

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 |