

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