

DIN 54387-2



ICS 81.060.10

**Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe –
Chemische Analyse von Borcarbid, Bornitrid, Metallboriden und
elementarem Bor –
Teil 2: Bestimmung von Gesamtbor, löslichen Borverbindungen, von
HNO₃-löslichem Bor in B₄C, H₂O₂-löslichen und unlöslichen Anteilen in
amorphem Bor und von HF/HNO₃-unlöslichen Anteilen in Titanborid**

Testing of ceramic raw and basic materials –

Chemical analysis of boron carbide, boron nitride, metal borides and elemental boron –

Part 2: Determination of total boron, soluble boron compounds, HNO₃-soluble boron in B₄C, H₂O₂ soluble and insoluble fractions in amorphous boron and HF/HNO₃ insoluble fractions in titanium boride

Essai de matériaux et matières premières céramiques –

Analyse chimique de boron carbide, boron nitride, borures de métaux et de bore élémentaire –

Partie 2: Dosage du bore total, des composés solubles de bore, du bore soluble à HNO₃ dans le B₄C, des fractions solubles et insolubles à l'eau oxygénée (H₂O₂) dans le bore amorphe et des fractions insolubles du mélange HF/HNO₃ dans le borure de titane

Gesamtumfang 52 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Anwendungsbeginn

Anwendungsbeginn dieser Norm ist 2016-12-01.

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 , $c(\text{H}_2\text{O}_2) = 32 \%$ (Massenanteil).....	28
5.4.2	Salpetersäure, HNO_3 , $c(\text{HNO}_3) \cong 14 \text{ mol/l}$	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 , $c(\text{H}_2\text{O}_2) = 32 \%$ (Massenanteil).....	30
6.5.2	Natronlauge, NaOH , $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$, CO_2 -frei; bevorzugt luftdicht verschlossener Behälter, luftdicht verbunden mit der Titrationseinheit	30
6.5.3	Salpetersäure, HNO_3 , $c(\text{HNO}_3) \cong 14 \text{ mol/l}$	30
6.5.4	Salzsäure, HCl , $c(\text{HCl}) \cong 5 \text{ mol/l}$	30
6.5.5	Mannit, $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_2$	30

6.5.6	pH-Kalibrierlösungen, zum Beispiel mit einem pH-Wert von 4,0, 7,0, 9,0, und Urtitersubstanzen zum Einstellen des Titors 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) $\cong$ 23 mol/l.....	33
7.4.2	Salpetersäure, HNO ₃ , c(HNO ₃) = 65 % (Massenanteil) $\cong$ 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

Vorwort

Diese Norm enthält in den Abschnitten 5.6, 7.2 und 7.6 sicherheitstechnische Festlegungen.

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-02-64 AA „Chemische Analyse von nichttoxischen keramischen Roh- und Werkstoffen“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN [und/oder die DKE] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

DIN 54387 „Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe — Chemische Analyse von Borcarbid, Bornitrid, Metallboriden und elementarem Bor“ besteht aus:

- Teil 1: Allgemeine Angaben und Probenvorbereitung
- Teil 2: Bestimmung von Gesamtbor, löslichen Borverbindungen, von HNO_3 -löslichem Bor in B_4C , H_2O_2 -löslichen und -unlöslichen Anteilen in amorphem Bor und von HF/HNO_3 -unlöslichen Anteilen in Titanborid
- Teil 3: Bestimmung der nichtmetallischen Haupt- und Nebenbestandteile Gesamtkohlenstoff, Gesamtsauerstoff und Gesamtstickstoff sowie des freien Kohlenstoffs in B_4C und des Trocknungsverlustes von amorphem Bor
- Teil 4: Bestimmung metallischer Hauptbestandteile und Spurenverunreinigungen¹⁾

1) Zum Zeitpunkt der Erstellung dieser Norm befand sich Teil 4 noch in Vorbereitung.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil 2 der Normenreihe legt die Bestimmung von Gesamtbor sowie verschiedener säure- bzw. wasserlöslicher Formen von Bor fest. Festgelegt werden ein titrimetrisches und ein spektrometrisches Verfahren. Für amorphes Bor wird zusätzlich ein Verfahren zur Bestimmung der in Wasserstoffperoxid unlöslichen Anteile sowie des in Wasserstoffperoxid löslichen Bors festgelegt. Weiterhin wird für Titanborid ein Verfahren zur Bestimmung der HF/HNO₃ unlöslichen Anteile festgelegt.

