

# DIN 54387-2:2016-12 (D)

Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe - Chemische Analyse von Borcarbid, Bornitrid, Metallboriden und elementarem Bor - Teil 2: Bestimmung von Gesamtbor, löslichen Borverbindungen, von  $\text{HNO}_3$ -löslichem Bor in  $\text{B}_4\text{C}$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ -löslichen und unlöslichen Anteilen in amorphem Bor und von  $\text{HF}/\text{HNO}_3$ -unlöslichen Anteilen in Titanborid

---

Inhalt	Seite
Vorwort.....	6
1 Anwendungsbereich.....	7
2 Normative Verweisungen.....	7
3 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtbor ( $B_{\text{ges}}$ ).....	7
3.1 Allgemeines.....	7
3.2 Titrimetrische Bestimmung des Gehaltes an $B_{\text{ges}}$ in Anwesenheit von Mannitlösung.....	7
3.2.1 Allgemeines.....	7
3.2.2 Kurzbeschreibung.....	8
3.2.3 Mögliche Störungen und ihre Beseitigung.....	8
3.2.4 Geräte.....	9
3.2.5 Reagenzien und Hilfsmittel.....	9
3.2.6 Probenvorbereitung.....	10
3.2.7 Aufschlussverfahren für verschiedene Probenmaterialien.....	10
3.2.8 Bariumcarbonatfällung.....	13
3.2.9 Titrimetrische Bor-Bestimmung.....	14
3.2.10 Kalibrierung.....	15
3.2.11 Berechnung.....	15
3.2.12 Angabe der Ergebnisse.....	15
3.2.13 Präzision.....	15
3.2.14 Prüfbericht.....	15
3.3 Bestimmung des Gehaltes an $B_{\text{ges}}$ mittels optischer Emissionsspektrometrie und induktiv gekoppeltem Plasma.....	16
3.3.1 Allgemeines.....	16
3.3.2 Kurzbeschreibung.....	16
3.3.3 Mögliche Störungen und ihre Beseitigung.....	16
3.3.4 Geräte.....	16
3.3.5 Reagenzien und Hilfsmittel.....	17
3.3.6 Kalibrierung.....	18
3.3.7 Probenvorbereitung.....	18
3.3.8 Durchführung der Prüfung.....	18
3.3.9 Berechnung.....	19
3.3.10 Angabe der Ergebnisse.....	19
3.3.11 Präzision.....	19
3.3.12 Prüfbericht.....	19
4 Bestimmung des Gehaltes an $\text{H}_2\text{O}$ - und $\text{HNO}_3$ -löslichem Bor.....	19
4.1 Bestimmung des Gehaltes an löslichen Borverbindungen, berechnet als $\text{B}_2\text{O}_3$ , mittels Titrimetrie in Anwesenheit von Mannit oder optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES).....	19
4.1.1 Allgemeines.....	19
4.1.2 Kurzbeschreibung.....	20
4.1.3 Mögliche Störungen und ihre Beseitigung.....	20

