

DIN EN ISO 17947:2023-06 (D)

Hochleistungskeramik – Verfahren zur chemischen Analyse von feinen Pulvern aus Siliciumnitrid (ISO 17947:2014); Deutsche Fassung EN ISO 17947:2023

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	8
Vorwort.....	9
Einleitung.....	10
1 Anwendungsbereich.....	11
2 Normative Verweisungen.....	11
3 Analyten und Bereiche.....	12
4 Vorbereitung von Proben.....	12
4.1 Probenahme.....	12
4.2 Trocknung.....	12
4.3 Wägen.....	12
5 Prüfeinrichtung und Reagenzien.....	12
6 Blindversuch.....	13
7 Bestimmung des Gesamtsiliciumgehalts.....	13
7.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren.....	13
7.2 Gravimetrie und ICP-OES nach alkalischem Schmelzaufschluss.....	13
7.2.1 Kurzbeschreibung.....	13
7.2.2 Reagenzien.....	13
7.2.3 Prüfeinrichtungen und Geräte.....	13
7.2.4 Durchführung.....	14
7.2.5 Blindversuch.....	15
7.2.6 Erstellen der Kalibrierkurve.....	15
7.2.7 Berechnung.....	15
7.3 Röntgenfluoreszenzanalyse (XRF) mit Schmelzaufschluss-Verfahren.....	15
8 Bestimmung des Gesamtstickstoffgehalts.....	16
8.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren.....	16
8.2 Acidimetrische Titration nach Säuredruckaufschluss und Destillationstrennung.....	16
8.2.1 Kurzbeschreibung.....	16
8.2.2 Reagenzien.....	16
8.2.3 Prüfeinrichtung.....	17
8.2.4 Durchführung.....	20
8.2.5 Messung der Ausbeute.....	20
8.2.6 Berechnung.....	21
8.3 Thermische Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion.....	21
8.3.1 Kurzbeschreibung.....	21
8.3.2 Reagenzien.....	21
8.3.3 Prüfeinrichtung.....	22
8.3.4 Messgerät.....	22
8.3.5 Durchführung.....	23
8.3.6 Blindversuch.....	23
8.3.7 Berechnung des Kalibrierkoeffizienten.....	24
8.3.8 Berechnung.....	24
8.4 Acidimetrische Titration nach Schmelzen und Ammoniaktrennung.....	24

9	Bestimmung von Aluminium, Eisen und Calcium	25
9.1	Kurzbeschreibung.....	25
9.2	Reagenzien	25
9.3	Prüfeinrichtungen und Geräte.....	25
9.4	Durchführung.....	25
9.5	Blindversuch.....	26
9.6	Erstellen der Kalibrierkurve	26
9.7	Berechnung	26
10	Bestimmung von Sauerstoff.....	27
10.1	Kurzbeschreibung.....	27
10.2	Reagenzien	27
10.3	Prüfeinrichtung	27
10.4	Messgerät.....	27
10.5	Durchführung.....	27
10.6	Blindversuch.....	27
10.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten.....	28
10.8	Berechnung	28
11	Bestimmung von Kohlenstoff.....	29
11.1	Klassifizierung der Bestimmungsverfahren	29
11.2	IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung (Hochfrequenz-Ofen)	29
11.2.1	Kurzbeschreibung.....	29
11.2.2	Reagenzien	29
11.2.3	Prüfeinrichtung	29
11.2.4	Messgerät.....	30
11.2.5	Durchführung.....	30
11.2.6	Blindversuch.....	30
11.2.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten.....	31
11.2.8	Berechnung	31
11.3	Coulometrie nach Verbrennung (Widerstandsofen).....	32
11.4	Gravimetrie nach Verbrennung (Widerstandsofen)	32
11.5	Konduktometrie nach Verbrennung (Widerstandsofen)	32
12	Bestimmung von Fluor und Chlor	32
12.1	Kurzbeschreibung.....	32
12.2	Reagenzien	32
12.3	Prüfeinrichtung und Geräte.....	33
12.4	Durchführung.....	33
12.4.1	Extraktion von Fluor und Chlor aus der Probe.....	33
12.4.2	Bestimmung von Fluor und Chlor	33
12.5	Blindversuch.....	34
12.6	Erstellen der Kalibrierkurve	34
12.7	Berechnung	34
13	Angabe der Ergebnisse der Analyse	35
13.1	Anzahl der Analysen.....	35
13.2	Auswertung der Analysenergebnisse	35
13.3	Angabe der Analysenergebnisse	35
14	Prüfbericht	36
	Anhang A (informativ) Liste von handelsüblichen zertifizierten Referenzmaterialien.....	37
	Anhang B (informativ) Analysenergebnisse aus einem Ringversuch.....	38
	Anhang C (informativ) ICP-OES-Spektrallinien.....	45
	Literaturhinweise	46

Bilder

Bild 1 — Beispiel für ein verschlossenes Aufschlussgefäß.....	18
Bild 2 — Beispiel für ein Dampfdestillationsgerät.....	19
Bild 3 — Beispiel für einen Graphittiegel.....	22
Bild 4 — Blockdiagramm der thermischen Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion	23
Bild 5 — Blockdiagramm eines Analysators für Kohlenstoff für die IR-Spektrometrie nach Verbrennung	30

Tabellen

Tabelle 1 — Toleranzwerte für die Analysenergebnisse	36
Tabelle B.1 — Analysenergebnisse mit JCRM R 003 für Haupt- und Nebenelemente in % (Massenanteil)	38
Tabelle B.2 — Analysenergebnisse mit JCRM R 004 für Haupt- und Nebenelemente in % (Massenanteil)	40
Tabelle B.3 — Analysenergebnisse mit JCRM R 005 für Haupt- und Nebenelemente in % (Massenanteil)	42
Tabelle B.4 — Analysenergebnisse mit JCRMs für Fluor und Chlor in % (Massenanteil)	44