Er gilt für Borcarbid, vorliegend als grobstückiges Rohmaterial, kornförmiges Material oder Pulver sowie gesintertes und geformtes Borcarbid, amorphes Bor und Bornitrid in verschiedenen Reinheitsstufen als Pulver oder geformte oder heißgepresste Körper zum Zweck der Bestimmung der verschiedenen chemischen Bestandteile.

Dieses Dokument gilt auch für die Metallboride Aluminiumborid, Calciumborid, Chromborid, Lanthanborid, Magnesiumborid, Molybdänborid, Titanborid und Zirkoniumborid sowie weitere Metallboride nach stoffspezifischer Prüfung.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 51061-2, *Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe — Teil 2: Probenahme keramischer Rohstoffe*

ISO 5022, *Shaped refractory products — Sampling and acceptance testing*

3 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtbor (B_{ges})

3.1 Allgemeines

Der Gehalt an Gesamtbor (B_{ges}) in Borcarbid (B₄C), Bornitrid (BN), Metallboriden und amorphem Bor kann nach Aufschluss und Lösen als H₃BO₃ unter Anwendung verschiedener Verfahren bestimmt werden. Als Aufschluss haben sich Schmelzaufschlüsse in Platin- oder Nickeltiegeln bewährt.

In dieser Norm beschrieben sind die titrimetrische Bestimmung des B_{ges} in Anwesenheit von Mannit und die Messung des B_{ges} mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES), jeweils nach alkalischem Schmelzaufschluss bzw. nach salpetersaurem Aufschluss für Lanthanborid.

3.2 Titrimetrische Bestimmung des Gehaltes an B_{ges} in Anwesenheit von Mannitlösung

3.2.1 Allgemeines

Das Verfahren ist anwendbar auf Borcarbid (B₄C), Bornitrid (BN), Metallboride, amorphes Bor und Gemische aus diesen, wie z. B. Gemische aus BN und Titanborid (TiB₂), BN und Zirkondioxid (ZrO₂) oder B₄C und Siliziumcarbid (SiC). Es ist anwendbar auf grobstückiges Rohmaterial, kornförmiges Material und Pulver sowie gesinterte und geformte Körper, gegebenenfalls nach Zerkleinerung. Das festgelegte Verfahren gilt für einen Bestimmungsbereich des Massenanteils von Bor von 2 % bis 99 %.

3.2.2 Kurzbeschreibung

Die pulverförmige Probe wird mit alkalischen Aufschlussmitteln im Platintiegel oder unter Zusatz von Natriumperoxid im Nickeltiegel vollständig aufgeschlossen und die Schmelze in verdünnter Salzsäure gelöst. Anstelle des alkalischen Aufschlusses wird LaB_6 direkt in verdünnter Salpetersäure gelöst.

ANMERKUNG Als alkalische Aufschlussmittel werden in der Regel Natriumcarbonat oder eine Mischung aus Kaliumcarbonat und Natriumcarbonat (1:1) eingesetzt. Die Verwendung der Mischung kann zu einem erhöhten Platinabtrag des Tiegelmaterials führen.

Nach einer bei Bedarf durchzuführenden Abtrennung von Störelementen erfolgt mit wässriger Natriumhydroxid (NaOH)-Lösung die Borsäure-Mannit-Titration eines Aliquots der wässrigen Probenlösung an einem Titriergerät mit geeigneter Dosiergenauigkeit. Die Auswertung erfolgt mithilfe der Wendepunkte der Titrationskurve, wobei der Borgehalt der Probenlösung dem Verbrauch an NaOH -Lösung zwischen den beiden Wendepunkten entspricht (siehe Anhang B).

3.2.3 Mögliche Störungen und ihre Beseitigung

3.2.3.1 Störungen durch metallische Verunreinigungen und CO_2 in der Probenlösung

Metallische Verunreinigungen und in der Probenlösung gelöstes CO_2 stören die Titration durch Beeinflussung der Lage der Wendepunkte und Kurvenform und führen zu Fehlbefunden. Folgende Gehalte an metallischen Verunreinigungen (Massenanteile in %) stören die in der Folge beschriebene Bestimmung nicht:

$\text{Fe} \leq 2 \%$ $\text{Ti} \leq 1 \%$ $\text{Al} \leq 0,2 \%$

Für die Beseitigung von Störungen durch metallische Bestandteile ist die Ausfällung mit Bariumcarbonat (BaCO_3) oder NaOH -Lösung (siehe 3.2.8) durchzuführen.

Störungen durch CO_2 werden durch Siedenlassen der schwach salzsauren Probenlösung und/oder durch Spülen mit Stickstoff, vor und während der Titration vermieden.