4.1.4	Geräte.....	20
4.1.5	Reagenzien und Hilfsmittel.....	20
4.1.6	Probenvorbereitung.....	21
4.1.7	Durchführung der Prüfung .....	22
4.1.8	Berechnung .....	23
4.1.9	Angabe der Ergebnisse.....	24
4.1.10	Präzision des Verfahrens.....	24
4.1.11	Prüfbericht .....	24
4.2	<b>Bestimmung des Gehaltes an HNO<sub>3</sub>-löslichem Bor in Borcarbid mittels Titrimetrie in Anwesenheit von Mannit oder optischer Emissionsspektrometrie und mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES).....</b>	<b>24</b>
4.2.1	Allgemeines.....	24
4.2.2	Kurzbeschreibung.....	24
4.2.3	Mögliche Störungen und ihre Beseitigung .....	25
4.2.4	Geräte.....	25
4.2.5	Probenvorbereitung.....	25
4.2.6	Durchführung der Prüfung .....	25
4.2.7	Berechnung .....	27
4.2.8	Angabe der Ergebnisse.....	27
4.2.9	Präzision des Verfahrens.....	27
4.2.10	Prüfbericht .....	27
5	<b>Bestimmung der H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-unlöslichen Anteile in amorphem Bor .....</b>	<b>28</b>
5.1	Allgemeines.....	28
5.2	Kurzbeschreibung.....	28
5.3	Geräte.....	28
5.3.1	Membranfilter, Porenweite = 0,45 µm.....	28
5.3.2	Analysenwaage, ablesbar auf mindestens 0,1 mg. ....	28
5.4	Reagenzien und Hilfsmittel.....	28
5.4.1	Wasserstoffperoxid, H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , c(H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ) = 32 % (Massenanteil).....	28
5.4.2	Salpetersäure, HNO <sub>3</sub> , c(HNO <sub>3</sub> ) ≅ 14 mol/l. ....	28
5.5	Probenvorbereitung.....	28
5.6	Durchführung der Prüfung .....	28
5.7	Berechnung .....	29
5.8	Angabe der Ergebnisse.....	29
5.9	Präzision des Verfahrens.....	29
5.10	Prüfbericht .....	29
6	<b>Bestimmung der H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-löslichen Anteile in amorphem Bor (Reinheit von amorphem Bor) .....</b>	<b>29</b>
6.1	Allgemeines.....	29
6.2	Kurzbeschreibung des Verfahrens .....	29
6.3	Mögliche Störungen und ihre Beseitigung .....	29
6.4	Geräte.....	30
6.4.1	Analysenwaage, ablesbar auf mindestens 0,1 mg. ....	30
6.4.2	Titriergerät zur potentiometrischen Bestimmung, bestehend aus .....	30
6.5	Reagenzien und Hilfsmittel.....	30
6.5.1	Wasserstoffperoxid, H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , c(H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ) = 32 % (Massenanteil). ....	30
6.5.2	Natronlauge, NaOH, c(NaOH) = 1 mol/l, CO <sub>2</sub> -frei; bevorzugt luftdicht verschlossener Behälter, luftdicht verbunden mit der Titrationseinheit.....	30
6.5.3	Salpetersäure, HNO <sub>3</sub> , c(HNO <sub>3</sub> ) ≅ 14 mol/l. ....	30
6.5.4	Salzsäure, HCl, c(HCl) ≅ 5 mol/l.....	30
6.5.5	Mannit, C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> O <sub>2</sub> . ....	30
6.5.6	pH-Kalibrierlösungen, zum Beispiel mit einem pH-Wert von 4,0, 7,0, 9,0, und Urtitersubstanzen zum Einstellen des Titers der Natronlauge (6.5.2).....	30
6.5.7	Kalibriersubstanzen, Borsäure oder handelsübliche Bor-Standardlösung.....	30
6.6	Kalibrierung und Überprüfung der Geräte.....	30

