

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 Trägergasheißeextraktion	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 Trägergasheiextraktion in der Borcarbid Probe	28
A.2.4	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs mittels Trägergasheiextraktion 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 Trägergasheiextraktion in der Bornitrid Probe	32
A.3.4	Ermittelte Präzisionsdaten und Einzelwerte der Ringversuchsergebnisse für die Bestimmung des Gesamtsauerstoffs mittels Trägergasheiextraktion 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 Trägerheiextraktion.....	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