Bei der Bestimmung von B_{ges} in Zirkoniumborid und Calciumborid stören die Matrixelemente Zr und Ca nicht. In diesen speziellen Fällen darf, wenn weitere metallische Verunreinigungen gering oder nicht vorhanden sind, auf die Ausfällung verzichtet werden.

ANMERKUNG Wird eine Ausfällung bei Borbestimmung in Zirkoniumborid durchgeführt, besteht die Gefahr eines Minderbefundes.

3.2.3.2 Störungen durch Glasgerät

Störungen durch stark borhaltiges Glasgerät sind durch den Einsatz geeigneter Glaswerkstoffe oder durch ausreichendes Ansäuern mit Salzsäure zu vermeiden.

3.2.3.3 Störungen durch Matrixelemente

Matrixelemente wie z. B. Ti in Titanborid oder Cr in Chromborid stören die Bor-Bestimmung stark. Für die Beseitigung solcher Störungen ist die Ausfällung mit Bariumcarbonat (siehe 3.2.8) durchzuführen.

3.2.4 Geräte

Übliches Laborgerät, sowie zusätzlich:

3.2.4.1 Titriergerät zur potentiometrischen Bestimmung, bestehend aus

- einer pH-Elektrode;
- einem Volumendosiergerät für Flüssigkeiten mit einer Volumenauflösung von mindestens 10 µl;
- einem Rührgerät und
- einer Registriereinrichtung zur Aufzeichnung der Titrationskurve.

3.2.4.2 Tiegel aus Platin oder Nickel, mit Deckel.

3.2.4.3 Muffelofen, temperaturprogrammierbar und regelbar auf ± 20 °C im Bereich von 700 °C bis 900 °C.

3.2.4.4 Bunsenbrenner, mit Stativ und Keramik-Dreieck.

3.2.4.5 Handbrenner, z. B. Lötlampe mit Gaskartusche.

3.2.4.6 Analysenwaage, ablesbar, einwaageabhängig, auf 0,1 mg bzw. 0,01 mg.

3.2.4.7 Faltenfilter, Durchmesser etwa 185 mm, Farbcodierung rot, Partikelretention 5 µm bis 8 µm.

3.2.4.8 Faltenfilter, Durchmesser etwa 185 mm, Farbcodierung weiß, Partikelretention 8 µm bis 12 µm.

3.2.5 Reagenzien und Hilfsmittel

Als Reagenzien sind ausschließlich Chemikalien von bekannter und für den Bestimmungszweck ausreichender analytischer Reinheit und destilliertes oder durch Ionenaustauschverfahren voll entsalztes Wasser zu verwenden.

3.2.5.1 Natronlauge, NaOH, $c(\text{NaOH}) = 0,1$ mol/l, CO₂-frei; bevorzugt luftdicht verschlossener Behälter, luftdicht verbunden mit der Titrationseinheit.

3.2.5.2 Natronlauge, NaOH, $c(\text{NaOH}) = 0,2$ mol/l, CO₂-frei; bevorzugt luftdicht verschlossener Behälter, luftdicht verbunden mit der Titrationseinheit.

3.2.5.3 Natronlauge, NaOH, $c(\text{NaOH}) = 1,0$ mol/l, CO₂-frei; bevorzugt luftdicht verschlossener Behälter, luftdicht verbunden mit der Titrationseinheit.

Die Konzentration der NaOH-Lösung wird je nach Einwaage, Borgehalt der Probe und aliquotem Teil gewählt. Dabei sollte berücksichtigt werden, dass jeweils 10 ml einer 0,1 mol/l, 0,2 mol/l und 1,0 mol/l NaOH-Lösung bei natürlichem ¹⁰B/¹¹B-Isotopenverhältnis 10,8 mg Bor, 21,6 mg Bor und 108 mg Bor entsprechen.

