

# DIN EN ISO 21814:2023-02 (D)

## Hochleistungskeramik - Verfahren zur chemischen Analyse von Aluminiumnitridpulvern (ISO 21814:2019); Deutsche Fassung EN ISO 21814:2022

---

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	9
Vorwort.....	10
1 Anwendungsbereich.....	11
2 Normative Verweisungen .....	11
3 Begriffe .....	12
4 Analyten und Bereiche .....	12
5 Probenvorbereitung.....	13
5.1 Allgemeines.....	13
5.2 Probenahme.....	13
5.3 Trocknung .....	13
5.4 Wägen.....	13
6 Angabe der Analysewerte.....	13
6.1 Anzahl der Analysen.....	13
6.2 Blindprobe.....	13
6.3 Auswertung der Analysewerte.....	13
6.4 Darstellung der Analysewerte .....	13
7 Bestimmung des Aluminiumgehalts .....	14
7.1 Einteilung der Bestimmungsverfahren.....	14
7.2 ICP-OES nach Säureaufschluss .....	14
7.2.1 Kurzbeschreibung.....	14
7.2.2 Reagenzien .....	14
7.2.3 Prüfeinrichtung und Geräte.....	15
7.2.4 Durchführung .....	15
7.2.5 Blindprobe.....	15
7.2.6 Erstellung der Kalibrierkurve.....	15
7.2.7 Berechnung .....	16
7.3 CyDTA-Zink-Rücktitration nach Säuredruckaufschluss.....	16
7.3.1 Kurzbeschreibung.....	16
7.3.2 Reagenzien .....	16
7.3.3 Prüfeinrichtung und Geräte.....	16
7.3.4 Durchführung .....	17
7.3.5 Blindprobe.....	18
7.3.6 Berechnung .....	18
8 Bestimmung des Gesamtstickstoffgehalts.....	18
8.1 Einteilung der Bestimmungsverfahren.....	18
8.2 Acidimetrische Titration nach Säuredruckaufschluss und Destillationstrennung.....	19
8.2.1 Kurzbeschreibung.....	19
8.2.2 Reagenzien .....	19
8.2.3 Prüfeinrichtung.....	20
8.2.4 Durchführung .....	21
8.2.5 Messung der Ausbeute.....	22
8.2.6 Berechnung .....	22
8.3 Acidimetrische Titration nach direktem Aufschluss und Destillationstrennung .....	23

8.3.1	Kurzbeschreibung.....	23
8.3.2	Reagenzien .....	23
8.3.3	Prüfeinrichtung .....	23
8.3.4	Durchführung .....	23
8.3.5	Messung der Ausbeute.....	23
8.3.6	Berechnung .....	23
8.4	Thermische Konduktometrie nach Inertgas-Schmelzextraktion.....	23
8.4.1	Kurzbeschreibung.....	23
8.4.2	Reagenzien .....	24
8.4.3	Prüfeinrichtung .....	24
8.4.4	Gerät .....	24
8.4.5	Durchführung .....	25
8.4.6	Blindprobe.....	26
8.4.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten.....	26
8.4.8	Berechnung .....	27
9	Bestimmung der Gehalte an Natrium und Kalium .....	27
9.1	Einteilung der Bestimmungsverfahren.....	27
9.2	Flammenemission nach Säuredruckaufschluss .....	27
9.2.1	Kurzbeschreibung.....	27
9.2.2	Reagenzien .....	28
9.2.3	Geräte.....	28
9.2.4	Durchführung .....	28
9.2.5	Blindprobe.....	29
9.2.6	Erstellen der Kalibrierkurve .....	29
9.2.7	Berechnung .....	29
9.3	Atomabsorptionsspektrometrie nach Säuredruckaufschluss.....	29
9.3.1	Kurzbeschreibung.....	29
9.3.2	Reagenzien .....	29
9.3.3	Geräte.....	29
9.3.4	Durchführung .....	29
9.3.5	Blindversuch.....	30
9.3.6	Erstellen der Kalibrierkurve .....	30
9.3.7	Berechnung .....	30
10	Bestimmung der Spurenelementgehalte.....	30
10.1	Einteilung der Bestimmungsverfahren.....	30
10.2	ICP-OES nach Säureaufschluss .....	30
10.2.1	Kurzbeschreibung.....	30
10.2.2	Reagenzien .....	30
10.2.3	Prüfeinrichtung und Geräte.....	31
10.2.4	Durchführung .....	31
10.2.5	Blindprobe.....	32
10.2.6	Erstellen der Kalibrierkurve .....	32
10.2.7	Berechnung .....	32
10.3	ICP-OES nach Säuredruckaufschluss.....	33
10.3.1	Allgemeines.....	33
10.3.2	Reagenzien .....	33
10.3.3	Prüfeinrichtung und Geräte.....	33
10.3.4	Durchführung .....	33
10.3.5	Blindprobe.....	33
10.3.6	Erstellen der Kalibrierkurve .....	33
10.3.7	Berechnung .....	33
11	Bestimmung des Sauerstoffgehalts .....	33
11.1	Kurzbeschreibung.....	33
11.2	Reagenzien .....	33
11.3	Prüfeinrichtung .....	34
11.4	Geräte.....	34

