# DIN 54387-4:2023-08 (D)

## Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe - Chemische Analyse von Borcarbid, Bornitrid, Metallboriden und elementarem Bor - Teil 4: Bestimmung metallischer Hauptbestandteile und Spurenverunreinigungen

## Inhalt

Seite


Vorwort ..... 5

1 Anwendungsbereich ..... 6

2 Normative Verweisungen ..... 6

3 Begriffe ..... 6

4 Nasschemische Aufschlussverfahren für die Bestimmung metallischer Hauptbestandteile und Spurenverunreinigungen ..... 6

4.1 Nasschemische Aufschlussverfahren nach DIN 54387-2 ..... 6

4.2 Säure-Druck-Aufschluss von Borcarbid, Bornitrid, Calciumborid, Titanborid und Zirconiumborid ..... 7

4.2.1 Anwendungsbereich des Verfahrens ..... 7

4.2.2 Kurzbeschreibung ..... 7

4.2.3 Geräte ..... 7

4.2.4 Reagenzien und Hilfsmittel ..... 8

4.2.5 Probenvorbereitung ..... 8

4.2.6 Durchführung ..... 8

4.3 Säureaufschluss von Zirconiumborid ..... 9

4.3.1 Anwendungsbereich des Verfahrens ..... 9

4.3.2 Kurzbeschreibung ..... 9

4.3.3 Geräte ..... 9

4.3.4 Reagenzien ..... 10

4.3.5 Probenvorbereitung ..... 10

4.3.6 Durchführung ..... 10

4.4 Säureaufschluss von Titanborid ..... 11

4.4.1 Anwendungsbereich des Verfahrens ..... 11

4.4.2 Kurzbeschreibung ..... 11

4.4.3 Geräte ..... 11

4.4.4 Reagenzien ..... 11

4.4.5 Probenvorbereitung ..... 11

4.4.6 Durchführung ..... 12

4.5 Säureaufschluss von kristallinem Bor ..... 12

4.5.1 Anwendungsbereich des Verfahrens ..... 12

4.5.2 Kurzbeschreibung ..... 12

4.5.3 Geräte ..... 13

4.5.4 Reagenzien ..... 13

4.5.5 Probenvorbereitung ..... 13

4.5.6 Durchführung ..... 13

4.6 Säureaufschluss von Lanthanborid ..... 14

4.6.1 Anwendungsbereich des Verfahrens ..... 14

4.6.2 Kurzbeschreibung ..... 14

4.6.3 Geräte ..... 14

4.6.4 Reagenzien ..... 14

4.6.5 Probenvorbereitung ..... 14

4.6.6 Durchführung ..... 15

5 Extraktion salzsäurelöslicher Eisenverbindungen in Borcarbid ..... 15

**5.1 Allgemeines ... 15**
**5.2 Anwendungsbereich des Verfahrens ... 15**
**5.3 Kurzbeschreibung ... 15**
**5.4 Geräte ... 15**
**5.5 Reagenzien ... 16**
**5.6 Probenvorbereitung ... 16**
**5.7 Durchführung ... 16**

**6 Feststoffverfahren ... 16**
**6.1 Allgemeines ... 16**
**6.2 Direkte Bestimmung der Spurenverunreinigungen mittels optischer Emissionsspektrometrie und Anregung im Gleichstrombogen (DCArc-OES) ... 17**
**6.2.1 Anwendungsbereich des Verfahrens ... 17**
**6.2.2 Kurzbeschreibung ... 17**
**6.2.3 Probenvorbereitung ... 17**
**6.3 Direkte Bestimmung der Spurenverunreinigungen mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) und elektrothermischer Verdampfung (ETV) ... 17**
**6.3.1 Anwendungsbereich des Verfahrens ... 17**
**6.3.2 Kurzbeschreibung ... 18**
**6.3.3 Probenvorbereitung ... 18**
**6.4 Herstellung einer Boratglastablette zur Bestimmung von Lanthan in Lanthanborid mittels RFA ... 18**
**6.4.1 Anwendungsbereich des Verfahrens ... 18**
**6.4.2 Kurzbeschreibung ... 18**
**6.4.3 Geräte ... 18**
**6.4.4 Reagenzien ... 19**
**6.4.5 Probenvorbereitung ... 19**
**6.4.6 Durchführung ... 19**
**6.4.7 Berechnung ... 20**
**6.4.8 Angabe der Ergebnisse ... 20**
**6.4.9 Prüfbericht ... 20**

**7 Bestimmung von Ti in Titanborid nach alkalischem Schmelzaufschluss mit einem photometrischen Verfahren ... 20**
**7.1 Anwendungsbereich des Verfahrens ... 20**
**7.2 Kurzbeschreibung ... 20**
**7.3 Geräte ... 20**
**7.4 Reagenzien ... 21**
**7.5 Probenvorbereitung ... 21**
**7.6 Durchführung ... 21**
**7.7 Kalibrierung ... 22**
**7.8 Berechnung ... 23**
**7.9 Angabe der Ergebnisse ... 23**
**7.10 Präzision ... 23**
**7.11 Prüfbericht ... 23**

**Anhang A (informativ) Bestimmung von Spurenverunreinigungen in Borcarbid mittels DCArc-OES ... 24**

**Anhang B (informativ) Bestimmung von Spurenverunreinigungen in Bornitrid mittels ETV-ICP-OES ... 26**

**Anhang C (informativ) Präzisionsdaten ... 27**
**C.1 Allgemeines ... 27**
**C.1.1 Wiederholpräzision ... 27**
**C.1.2 Vergleichspräzision ... 27**
**C.2 Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung des Titangehaltes in der Titanborid-Probe mit dem photometrischen Verfahren ... 27**

**C.2.1 Präzisionsdaten** ..... **27**
**C.2.2 Einzelwerte** ..... **28**

**Literaturhinweise** ..... **29**

## Tabellen

**Tabelle 1 — Parameter für Säure-Druck-Aufschluss** ..... **9**

**Tabelle 2 — Kalibrierlösungen** ..... **22**

**Tabelle A.1 — Gleichstrombogen-Parameter** ..... **24**

**Tabelle A.2 — Vorschläge für Emissionslinien und Arbeitsbereiche, gültig für Borcarbid** ..... **24**

**Tabelle B.1 — ETV-Temperaturprogramm** ..... **26**

**Tabelle C.1 — Präzisionsdaten für die Bestimmung des Titangehaltes in der Titanborid-Probe mit dem photometrischen Verfahren** ..... **27**

**Tabelle C.2 — Einzelwerte für die Bestimmung des Titangehaltes in der Titanborid-Probe mit dem photometrischen Verfahren** ..... **28**