- 3.2.5.4 Natriumcarbonat**, Na_2CO_3 , bei 200 °C 1 h getrocknet.
- 3.2.5.5 Mischung aus Natrium- und Kaliumcarbonat** im Massenverhältnis 1:1 Na_2CO_3 : K_2CO_3 , bei 200 °C 1 h getrocknet.
- 3.2.5.6 Bariumcarbonat**, BaCO_3 .
- 3.2.5.7 Bariumchlorid-Lösung**, BaCl_2 , $\beta(\text{BaCl}_2) = 20 \text{ g/l}$.
- 3.2.5.8 Salzsäure**, HCl konz., $c(\text{HCl}) \cong 10 \text{ mol/l}$.
- 3.2.5.9 Salzsäure**, HCl , $c(\text{HCl}) \cong 5 \text{ mol/l}$.
- 3.2.5.10 Salpetersäure**, HNO_3 konz., $c(\text{HNO}_3) \cong 14 \text{ mol/l}$.
- 3.2.5.11 Schwefelsäure**, H_2SO_4 , $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \cong 7 \text{ mol/l}$.
- 3.2.5.12 Natronlauge**, NaOH , $\beta(\text{NaOH}) = 200 \text{ g/l}$.
- 3.2.5.13 Natriumnitrat**, NaNO_3 .
- 3.2.5.14 Kaliumnitrat**, KNO_3 .
- 3.2.5.15 Mannit**, $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6$ oder Mannitlösung, $\beta(\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6) = 100 \text{ g/l}$.
- 3.2.5.16 pH-Kalibrierlösungen**, zum Beispiel mit einem pH-Wert von 4,0; 7,0; 9,0 und Urtitersubstanzen zum Einstellen des Titors der Natronlauge (3.2.5.1 bis 3.2.5.3).
- 3.2.5.17 Kontrollsubstanz**, vorzugsweise zertifiziertes Referenzmaterial, das nach Zusammensetzung und Borgehalt ähnlich dem zu analysierenden Material ist.
- ANMERKUNG** Im Zusammenhang mit der Erarbeitung dieser Norm wurden auf Basis verschiedener nichttoxischer keramischer Werkstoffe zertifizierte Referenzmaterialien erstellt, die für die Überprüfung der Richtigkeit des Verfahrens herangezogen werden können. Dabei handelt es sich um Siliciumnitrid, Siliciumcarbid, Borcarbid und Bornitrid. Zertifiziert wurden Haupt-, Neben- und Spurenbestandteile (siehe Anhang E).
- 3.2.5.18 Stickstoff**, 99,99 % (Volumenanteil).
- 3.2.5.19 Natriumperoxid**, Na_2O_2 .
- 3.2.5.20 Methylrot-Indikator**, 1 g Methylrot in 500 ml Methanol und 500 ml Wasser lösen, abfiltrieren.

3.2.6 Probenvorbereitung

Nach Teil 1 dieser Normenreihe, d. h. DIN 54387-1.

3.2.7 Aufschlussverfahren für verschiedene Probenmaterialien

3.2.7.1 Alkalischer Aufschluss für amorphes Bor

Etwa 200 mg, gewogen auf $\pm 0,1 \text{ mg}$, der nach DIN 54387-1 getrockneten Probe sind mit etwa 5 g Na_2CO_3 (3.2.5.4) zu vermischen und in einen Platintiegel (3.2.4.2) zu überführen. Der mit Deckel verschlossene Tiegel ist in den kalten programmierbaren Muffelofen (3.2.4.3) zu setzen und in mehreren Stufen auf etwa 900 °C zu erhitzen.

Um ein Übersäumen der Aufschlussmischung zu vermeiden, sollte der Ofen innerhalb von etwa 60 min auf etwa 600 °C, dann innerhalb von etwa 60 min auf 750 °C und dann in etwa 90 min auf die Endtemperatur von etwa 900 °C aufgeheizt und bei dieser Temperatur etwa 30 min gehalten werden.

Etwa 30 min nach Erreichen der Endtemperatur ist der Tiegel dem Ofen zu entnehmen und, sollte noch keine klare Schmelze vorliegen, ohne Deckel so lange auf dem Bunsenbrenner zu erhitzen, bis eine klare Schmelze entstanden ist.

Grundsätzlich darf der Probenaufschluss auch nur auf dem Bunsenbrenner durchgeführt werden.

ANMERKUNG Diese Prozedur gilt als einschlägig bekannt und kann den Literaturhinweisen entnommen werden [1]. Bei dem Probenaufschluss nur auf dem Bunsenbrenner lässt sich der Aufschlussfortschritt besser beobachten. Dies kann bei feinen Pulvern von Vorteil sein.

Der erkaltete Tiegel samt Deckel ist in einem geeigneten Glasgefäß (siehe 3.2.3.2) mit HCl, 5 mol/l, (3.2.5.9), auszulaugen. Das Volumen ist dabei so zu bemessen, dass der Tiegel vollständig bedeckt ist.

Zum Beschleunigen des Auslaugprozesses darf die Lösung erwärmt werden. Um Verluste der wasserdampfgefährlichen Borsäure zu vermeiden, ist das Glasgefäß mit einem Uhrglas abzudecken oder ein Rückflusskühler zu verwenden.

Nach vollständigem Lösen der Schmelze ist die Lösung entweder auf ein definiertes Volumen zu bringen und ein Aliquot, vorzugsweise ein Fünftel des Endvolumens, zur titrimetrischen Bestimmung zu entnehmen oder direkt zur titrimetrischen Bestimmung zu verwenden (siehe 3.2.9).