6.7	Probenvorbereitung.....	30
6.8	Durchführung der Prüfung.....	31
6.9	Berechnung .....	31
6.10	Angabe der Ergebnisse .....	31
6.11	Präzision .....	32
6.12	Prüfbericht .....	32
7	Bestimmung der HF/HNO <sub>3</sub> -unlöslichen Anteile in Titanborid .....	32
7.1	Allgemeines.....	32
7.2	Kurzbeschreibung.....	32
7.3	Geräte.....	32
7.3.1	Membranfilter, Zellulosenitrat, Ø 20 mm oder 50 mm, Porenweite = 0,45 µm.....	32
7.3.2	Analysenwaage, ablesbar auf mindestens 0,01 mg.....	32
7.3.3	Kunststoffbecher, min. 400 ml, resistent gegen Fluss- und Salpetersäure, z. B. Perfluoralkoxy (PFA) oder Polypropylen (PP) mit Deckel.....	32
7.3.4	Magnetrührer, mit Magnetührstab.....	32
7.3.5	Kühlvorrichtung, Kristallisierschale (2 000 ml) mit Eiswasser oder Umlaufkühler mit externem Kühlbad, geeignet, um den Kunststoffbecher (7.3.3) mit Inhalt auf eine Temperatur von < 4 °C abzukühlen.....	32
7.3.6	Filtriervorrichtung für Membranfilter, mit 2 l Saugflasche und einem für den Membranfilter (7.3.1) passenden Filtrieraufsatz.....	32
7.4	Reagenzien und Hilfsmittel.....	32
7.4.1	Flusssäure, HF, c(HF) = 40 % (Massenanteil) ≅ 23 mol/l.....	33
7.4.2	Salpetersäure, HNO <sub>3</sub> , c(HNO <sub>3</sub> ) = 65 % (Massenanteil) ≅ 14 mol/l.....	33
7.4.3	Säuregemisch, HF (7.4.1) / HNO <sub>3</sub> (7.4.2) 1:3 Volumenteile.....	33
7.5	Probenvorbereitung.....	33
7.6	Durchführung der Prüfung.....	33
7.7	Berechnung .....	33
7.8	Angabe der Ergebnisse .....	34
7.9	Präzision .....	34
7.10	Prüfbericht .....	34
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten.....		35
A.1	Allgemeines.....	35
A.2	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung von Gesamtbor in der Borcarbid-Probe .....	35
A.2.1	Präzisionsdaten titrimetrisches Verfahren .....	35
A.2.2	Einzelwerte titrimetrisches Verfahren .....	36
A.2.3	Präzisionsdaten ICP-OES-Verfahren .....	36
A.2.4	Einzelwerte ICP-OES-Verfahren.....	37
A.3	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung von H <sub>2</sub> O-löslichem Bor, berechnet als B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , in der Borcarbid-Probe .....	37
A.3.1	Präzisionsdaten titrimetrisches Verfahren .....	37
A.3.2	Einzelwerte titrimetrisches Verfahren .....	38
A.3.3	Präzisionsdaten ICP -OES-Verfahren .....	38
A.3.4	Einzelwerte ICP-OES-Verfahren.....	39
A.4	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung von HNO <sub>3</sub> -löslichem Bor in der Borcarbid-Probe .....	39
A.4.1	Präzisionsdaten titrimetrisches Verfahren .....	39
A.4.2	Einzelwerte titrimetrisches Verfahren .....	40
A.4.3	Präzisionsdaten ICP-OES- Verfahren .....	40
A.4.4	Einzelwerte ICP-OES Verfahren .....	41
A.5	Bei einem Laborversuch ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte für die Bestimmung des H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> -unlöslichen Anteils in der Probe amorphes Bor .....	41
A.5.1	Präzisionsdaten .....	41
A.5.2	Einzelwerte.....	42

A.6	Bei einem Laborversuch ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte für die Bestimmung des H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> -löslichen Anteils in der Probe amorphes Bor .....	42
A.6.1	Präzisionsdaten .....	42
A.6.2	Einzelwerte .....	43
A.7	Bei einem Laborversuch ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte für die Bestimmung des HF/HNO <sub>3</sub> unlöslichen Anteils in der Probe Titanborid .....	43
A.7.1	Präzisionsdaten .....	43
A.7.2	Einzelwerte .....	44
A.8	Bei einem Laborversuch ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte für die Bestimmung des Gesamtbors in Bornitrid mit dem titrimetrischen Verfahren .....	44
A.8.1	Präzisionsdaten .....	44
A.8.2	Einzelwerte .....	45
Anhang B (informativ) Erläuterungen zu den Methoden [3].....		46
B.1	Titrimetrische Bestimmung des Gehaltes an z. B. B <sub>ges</sub> in Anwesenheit von Mannit (siehe 3.2.9).....	46
B.2	Bestimmung des Gehaltes an B <sub>ges</sub> mittels optischer Emissionsspektrometrie und induktiv gekoppeltem Plasma .....	47
Anhang C (informativ) Hinweise zur Ermittlung der Unsicherheit des Mittelwertes .....		48
Anhang D (informativ) Allgemeine Hinweise zu Fehlermöglichkeiten bei der ICP-OES .....		49
D.1	Allgemeines.....	49
D.2	Spektrale Störungen.....	49
D.2.1	Linienkoinzidenzen.....	49
D.2.2	Bandenkoinzidenzen .....	49
D.2.3	Untergrundbeeinflussung .....	49
D.2.4	Linienumkehr, Selbstabsorption .....	49
D.2.5	Fehlstrahlung .....	50
D.3	Nicht-spektrale Störungen .....	50
D.3.1	Störung durch die physikalischen Eigenschaften der Probe .....	50
D.3.2	Störung durch Verschleppen .....	50
D.3.3	Ionisationsinterferenzen.....	50
D.3.4	Änderung der elektrischen Einkopplungseffizienz .....	50
D.4	Schlussfolgerung .....	50
Anhang E (informativ) Handelsübliche zertifizierte Referenzmaterialien .....		51