

# DIN 54387-3:2016-12 (D)

Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe - Chemische Analyse von Borcarbid, Bornitrid und weiteren Metallboriden und elementarem Bor - Teil 3: Bestimmung der nichtmetallischen Haupt- und Nebenbestandteile Gesamtkohlenstoff, Gesamtsauerstoff und Gesamtstickstoff sowie des freien Kohlenstoffs in B<(Index)4>C und des Trocknungsverlustes in amorphem Bor

---

Inhalt	Seite
Vorwort.....	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen .....	6
3 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff $w(C_{ges})$ .....	6
3.1 Allgemeines.....	6
3.2 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff durch Infrarot-Messung nach Verbrennung im Induktionsofen.....	7
3.2.1 Anwendungsbereich.....	7
3.2.2 Kurzbeschreibung.....	7
3.2.3 Mögliche Störungen .....	7
3.2.4 Geräte.....	7
3.2.5 Reagenzien und Hilfsmittel.....	7
3.2.6 Kalibrierung.....	8
3.2.7 Probenvorbereitung.....	8
3.2.8 Durchführung der Prüfung.....	8
3.2.9 Berechnung .....	9
3.2.10 Angabe der Ergebnisse .....	9
3.2.11 Präzision .....	9
3.2.12 Prüfbericht .....	9
3.3 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff durch coulometrische Messung nach Verbrennung im Widerstandsröhrenofen .....	10
3.3.1 Anwendungsbereich.....	10
3.3.2 Kurzbeschreibung.....	10
3.3.3 Mögliche Störungen und ihre Beseitigung .....	10
3.3.4 Geräte.....	10
3.3.5 Reagenzien und Hilfsmittel.....	11
3.3.6 Kalibrierung.....	11
3.3.7 Probenvorbereitung.....	11
3.3.8 Durchführung der Prüfung.....	12
3.3.9 Berechnung .....	12
3.3.10 Angabe der Ergebnisse .....	13
3.3.11 Präzision .....	13
3.3.12 Prüfbericht .....	13
4 Coulometrische Bestimmung des freien Kohlenstoffs in Borcarbid nach nasschemischer Oxidation.....	13
4.1 Anwendungsbereich.....	13
4.2 Kurzbeschreibung.....	13
4.3 Mögliche Störungen und ihre Beseitigung .....	13
4.4 Geräte.....	13
4.5 Reagenzien und Hilfsmittel.....	14
4.6 Kalibrierung.....	14
4.7 Probenvorbereitung.....	14

4.8	Durchführung der Prüfung .....	15
4.8.1	Vorbereitung.....	15
4.8.2	Bestimmung des freien Kohlenstoffgehaltes .....	15
4.9	Berechnung .....	15
4.10	Angabe der Ergebnisse .....	15
4.11	Präzision .....	16
4.12	Prüfbericht .....	16
5	Bestimmung des Gehaltes an Gesamtsauerstoff und Gesamtstickstoff.....	16
5.1	Allgemeines.....	16
5.2	Bestimmung des Gehaltes an Gesamtsauerstoff und Gesamtstickstoff mittels Trägergasheißeextraktion .....	16
5.2.1	Anwendungsbereich.....	16
5.2.2	Kurzbeschreibung.....	16
5.2.3	Mögliche Störungen.....	17
5.2.4	Geräte.....	17
5.2.5	Reagenzien und Hilfsmittel.....	17
5.2.6	Kalibrierung.....	18
5.2.7	Probenvorbereitung.....	18
5.2.8	Durchführung der Prüfung .....	18
5.2.9	Berechnung .....	19
5.2.10	Angabe der Ergebnisse .....	20
5.2.11	Präzision des Verfahrens.....	20
5.2.12	Prüfbericht .....	20
5.3	Titrimetrische Bestimmung des Gehaltes an Gesamtstickstoff nach LiOH- Schmelzaufschluss .....	20
5.3.1	Anwendungsbereich.....	20
5.3.2	Kurzbeschreibung des Verfahrens .....	20
5.3.3	Mögliche Störungen.....	20
5.3.4	Geräte.....	20
5.3.5	Reagenzien und Hilfsmittel.....	21
5.3.6	Kalibrierung.....	21
5.3.7	Probenvorbereitung.....	21
5.3.8	Durchführung der Prüfung .....	22
5.3.9	Berechnung .....	23
5.3.10	Angabe der Ergebnisse .....	23
5.3.11	Präzision des Verfahrens.....	23
5.3.12	Prüfbericht .....	23
6	Bestimmung des Trocknungsverlustes.....	23
6.1	Anwendungsbereich.....	23
6.2	Kurzbeschreibung des Verfahrens .....	23
6.3	Geräte.....	24
6.4	Durchführung der Prüfung .....	24
6.5	Berechnung .....	24
6.6	Angabe der Ergebnisse .....	24
6.7	Präzision des Verfahrens.....	24
6.8	Prüfbericht .....	24
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten .....		25
A.1	Allgemeines.....	25
A.2	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Borcarbid Probe .....	25
A.2.1	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung von Gesamtkohlenstoff in der Borcarbid Probe.....	25
A.2.2	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die coulometrische Bestimmung des freien Kohlenstoffs nach nasschemischer Oxidation in der Borcarbid Probe.....	27

A.2.3	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung des Gesamtsauerstoffs mittels Trägergasheißextraktion in der Borcarbid Probe .....	28
A.2.4	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs mittels Trägergasheißextraktion in der Borcarbid Probe .....	29
A.3	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bornitrid Probe .....	30
A.3.1	Bei einem Laborversuch ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs in der Bornitrid Probe nach LiOH-Schmelzaufschluss .....	30
A.3.2	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung des Gesamtkohlenstoffs in der Bornitrid Probe mittels Infrarotmessung nach Verbrennung im Induktionsofen .....	31
A.3.3	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs mittels Trägergasheißextraktion in der Bornitrid Probe .....	32
A.3.4	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung des Gesamtsauerstoffs mittels Trägergasheißextraktion in der Bornitrid Probe .....	33
A.4	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte für die Probe amorphes Bor .....	34
A.4.1	Bei einem Laborversuch ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte für die Bestimmung des Trocknungsverlustes der Probe amorphes Bor .....	34
<b>Anhang B (informativ) Erläuterungen zu den Methoden .....</b>		<b>35</b>
B.1	Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff durch Infrarot-Messung nach Verbrennung im Induktionsofen .....	35
B.2	Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff durch coulometrische Messung nach Verbrennung im Widerstandsröhrenofen .....	36
B.3	Coulometrische Bestimmung des freien Kohlenstoffs in Borcarbid nach nasschemischer Oxidation .....	37
B.4	Bestimmung des Gehaltes an Gesamtsauerstoff und Gesamtstickstoff mittels Trägerheißextraktion .....	39
B.5	Titrimetrische Bestimmung des Gehaltes an Gesamtstickstoff nach LiOH Schmelzaufschluss .....	40
<b>Anhang C (informativ) Hinweise zur Ermittlung der Unsicherheit des Mittelwertes .....</b>		<b>41</b>
<b>Anhang D (informativ) Handelsübliche zertifizierte Referenzmaterialien .....</b>		<b>42</b>
<b>Literaturhinweise .....</b>		<b>43</b>