3.2.7.2 Alkalischer Aufschluss im Platintiegel für Borcarbid, Bornitrid, Aluminiumborid, Calciumborid, Magnesiumborid, Titanborid und Zirkoniumborid

50 mg bis 300 mg Probenmaterial sind in einen Platintiegel (3.2.4.2) auf $\pm 0,01$ mg (bei Einwaagen unterhalb 100 mg) bzw. $\pm 0,1$ mg (bei Einwaagen oberhalb 100 mg) einzuwägen und mit etwa 3 g $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ (3.2.5.5) durch Rühren mit einem Mikrospatel zu vermischen. Die Mischung ist mit etwa 2 g $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ abzudecken, der mit Deckel verschlossene Tiegel in den programmierbaren Muffelofen (3.2.4.3) zu stellen und mit konstanter Heizrate innerhalb von 2 h auf etwa 750 °C zu erhitzen.

An Stelle von $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ darf auch Na_2CO_3 (3.2.5.4) als Aufschlussmittel verwendet werden. Der Platintiegel ist dann im Muffelofen in mehreren Stufen auf etwa 900 °C zu erhitzen (siehe 3.2.7.1).

ANMERKUNG 1 Es hat sich bewährt, mit einem Teil des Aufschlussmittels (2 g) Wandung und Boden des Pt-Tiegels vor dem Einwiegen der Probe zu beschichten. Dazu wird das Aufschlussmittel im Tiegel auf dem Bunsenbrenner geschmolzen, der Tiegel mit einer Tiegelflange gefasst und die Schmelze wird unter Schwenken so abkühlen gelassen, dass sich diese in einer dünnen Schicht über Wandung und Boden verteilt.

Nach 4 h ist der Tiegel dem Ofen zu entnehmen. Nach Abkühlen des Tiegels ist eine Spatelspitze NaNO_3 oder KNO_3 (20 mg bis 30 mg, 3.2.5.13 oder 3.2.5.14) hinzuzufügen und die Probe im geschlossenen Tiegel so lange (etwa 2 min) bei maximaler Flamme auf dem Bunsenbrenner zu erhitzen, bis eine klare Schmelze entstanden ist. Dabei sind zusätzlich Tiegel und Deckel von oben mit dem Handbrenner (3.2.4.5) kräftig zu erhitzen.

Grundsätzlich darf der Probenaufschluss auch nur auf dem Bunsenbrenner durchgeführt werden.

ANMERKUNG 2 Diese Prozedur gilt als einschlägig bekannt und kann den Literaturhinweisen entnommen werden [1]. Bei dem Probenaufschluss nur auf dem Bunsenbrenner lässt sich der Aufschlussfortschritt besser beobachten. Dies kann bei feinen Pulvern von Vorteil sein.

Der erkaltete Tiegel, einschließlich Deckel, ist in einem Becher mit HCl, 5 mol/l, (3.2.5.9) auszulaugen. Das Volumen ist dabei so zu bemessen, dass der Tiegel vollständig bedeckt ist.

Zum Beschleunigen des Auslaugprozesses darf die Lösung erwärmt werden. Um Verluste der wasserdampfgefährlichen Borsäure zu vermeiden, ist das Glasgefäß mit einem Uhrglas abzudecken oder ein Rückflusskühler zu verwenden.

Nach vollständigem Lösen der Schmelze ist die Lösung entweder auf ein definiertes Volumen zu bringen und ein Aliquot, vorzugsweise ein Fünftel des Endvolumens, zur titrimetrischen Bestimmung zu entnehmen (siehe 3.2.9) oder direkt zur titrimetrischen Bestimmung zu verwenden bzw. bei Bedarf für die Bariumcarbonatfällung einzusetzen (siehe 3.2.8).

Da bei sehr feinen Borcarbid-Pulvern (Korngröße $< 1 \mu\text{m}$) Minderbefunde an B_{ges} auftreten können, ist deren Aufschluss auf dem Bunsenbrenner durchzuführen. Dabei ist die Mischung im Platintiegel bei kleiner Flamme sehr vorsichtig bis gerade über den Schmelzpunkt des Aufschlussmittels zu erhitzen.

Falls keine klare Schmelze erhalten wurde, ist weiteres Erhitzen sowie die Zugabe von NaNO_3 oder KNO_3 erforderlich.

Zur Vermeidung von Minderbefunden beim Aufschluss von Bornitrid im Muffelofen oder nur auf dem Bunsenbrenner ist bei maximaler Flamme auf dem Bunsenbrenner weiter zu erhitzen. Eine dabei einsetzende Gasentwicklung ist Anzeichen für eine unvollständige Aufschlussreaktion. Der Tiegel ist dann bei maximaler Flamme so lange zu erhitzen, bis die Gasentwicklung beendet ist.

