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**