

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 Boratglatablette 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