3.2.7.3 Alkalischer Aufschluss im Platintiegel für Chromborid

Etwa 200 mg Probe, gewogen auf $\pm 0,1 \text{ mg}$, sind mit etwa 12 g $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ (3.2.5.5) und etwa 1 g KNO_3 (3.2.5.14) zu vermischen und in einen Platintiegel zu geben (3.2.4.2), der mit einem Deckel zu verschließen ist. Die Mischung ist auf dem Bunsenbrenner zu erhitzen, bis eine klare Schmelze entstanden ist. Der erkaltete Tiegel samt Deckel ist in einem Becher mit etwa 100 ml Wasser auszulaugen. Nach vollständigem Lösen der Schmelze ist die Lösung mit HCl, 5 mol/l, (3.2.5.9) auf pH 1 bis pH 2 anzusäuern und anschließend 10 min zu rühren. Mit NaOH-Lösung, 1 mol/l, (3.2.5.3) ist ein pH-Wert von 6,8 einzustellen. Anschließend ist das Chrom als Bariumchromat abzutrennen (siehe 3.2.8).

3.2.7.4 Alkalischer Aufschluss im Nickeltiegel für Molybdänborid

Etwa 1,25 g Probe, gewogen auf $\pm 0,002 \text{ g}$, sind mit etwa 15 g Na_2O_2 (3.2.5.19) und etwa 5 g $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ (3.2.5.5) in einem Nickeltiegel (3.2.4.2) sorgfältig zu vermischen und auf dem Bunsenbrenner zu erhitzen bis eine klare Schmelze entstanden ist. Der abgekühlte Tiegel ist in einem Becher mit etwa 200 ml Wasser auszulaugen. Nach vollständigem Lösen der Schmelze ist die Lösung in einen 500 ml Messkolben zu überführen, welcher anschließend bis zur Marke mit Wasser aufzufüllen ist. Die Lösung ist über einen doppelten Faltenfilter, Partikelretention $5 \mu\text{m}$ bis $8 \mu\text{m}$, (3.2.4.7) zu filtrieren und vom Filtrat sind 200 ml in einen 400 ml Becher zu pipettieren. Mit HCl, 5 mol/l, (3.2.5.9) ist ein pH-Wert von 2 ± 1 einzustellen; es ist abzuwarten bis die Entwicklung von Kohlenstoffdioxid abgeklungen ist. Anschließend ist mit NaOH-Lösung, 1 mol/l, (3.2.5.3) ein pH-Wert von $6,8 \pm 0,2$ einzustellen und das Molybdän als Bariummolybdat abzutrennen (siehe 3.2.8).

3.2.7.5 Kombiniertes Aufschluss für Lanthanborid

Etwa 500 mg Probe, gewogen auf $\pm 0,1 \text{ mg}$, sind in einen Becher mit etwa 20 ml Wasser aufzuschlämmen und durch tropfenweise Zugabe von 5 ml HNO_3 konz. (3.2.5.10) in Lösung zu bringen. Im Falle einer klaren Lösung ist diese in einen 500 ml Messkolben vollständig zu überführen, auf 500 ml aufzufüllen, gut zu schütteln und ein Aliquot von 100 ml ist zur titrimetrischen Bestimmung zu entnehmen (siehe 3.2.9). Bleibt nach dem Aufschluss mit HNO_3 ein Bodensatz zurück, ist die Aufschlusslösung über einen Faltenfilter,

Partikelretention 5 µm bis 8 µm, (3.2.4.7) in einen 500 ml Messkolben zu filtrieren und mit Wasser gründlich nachzuwaschen. Der Filter ist anschließend in einem Platintiegel (3.2.4.2) in einem Ofen bei 800 °C zu veraschen und der Rückstand mit etwa 3 g $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{K}_2\text{CO}_3$ (3.2.5.5) auf dem Bunsenbrenner zu erhitzen bis eine klare Schmelze entstanden ist. Der abgekühlte Platintiegel ist in einem Becher mit etwa 200 ml Wasser auszulaugen. Nach vollständigem Lösen der Schmelze ist die Lösung in den Messkolben mit dem Filtrat zu überführen. Der Kolben ist auf 500 ml mit Wasser aufzufüllen, gut zu schütteln, und ein Aliquot von 100 ml ist zur titrimetrischen Bestimmung zu entnehmen (siehe 3.2.9).

