

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