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<(Index)3>-löslichem Bor in B<(Index)4>C, H<(Index)2>O<(Index)2>-löslichen und unlöslichen Anteilen in amorphem Bor und von HF/HNO<(Index)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 HNO_3-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 H_2O_2-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_2O_2, $c(H_2O_2)$ = 32 % (Massenanteil). 28
5.4.2 Salpetersäure, HNO_3, $c(HNO_3) \cong 14$ 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 H_2O_2-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_2O_2, $c(H_2O_2) = 32$ % (Massenanteil). 30
6.5.2 Natronlauge, NaOH, c(NaOH) = 1 mol/l, CO2-frei; bevorzugt luftdicht verschlossener Behälter, luftdicht verbunden mit der Titrationseinheit. 30
6.5.3 Salpetersäure, HNO_3, $c(HNO_3) \cong 14$ mol/l. 30
6.5.4 Salzsäure, HCl, c(HCl) ≅ 5 mol/l. 30
6.5.5 Mannit, $C_6H_{14}O_2$. 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 Magnetrührstab. 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_2O-löslichem Bor, berechnet als B_2O_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_2O_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_2O_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