3.2.8 Bariumcarbonatfällung

Um reproduzierbare Ausgangsbedingungen sicherzustellen und um die für eine gesättigte Lösung erforderliche Menge an BaCO_3 zu reduzieren, ist das Aliquot der Aufschlusslösung in einem Becher mit NaOH-Lösung, 200 g/l, (3.2.5.12) unter Verwendung eines pH-Meters oder von Universalindikatorpapier zu neutralisieren.

Nach Ansäuern mit 1,5 ml HCl konz. (3.2.5.8) ist so lange unter Rühren BaCO_3 (3.2.5.6) zuzugeben, bis sich ein Bodensatz bildet. Der Becher ist mit einem Uhrglas abzudecken, die Lösung rasch bis zum Sieden zu erhitzen und 5 min sieden zu lassen. Der Becher mit Inhalt muss eine halbe Stunde bei 50 °C bis 60 °C z. B. auf einem Sandbad stehengelassen werden, damit sich der Niederschlag absetzt. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur ist die Probe über einen Faltenfilter, Partikelretention 8 µm bis 12 µm, (3.2.4.8) zu filtrieren und vier- bis sechsmal auszuwaschen. Das Filtrat ist mit HCl, 5 mol/l, (3.2.5.9) auf pH 2,5 bis pH 3 anzusäuern und zur Entfernung von CO_2 1 min bis 2 min sieden zu lassen.

CO_2 darf aus dem Filtrat auch durch Einleiten von Stickstoff (3.2.5.18) entfernt werden.

Bei hohen Aluminiumgehalten ist, wie folgt, vorzugehen:

Bei Aufschlusslösungen, die z. B. nach Aufschluss von Aluminiumborid oder Gemischen aus BN, TiB_2 und AlN erhalten werden, ist eine Fällung mit NaOH-Lösung durchzuführen. Hierzu ist das Aliquot der Aufschlusslösung mit NaOH-Lösung, 200 g/l, (3.2.5.12) unter Rühren mit einem pH-Meter auf pH 10 einzustellen. Anschließend ist mit HCl, 5 mol/l, (3.2.5.9) auf pH 5 bis pH 6 anzusäuern. Der Becher mit Inhalt muss eine halbe Stunde bei 50 °C bis 60 °C z. B. auf einem Sandbad stehengelassen werden, damit sich der Niederschlag absetzt. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur ist die Probe über einen Faltenfilter, Partikelretention 8 µm bis 12 µm, (3.2.4.8) zu filtrieren und vier- bis sechsmal auszuwaschen. Das Filtrat ist mit HCl, 5 mol/l, (3.2.5.9) auf pH 2,5 bis pH 3 anzusäuern und zur Entfernung von CO_2 1 min bis 2 min sieden zu lassen.

CO_2 darf aus dem Filtrat auch durch Einleiten von Stickstoff (3.2.5.18) entfernt werden.

Bei Chromborid ist wie folgt vorzugehen:

Die aus 3.2.7.3 erhaltene Lösung ist auf 80 °C zu erwärmen und mit 20 ml BaCl_2 -Lösung, 20 g/l, (3.2.5.7) zu versetzen. Nach zwei- bis dreiminütigem Rühren ist die Probe über einen Faltenfilter, Partikelretention 5 µm bis 8 µm, (3.2.4.7) in einen 1 000 ml Erlenmeyerkolben mit Schliff zu filtrieren, mit heißem Wasser nachzuwaschen und das Filtrat auf der Heizplatte auf etwa 100 ml einzuengen und einige Tropfen Methylrot-Indikator (3.2.5.20) zuzugeben. Nach Aufsetzen eines Rückflusskühlers ist durch die Schlifföffnung des Kühlers mit H_2SO_4 , 7 mol/l, (3.2.5.11) bis zum Umschlagpunkt des Indikators (pH etwa 4,4) zu dosieren (Bariumsulfat fällt aus). Unter Einsatz eines Rückflusskühlers ist das CO_2 thermisch auszutreiben. Der Rückflusskühler ist mit CO_2 -freiem Wasser nachzuspülen, die Lösung vollständig in einen Becher zu überspülen und der titrimetrischen Bor-Bestimmung zuzuführen.

ANMERKUNG 1 Das ausfallende Bariumsulfat stört bei der titrimetrischen Bor-Bestimmung nicht.

