spezifische Geräteschulung aller Bediener ist ausreichend;
- Die regelmäßige externe und interne Weiterbildung für das Verfahren ist zu dokumentieren;
- Fachliteratur ist vorzuhalten.

3.5 Räumlichkeiten

- Das Gerät muss in einem Bereich/Raum aufgestellt sein, der von der Probenvorbereitung (Schleifmaschine, Dreh- oder Hobelbank) ausreichend abgetrennt ist. Die Sauberkeit muss einem Analyseverfahren angemessen sein. Querkontaminationen sind auszuschließen.

3.6 Zertifizierte Referenzmaterialien (ZRM)

- Für alle verwendeten Legierungstypen/Matrizes müssen ZRM vorhanden sein. Das Verfahren kann nur für Elemente akkreditiert werden, die durch geeignete ZRM im vergleichbaren Konzentrationsbereich rückgeführt werden können;
- Die vorhandenen ZRM müssen über geeignete Zertifikate entsprechend des DAkKS-Merkblattes 71 SD 0 005 rückgeführt sein;

- Das Verfahren ist arbeitstäglich und bei einem Matrix-Wechsel mit ZRM oder internen Referenzproben zu überprüfen. Die Ergebnisse der Analyse maßgeblicher Elemente sind in Kontrollkarten zu dokumentieren. Zur Freigabe des Gerätes sind angemessene Kriterien (Warngrenzen, Eingriffsgrenzen) in einer Arbeitsanweisung zu definieren.

3.7 Grundkalibrierung

- Das Laboratorium muss angemessene Fristen für eine Grundkalibrierung definieren;
- Externe Grundkalibrierung:
Es gelten die Vorgaben des DAkKS-Merkblattes 71 SD 0 005. Es werden ausschließlich Kalibrierscheine akzeptiert, die den dort definierten Anforderungen entsprechen. Insbesondere die Rückführung über ZRM, die Zuordnung einer Messunsicherheit und die DAkKS-konforme Dokumentation sind nachzuweisen;
- Interne Grundkalibrierung:
Die Vorgehensweise der Grundkalibrierung (für alle Legierungstypen, Matrizes), der Festlegung der Gültigkeitsbereiche, der Auswertefunktionen (Nachweisgrenze, Erfassungsgrenze, Bestimmungsgrenze, Maximalgehalte), die Überprüfung der Driftkorrektur sowie der Wellenlängenrichtigkeit ist in einer Arbeitsanweisung zu beschreiben;
- Die Anforderungen zur Dokumentation externer oder interner Grundkalibrierungen ergeben sich aus den Vorgaben des DAkKS-Merkblattes 71 SD 0 005.

3.8 Eignungsprüfungen

- Das Labor muss entsprechend der DAkKS-Regel 71 SD 0 010 regelmäßig an Eignungsprüfungen/Ringversuchen teilnehmen.
- Die Teilnahmeergebnisse sind zu bewerten und abgeleitete Maßnahmen sind zu dokumentieren.

3.9 Prüfberichte

- Die Prüfberichte müssen den Festlegungen der Standardarbeitsanweisung und den Anforderungen der DIN EN ISO/IEC 17025 entsprechen.

3.10 Begutachtung vor Ort

Anhand einer Materialprobe ist die Eignung der Probenvorbereitung zu bewerten. Während der Begehung sind anhand von mitgebrachten oder im Labor vorhandenen ZRM aktuelle Materialanalysen durchzuführen. Dabei sind alle vom Laboratorium definierten Elemente abzudecken.

Die Ergebnisse sind anhand der festgelegten Kalibrierdaten zu bewerten. Dies muss für die wichtigsten Legierungstypen Stahl- und Eisen sowie NE-Metalle erfolgen.

Der Fachbegutachter dokumentiert die Begutachtung im Nachweisblatt „Funkenemissionsspektrometrie“ und bewertet im Begutachtungsbericht das Verfahren.

4 Mitgeltende Unterlagen

71 SD 0 005	Merkblatt zur messtechnischen Rückführung im Rahmen von Akkreditierungsverfahren
71 SD 0 010	Einbeziehung von Eignungsprüfungen in die Akkreditierung
Eurachem Guide	The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics