DIN EN ISO 17947:2023-06 (D)

Hochleistungskeramik – Verfahren zur chemischen Analyse von feinen Pulvern aus Siliciumnitrid (ISO 17947:2014); Deutsche Fassung EN ISO 17947:2023

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 8

Vorwort ... 9

Einleitung ... 10

1 Anwendungsbereich ... 11

2 Normative Verweisungen ... 11

3 Analyten und Bereiche ... 12

4 Vorbereitung von Proben ... 12
4.1 Probenahme ... 12
4.2 Trocknung ... 12
4.3 Wägen ... 12

5 Prüfeinrichtung und Reagenzien ... 12

6 Blindversuch ... 13

7 Bestimmung des Gesamtsiliciumgehalts ... 13
7.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren ... 13
7.2 Gravimetrie und ICP-OES nach alkalischem Schmelzaufschluss ... 13
7.2.1 Kurzbeschreibung ... 13
7.2.2 Reagenzien ... 13
7.2.3 Prüfeinrichtungen und Geräte ... 13
7.2.4 Durchführung ... 14
7.2.5 Blindversuch ... 15
7.2.6 Erstellen der Kalibrierkurve ... 15
7.2.7 Berechnung ... 15
7.3 Röntgenfluoreszenzanalyse (XRF) mit Schmelzaufschluss-Verfahren ... 15

8 Bestimmung des Gesamtstickstoffgehalts ... 16
8.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren ... 16
8.2 Acidimetrische Titration nach Säuredruckaufschluss und Destillationstrennung ... 16
8.2.1 Kurzbeschreibung ... 16
8.2.2 Reagenzien ... 16
8.2.3 Prüfeinrichtung ... 17
8.2.4 Durchführung ... 20
8.2.5 Messung der Ausbeute ... 20
8.2.6 Berechnung ... 21
8.3 Thermische Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion ... 21
8.3.1 Kurzbeschreibung ... 21
8.3.2 Reagenzien ... 21
8.3.3 Prüfeinrichtung ... 22
8.3.4 Messgerät ... 22
8.3.5 Durchführung ... 23
8.3.6 Blindversuch ... 23
8.3.7 Berechnung des Kalibrierkoeffizienten ... 24
8.3.8 Berechnung ... 24
8.4 Acidimetrische Titration nach Schmelzen und Ammoniaktrennung ... 24

9 Bestimmung von Aluminium, Eisen und Calcium ... 25
9.1 Kurzbeschreibung ... 25
9.2 Reagenzien ... 25
9.3 Prüfeinrichtungen und Geräte ... 25
9.4 Durchführung ... 25
9.5 Blindversuch ... 26
9.6 Erstellen der Kalibrierkurve ... 26
9.7 Berechnung ... 26
10 Bestimmung von Sauerstoff ... 27
10.1 Kurzbeschreibung ... 27
10.2 Reagenzien ... 27
10.3 Prüfeinrichtung ... 27
10.4 Messgerät ... 27
10.5 Durchführung ... 27
10.6 Blindversuch ... 27
10.7 Berechnung des Kalibrierkoeffizienten ... 28
10.8 Berechnung ... 28
11 Bestimmung von Kohlenstoff ... 29
11.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren ... 29
11.2 IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung (Hochfrequenz-Ofen) ... 29
11.2.1 Kurzbeschreibung ... 29
11.2.2 Reagenzien ... 29
11.2.3 Prüfeinrichtung ... 29
11.2.4 Messgerät ... 30
11.2.5 Durchführung ... 30
11.2.6 Blindversuch ... 30
11.2.7 Berechnung des Kalibrierkoeffizienten ... 31
11.2.8 Berechnung ... 31
11.3 Coulometrie nach Verbrennung (Widerstandsofen) ... 32
11.4 Gravimetrie nach Verbrennung (Widerstandsofen) ... 32
11.5 Konduktometrie nach Verbrennung (Widerstandsofen) ... 32
12 Bestimmung von Fluor und Chlor ... 32
12.1 Kurzbeschreibung ... 32
12.2 Reagenzien ... 32
12.3 Prüfeinrichtung und Geräte ... 33
12.4 Durchführung ... 33
12.4.1 Extraktion von Fluor und Chlor aus der Probe ... 33
12.4.2 Bestimmung von Fluor und Chlor ... 33
12.5 Blindversuch ... 34
12.6 Erstellen der Kalibrierkurve ... 34
12.7 Berechnung ... 34
13 Angabe der Ergebnisse der Analyse ... 35
13.1 Anzahl der Analysen ... 35
13.2 Auswertung der Analysenergebnisse ... 35
13.3 Angabe der Analysenergebnisse ... 35
14 Prüfbericht ... 36
Anhang A (informativ) Liste von handelsüblichen zertifizierten Referenzmaterialien ... 37
Anhang B (informativ) Analysenergebnisse aus einem Ringversuch ... 38
Anhang C (informativ) ICP-OES-Spektrallinien ... 45
Literaturhinweise ... 46

Bilder

Bild 1 — Beispiel für ein verschlossenes Aufschlussgefäß **18**

Bild 2 — Beispiel für ein Dampfdestillationsgerät **19**

Bild 3 — Beispiel für einen Graphittiegel **22**

Bild 4 — Blockdiagramm der thermischen Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion **23**

Bild 5 — Blockdiagramm eines Analysators für Kohlenstoff für die IR-Spektrometrie nach Verbrennung **30**

Tabellen

Tabelle 1 — Toleranzwerte für die Analysenergebnisse **36**

Tabelle B.1 — Analysenergebnisse mit JCRM R 003 für Haupt- und Nebenelemente in % (Massenanteil) **38**

Tabelle B.2 — Analysenergebnisse mit JCRM R 004 für Haupt- und Nebenelemente in % (Massenanteil) **40**

Tabelle B.3 — Analysenergebnisse mit JCRM R 005 für Haupt- und Nebenelemente in % (Massenanteil) **42**

Tabelle B.4 — Analysenergebnisse mit JCRMs für Fluor und Chlor in % (Massenanteil) **44**