11.5	Durchführung	34
11.6	Blindprobe	34
11.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten	34
11.8	Berechnung	34
12	Bestimmung des Kohlenstoffgehalts	35
12.1	Einteilung der Bestimmungsverfahren	35
12.2	IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung (Widerstandsofen)	35
12.2.1	Kurzbeschreibung	35
12.2.2	Reagenzien	35
12.2.3	Prüfeinrichtung	35
12.2.4	Gerät	36
12.2.5	Durchführung	37
12.2.6	Blindprobe	37
12.2.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten	37
12.2.8	Berechnung	38
12.3	Thermische Konduktometrie nach Verbrennung (Hochfrequenz-Heizofen)	38
12.3.1	Kurzbeschreibung	38
12.3.2	Reagenzien	38
12.3.3	Prüfeinrichtung	38
12.3.4	Gerät	39
12.3.5	Durchführung	39
12.3.6	Blindprobe	40
12.3.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten	40
12.3.8	Berechnung	40
12.4	IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung (Hochfrequenz-Heizofen)	40
12.4.1	Kurzbeschreibung	40
12.4.2	Reagenzien	40
12.4.3	Prüfeinrichtung	40
12.4.4	Gerät	41
12.4.5	Durchführung	41
12.4.6	Blindprobe	42
12.4.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten	42
12.4.8	Berechnung	42
13	Bestimmung der Gehalte an Fluor und Chlor	42
13.1	Kurzbeschreibung	42
13.2	Reagenzien	42
13.3	Prüfeinrichtung und Geräte	43
13.4	Durchführung	44
13.4.1	Extraktion von Fluor und Chlor aus der Probe	44
13.4.2	Bestimmung der Gehalte an Fluor und Chlor	44
13.5	Blindprobe	45
13.6	Erstellen der Kalibrierkurve	45
13.7	Berechnung	45
14	Prüfbericht	45
Anhang A (informativ) Analyseergebnisse aus dem Ringversuch		46
Literaturhinweise		49

## Bilder

Bild 1	— Beispiel für ein verschlossenes Aufschlussgefäß	17
Bild 2	— Beispiel für ein Dampfdestillationsgerät	21
Bild 3	— Beispiele für Graphittiegel	24

<b>Bild 4 — Blockschaltbild der thermischen Konduktometrie nach Inertgas-Schmelzextraktion .....</b>	<b>25</b>
<b>Bild 5 — Blockschaltbild eines Kohlenstoffanalysators für IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung (Widerstandsofen).....</b>	<b>36</b>
<b>Bild 6 — Blockschaltbild eines Kohlenstoffanalysators für eine thermische Konduktometrie nach Verbrennung (Hochfrequenz-Heizofen).....</b>	<b>39</b>
<b>Bild 7 — Blockschaltbild eines Kohlenstoffanalysators für eine IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung (Hochfrequenz-Heizofen).....</b>	<b>41</b>
<b>Bild 8 — Beispiel für die Pyrohydrolyseapparatur zur Extraktion von Fluor und Chlor.....</b>	<b>43</b>

## **Tabellen**

<b>Tabelle 1 — Toleranzen für die Analysewerte.....</b>	<b>14</b>
<b>Tabelle 2 — Beispiele für die Analysenwellenlänge für jedes einzelne Element.....</b>	<b>32</b>
<b>Tabelle A.1 — Analyseergebnisse des Ringversuchs (ICP-OES nach Säureaufschluss) .....</b>	<b>47</b>