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

Bild 4 — Blockschaltbild der thermischen Konduktometrie nach Inertgas-Schmelzextraktion 25

Bild 5 — Blockschaltbild eines Kohlenstoffanalysators für IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung (Widerstandsofen) 36

Bild 6 — Blockschaltbild eines Kohlenstoffanalysators für eine thermische Konduktometrie nach Verbrennung (Hochfrequenz-Heizofen) 39

Bild 7 — Blockschaltbild eines Kohlenstoffanalysators für eine IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung (Hochfrequenz-Heizofen) 41

Bild 8 — Beispiel für die Pyrohydrolyseapparatur zur Extraktion von Fluor und Chlor 43

Tabellen

Tabelle 1 — Toleranzen für die Analysewerte 14

Tabelle 2 — Beispiele für die Analysenwellenlänge für jedes einzelne Element 32

Tabelle A.1 — Analyseergebnisse des Ringversuchs (ICP-OES nach Säureaufschluss) 47