DIN 51457:2024-07 (D)

Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe - Direkte Bestimmung der Massenanteile von Spurenverunreinigungen in pulver-, kornförmigem und stückigem Graphit mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) und elektrothermischer Verdampfung (ETV) unter Einwirkung eines halogenierenden Reaktionsgases (Modifiers)

Inhalt

Seite

Vorwort 4
1 Anwendungsbereich 5
2 Normative Verweisungen 5
3 Begriffe 5
4 Kurzbeschreibung 5
5 Grundlagen 6
6 Geräte 8
7 Reagenzien und Hilfsmittel 9
8 Probenahme und Probenvorbereitung 9
9 Vorbereitende Schritte 10
10 Kalibrierung 10
11 Durchführung 10
12 Wellenlängen, Bestimmungsgrenzen und Arbeitsbereich 12
13 Berechnung der Ergebnisse und Auswertung 12
14 Angabe der Ergebnisse 12
15 Präzision des Verfahrens 12
16 Prüfbericht 13
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten 14
A.1 Allgemeines 14
A.2 Ermittelte Präzisionsdaten der Ringversuchsergebnisse für die Graphitprobe 14
Anhang B (informativ) Wellenlängen und Bestimmungsgrenzen 16
Anhang C (informativ) Mögliche Störungen 18
C.1 Allgemeines 18
C.2 Spektrale Störungen 18
C.2.1 Linienkoinzidenzen 18
C.2.2 Bandenkoinzidenzen 18
C.2.3 Untergrundbeeinflussung 19
C.2.4 Linienumkehr, Selbstabsorption 19
C.2.5 Fehlstrahlung 19
C.3 Nicht-spektrale Störungen 19
C.3.1 Störung durch die physikalischen Eigenschaften der Probe 19
C.3.2 Störung durch Ablagerungen 19
C.3.3 Störung durch Verschleppen 19
C.3.4 Ionisationsinterferenzen 20
C.3.5 Änderung der elektrischen Einkopplungseffizienz 20

C.4 Schlussfolgerung **20**

Anhang D (informativ) Anwendung der Norm auf organische Proben **21**

Anhang E (informativ) Hinweise zur Ermittlung der Unsicherheit des Mittelwertes **22**

Anhang F (informativ) Handelsübliche Referenzmaterialien **23**

Anhang G (informativ) Kalibrierung mit wässrigen Lösungen **24**

Literaturhinweise **25**

Bilder

Bild 1 — Schematische Darstellung der ETV-Gasführung mit den Gasströmen Trägergas, Bypass-Gas, Reaktionsgas und Schutzgas **6**

Bild 2 — Schematische Darstellung der ETV-ICP-Kopplung (Beispiel) **7**

Bild 3 — Schematische Darstellung des Graphitrohres und des Übergangsbereichs zwischen Graphit- und Transportrohr (Beispiel) **8**

Tabellen

Tabelle A.1 — Präzisionsdaten für die Bestimmung von Ag, Al, As, B, Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, S, Sb, Si, Sn, Sr, Ti, V, W, Y, Zn, Zr in der Graphitprobe **14**

Tabelle B.1 — Empfohlene Spektrallinien und Bestimmungsgrenzen **16**