E DIN EN ISO 17947-1:2026-02 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2026-01-09

Hochleistungskeramik - Verfahren zur chemischen Analyse von Pulvern aus Siliciumnitrid - Teil 1: Nasschemische Verfahren, Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) unter Anwendung des Schmelzaufschluss-Verfahrens, Trägergasheißextraktion (CGHE) und Verbrennungsverfahren (ISO/DIS 17947-1:2025); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 17947-1:2025

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) - Methods for chemical analysis of silicon nitride powders - Part 1: Wet chemical methods, X-ray fluorescence (XRF) using the fused cast-bead method, carrier-gas hot extraction (CGHE) and combustion methods (ISO/DIS 17947-1:2025); German and English version prEN ISO 17947-1:2025

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 7

Vorwort 8

Einleitung 9

1 Anwendungsbereich 10

2 Normative Verweisungen 10

3 Analyten und Bereiche 10

4 Vorbereitung von Proben 11
4.1 Allgemeines 11
4.2 Probenahme 11
4.3 Trocknung 11
4.4 Wägen 11

5 Prüfeinrichtung und Reagenzien 11

6 Blindversuch 11

7 Bestimmung des Siliciumgehalts 12
7.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren 12
7.2 Gravimetrie und ICP-OES nach alkalischem Schmelzaufschluss 12
7.2.1 Kurzbeschreibung 12
7.2.2 Reagenzien 12
7.2.3 Prüfeinrichtungen und Geräte 12
7.2.4 Durchführung 13
7.2.5 Blindversuch 14
7.2.6 Kalibrierung 14
7.2.7 Berechnung 14
7.3 Röntgenfluoreszenzanalyse (XRF) mit Schmelzaufschluss-Verfahren 14

8 Bestimmung des Stickstoffgehalts 15
8.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren 15
8.2 Acidimetrische Titration nach Säuredruckaufschluss und Destillationstrennung 15
8.2.1 Kurzbeschreibung 15
8.2.2 Reagenzien 15
8.2.3 Prüfeinrichtung 16
8.2.4 Durchführung 19
8.2.5 Messung der Ausbeute 19

8.2.6 Berechnung ... 20
8.3 Thermische Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion ... 20
8.3.1 Kurzbeschreibung ... 20
8.3.2 Reagenzien ... 20
8.3.3 Prüfeinrichtung ... 21
8.3.4 Messgerät ... 21
8.3.5 Durchführung ... 22
8.3.6 Blindversuch ... 22
8.3.7 Berechnung des Kalibrierkoeffizienten ... 22
8.3.8 Berechnung ... 23
8.4 Acidimetrische Titration nach Schmelzen und Ammoniaktrennung ... 23

9 Bestimmung von Aluminium, Eisen und Calcium ... 23
9.1 Kurzbeschreibung ... 23
9.2 Reagenzien ... 23
9.3 Prüfeinrichtungen und Geräte ... 24
9.4 Durchführung ... 24
9.5 Blindversuch ... 25
9.6 Kalibrierung ... 25
9.7 Berechnung ... 25

10 Bestimmung von Sauerstoff ... 26
10.1 Kurzbeschreibung ... 26
10.2 Reagenzien ... 26
10.3 Prüfeinrichtung ... 26
10.4 Messgerät ... 26
10.5 Durchführung ... 26
10.6 Blindversuch ... 26
10.7 Berechnung des Kalibrierkoeffizienten ... 26
10.8 Berechnung ... 27

11 Bestimmung von Kohlenstoff ... 27
11.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren ... 27
11.2 IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung (Induktionsofen) ... 28
11.2.1 Kurzbeschreibung ... 28
11.2.2 Reagenzien ... 28
11.2.3 Prüfeinrichtung ... 28
11.2.4 Messgerät ... 28
11.2.5 Durchführung ... 29
11.2.6 Blindversuch ... 29
11.2.7 Berechnung des Kalibrierkoeffizienten ... 29
11.2.8 Berechnung ... 30
11.3 Coulometrie nach Verbrennung (Widerstandsofen) ... 30
11.4 Wärmeleitfähigkeit nach Verbrennung (Widerstandsofen) ... 30

12 Bestimmung von Fluor und Chlor ... 30
12.1 Kurzbeschreibung ... 30
12.2 Reagenzien ... 31
12.3 Prüfeinrichtung und Geräte ... 31
12.4 Durchführung ... 32
12.4.1 Extraktion von Fluor und Chlor aus der Probe ... 32
12.4.2 Bestimmung von Fluor und Chlor ... 32
12.5 Blindversuch ... 32
12.6 Kalibrierung ... 33
12.7 Berechnung ... 33

13 Angabe der Ergebnisse der Analyse ... 33
13.1 Anzahl der Analysen ... 33
13.2 Auswertung der Analysenergebnisse ... 34
13.3 Angabe der Analysenergebnisse ... 34

14 Prüfbericht **34**
Anhang A (informativ) Liste handelsüblicher zertifizierter Referenzmaterialien **36**
Anhang B (informativ) Analysenergebnisse aus einem Ringversuch **37**
Anhang C (informativ) ICP-OES-Spektrallinien **44**
Literaturhinweise **45**

Bilder

Bild 1 — Beispiel für ein verschlossenes Aufschlussgefäß **17**
Bild 2 — Beispiel für ein Dampfdestillationsgerät **18**
Bild 3 — Blockdiagramm der thermischen Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion **21**
Bild 4 — Blockdiagramm eines Analysators für Kohlenstoff für die IR-Spektrometrie nach Verbrennung **28**

Tabellen

Tabelle 1 — Toleranzwerte für die Analysenergebnisse **34**
Tabelle B.1 — Analysenergebnisse mit JCRM R 003 für Haupt- und Nebenelemente in % (Massenanteil) **37**
Tabelle B.2 — Analysenergebnisse mit JCRM R 004 für Haupt- und Nebenelemente in % (Massenanteil) **39**
Tabelle B.3 — Analysenergebnisse mit JCRM R 005 für Haupt- und Nebenelemente in % (Massenanteil) **41**
Tabelle B.4 — Analysenergebnisse mit JCRMs für Fluor und Chlor in % (Massenanteil) **43**