DIN 54387-3:2016-12 (D)

Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe - Chemische Analyse von Borcarbid, Bornitrid und weiteren Metallboriden und elementarem Bor - Teil 3: Bestimmung der nichtmetallischen Haupt- und Nebenbestandteile Gesamtkohlenstoff, Gesamtsauerstoff und Gesamtstickstoff sowie des freien Kohlenstoffs in B<(Index)4>C und des Trocknungsverlustes in amorphem Bor

Inhalt

Seite

Vorwort ... 5

1 Anwendungsbereich ... 6

2 Normative Verweisungen ... 6

3 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff $w(C_{ges})$ ... 6

3.1 Allgemeines ... 6

3.2 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff durch Infrarot-Messung nach Verbrennung im Induktionsofen ... 7

3.2.1 Anwendungsbereich ... 7

3.2.2 Kurzbeschreibung ... 7

3.2.3 Mögliche Störungen ... 7

3.2.4 Geräte ... 7

3.2.5 Reagenzien und Hilfsmittel ... 7

3.2.6 Kalibrierung ... 8

3.2.7 Probenvorbereitung ... 8

3.2.8 Durchführung der Prüfung ... 8

3.2.9 Berechnung ... 9

3.2.10 Angabe der Ergebnisse ... 9

3.2.11 Präzision ... 9

3.2.12 Prüfbericht ... 9

3.3 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff durch coulometrische Messung nach Verbrennung im Widerstandsröhrenofen ... 10

3.3.1 Anwendungsbereich ... 10

3.3.2 Kurzbeschreibung ... 10

3.3.3 Mögliche Störungen und ihre Beseitigung ... 10

3.3.4 Geräte ... 10

3.3.5 Reagenzien und Hilfsmittel ... 11

3.3.6 Kalibrierung ... 11

3.3.7 Probenvorbereitung ... 11

3.3.8 Durchführung der Prüfung ... 12

3.3.9 Berechnung ... 12

3.3.10 Angabe der Ergebnisse ... 13

3.3.11 Präzision ... 13

3.3.12 Prüfbericht ... 13

4 Coulometrische Bestimmung des freien Kohlenstoffs in Borcarbid nach nasschemischer Oxidation ... 13

4.1 Anwendungsbereich ... 13

4.2 Kurzbeschreibung ... 13

4.3 Mögliche Störungen und ihre Beseitigung ... 13

4.4 Geräte ... 13

4.5 Reagenzien und Hilfsmittel ... 14

4.6 Kalibrierung ... 14

4.7 Probenvorbereitung ... 14

4.8 Durchführung der Prüfung 15
4.8.1 Vorbereitung 15
4.8.2 Bestimmung des freien Kohlenstoffgehaltes 15
4.9 Berechnung 15
4.10 Angabe der Ergebnisse 15
4.11 Präzision 16
4.12 Prüfbericht 16

5 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtsauerstoff und Gesamtstickstoff 16
5.1 Allgemeines 16
5.2 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtsauerstoff und Gesamtstickstoff mittels Trägergasheißextraktion 16
5.2.1 Anwendungsbereich 16
5.2.2 Kurzbeschreibung 16
5.2.3 Mögliche Störungen 17
5.2.4 Geräte 17
5.2.5 Reagenzien und Hilfsmittel 17
5.2.6 Kalibrierung 18
5.2.7 Probenvorbereitung 18
5.2.8 Durchführung der Prüfung 18
5.2.9 Berechnung 19
5.2.10 Angabe der Ergebnisse 20
5.2.11 Präzision des Verfahrens 20
5.2.12 Prüfbericht 20
5.3 Titrimetrische Bestimmung des Gehaltes an Gesamtstickstoff nach LiOH-Schmelzaufschluss 20
5.3.1 Anwendungsbereich 20
5.3.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens 20
5.3.3 Mögliche Störungen 20
5.3.4 Geräte 20
5.3.5 Reagenzien und Hilfsmittel 21
5.3.6 Kalibrierung 21
5.3.7 Probenvorbereitung 21
5.3.8 Durchführung der Prüfung 22
5.3.9 Berechnung 23
5.3.10 Angabe der Ergebnisse 23
5.3.11 Präzision des Verfahrens 23
5.3.12 Prüfbericht 23

6 Bestimmung des Trocknungsverlustes 23
6.1 Anwendungsbereich 23
6.2 Kurzbeschreibung des Verfahrens 23
6.3 Geräte 24
6.4 Durchführung der Prüfung 24
6.5 Berechnung 24
6.6 Angabe der Ergebnisse 24
6.7 Präzision des Verfahrens 24
6.8 Prüfbericht 24

Anhang A (informativ) Präzisionsdaten 25
A.1 Allgemeines 25
A.2 Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Borcarbid Probe 25
A.2.1 Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung von Gesamtkohlenstoff in der Borcarbid Probe 25
A.2.2 Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die coulometrische Bestimmung des freien Kohlenstoffs nach nasschemischer Oxidation in der Borcarbid Probe 27

A.2.3 Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung des Gesamtsauerstoffs mittels Trägergasheißextraktion in der Borcarbid Probe 28
A.2.4 Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs mittels Trägergasheißextraktion in der Borcarbid Probe 29
A.3 Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bornitrid Probe 30
A.3.1 Bei einem Laborversuch ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs in der Bornitrid Probe nach LiOH-Schmelzaufschluss 30
A.3.2 Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung des Gesamtkohlenstoffs in der Bornitrid Probe mittels Infrarotmessung nach Verbrennung im Induktionsofen 31
A.3.3 Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs mittels Trägergasheißextraktion in der Bornitrid Probe 32
A.3.4 Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung des Gesamtsauerstoffs mittels Trägergasheißextraktion in der Bornitrid Probe 33
A.4 Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte für die Probe amorphes Bor 34
A.4.1 Bei einem Laborversuch ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte für die Bestimmung des Trocknungsverlustes der Probe amorphes Bor 34

Anhang B (informativ) Erläuterungen zu den Methoden 35
B.1 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff durch Infrarot-Messung nach Verbrennung im Induktionsofen 35
B.2 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff durch coulometrische Messung nach Verbrennung im Widerstandsröhrenofen 36
B.3 Coulometrische Bestimmung des freien Kohlenstoffs in Borcarbid nach nasschemischer Oxidation 37
B.4 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtsauerstoff und Gesamtstickstoff mittels Trägerheißextraktion 39
B.5 Titrimetrische Bestimmung des Gehaltes an Gesamtstickstoff nach LiOH Schmelzaufschluss 40

Anhang C (informativ) Hinweise zur Ermittlung der Unsicherheit des Mittelwertes 41

Anhang D (informativ) Handelsübliche zertifizierte Referenzmaterialien 42

Literaturhinweise 43