

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 HNO_3 -löslichem Bor in B_4C , H_2O -löslichen und unlöslichen Anteilen in amorphem Bor und von HF/HNO_3 -unlöslichen Anteilen in Titanborid

Inhalt	Seite
Vorwort.....	6
1 Anwendungsbereich.....	7
2 Normative Verweisungen.....	7
3 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtbor (B_{ges}).....	7
3.1 Allgemeines.....	7
3.2 Titrimetrische Bestimmung des Gehaltes an B_{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_{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 H_2O - und HNO_3 -löslichem Bor.....	19
4.1 Bestimmung des Gehaltes an löslichen Borverbindungen, berechnet als B_2O_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	Bestimmung des Gehaltes an HNO₃-löslichem Bor in Borcarbid mittels Titrimetrie in Anwesenheit von Mannit oder optischer Emissionsspektrometrie und mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES).....	24
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	Bestimmung der H₂O₂-unlöslichen Anteile in amorphem Bor	28
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 ₂ O ₂ , c(H ₂ O ₂) = 32 % (Massenanteil).....	28
5.4.2	Salpetersäure, HNO ₃ , c(HNO ₃) ≅ 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	Bestimmung der H₂O₂-löslichen Anteile in amorphem Bor (Reinheit von amorphem Bor)	29
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 ₂ O ₂ , c(H ₂ O ₂) = 32 % (Massenanteil).	30
6.5.2	Natronlauge, NaOH, c(NaOH) = 1 mol/l, CO ₂ -frei; bevorzugt luftdicht verschlossener Behälter, luftdicht verbunden mit der Titrationseinheit.....	30
6.5.3	Salpetersäure, HNO ₃ , c(HNO ₃) ≅ 14 mol/l.	30
6.5.4	Salzsäure, HCl, c(HCl) ≅ 5 mol/l.....	30
6.5.5	Mannit, C ₆ H ₁₄ O ₂	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 ₃ -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 ₃ , c(HNO ₃) = 65 % (Massenanteil) ≅ 14 mol/l.....	33
7.4.3	Säuregemisch, HF (7.4.1) / HNO ₃ (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 ₂ O-löslichem Bor, berechnet als B ₂ O ₃ , 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 ₃ -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 ₂ O ₂ -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 ₂ O ₂ -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 ₃ 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 _{ges} in Anwesenheit von Mannit (siehe 3.2.9).....	46
B.2	Bestimmung des Gehaltes an B _{ges} 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