Bei Molybdänborid ist wie folgt vorzugehen:

Die aus 3.2.7.4 erhaltene Lösung ist auf 80 °C zu erwärmen und mit 25 ml BaCl₂-Lösung, 20 g/l, (3.2.5.7) zu versetzen. Nach fünfzehnminütigem Rühren ist die so erhaltene Suspension auf Raumtemperatur abzukühlen, in einen 400 ml Messkolben vollständig zu überführen, mit Wasser bis zur Marke aufzufüllen und gut zu schütteln. Nach Filtration über einen Faltenfilter, Partikelretention 5 µm bis 8 µm, (3.2.4.7) in einen Becher sind 200 ml des Filtrats in einen 1 000 ml Erlenmeyerkolben mit Schliff zu pipettieren, auf einer Heizplatte auf etwa 100 ml einzuengen und einige Tropfen Methylrot-Indikator (3.2.5.20) zuzugeben. Nach Aufsetzen eines Rückflusskühlers ist durch die Schlifföffnung des Kühlers H₂SO₄, 7 mol/l, (3.2.5.11) bis zum Umschlagpunkt des Indikators (pH etwa 4,4) zu dosieren (Bariumsulfat fällt aus). Unter Einsatz eines Rückflusskühlers ist das CO₂ thermisch auszutreiben. Der Rückflusskühler ist mit CO₂-freiem Wasser nachzuspülen, die Lösung vollständig in einen Becher zu überspülen und der titrimetrischen Bor-Bestimmung zuzuführen.

ANMERKUNG 2 Das ausfallende Bariumsulfat stört bei der titrimetrischen Bor-Bestimmung nicht.

3.2.9 Titrimetrische Bor-Bestimmung

Das Aliquot der Aufschlusslösung ist mit NaOH-Lösung, 200 g/l, (3.2.5.12) am pH-Meter oder mit Universalindikatorpapier zu neutralisieren. Mit HCl, 5 mol/l, (3.2.5.9) ist ein pH-Wert von 2,5 bis 3 einzustellen und CO₂ durch 1 bis 2-minütiges Sieden zu entfernen. Die Lösungen aus der Bariumcarbonat- bzw. NaOH-Fällung (siehe 3.2.8) können ohne weitere Vorbehandlung analysiert werden.

CO₂ darf aus dem Filtrat auch durch mindestens 10-minütiges Einleiten von Stickstoff (3.2.5.18) entfernt werden.

Am Titrierstand ist mit einer eingestellten carbonatfreien NaOH-Lösung (3.2.5.1, 3.2.5.2, 3.2.5.3) bis zum ersten Wendepunkt zu titrieren, 35 ml Mannitlösung, 100 g/l, (3.2.5.15) oder etwa 4 g Mannit sind hinzuzugeben und nach der pH-Stabilisierung ist bis zum zweiten Wendepunkt weiter zu titrieren. Der Verbrauch an NaOH-Lösung zwischen den beiden Wendepunkten entspricht stöchiometrisch der titrierten Masse Borsäure.

Um Störungen durch CO₂ auszuschließen, ist die Titration unter fortlaufender Einleitung von Stickstoff (3.2.5.18) durchzuführen.

ANMERKUNG 1 Beispiel einer Bortitration mittels Mannit über den Boromannitol-Komplex, siehe Anhang B.1.

Die mit der Mannitlösung in Kontakt stehenden Teile des Titrierstandes sind regelmäßig zu reinigen, um die Bildung von Biofilmen zu vermeiden.

ANMERKUNG 2 In der Praxis hat sich eine monatliche Reinigung bewährt.

Es sind mindestens Doppelbestimmungen durchzuführen. Weichen die Einzelwerte der Mehrfachbestimmung mehr als um einen in Abhängigkeit von der Wiederholgrenze des Verfahrens vorgegebenen Wert voneinander ab, ist die Prüfung nach 3.2.7 zu wiederholen; gegebenenfalls ist nach 3.2.6 neu zu homogenisieren.

Die an jeder Probe ermittelten Einzelwerte sind gegebenenfalls um den Leerwert zu berichtigen. Zur Ermittlung des Leerwertes ist sinngemäß nach 3.2.7 vorzugehen, jedoch ohne Einbringen der Probe. Wird ein messbarer Leerwert ermittelt, ist dieser bei der Berechnung zu berücksichtigen.

Erfahrungsgemäß sind die verwendeten Chemikalien frei von Bor. Trotzdem sollte jede neue Chemikalienlieferung auf ihren Blindwert geprüft werden. Um Blindwerte durch das Glasgerät grundsätzlich zu vermeiden, sollten Gläser mit möglichst geringem Borgehalt verwendet werden.

3.2.10 Kalibrierung

Die pH-Kalibrierung des Titriergerätes mit pH-Elektrode ist täglich bei Gebrauch unter Berücksichtigung der Angaben des Geräteherstellers mittels pH-Kalibrierlösungen (3.2.5.16) durchzuführen.

Für die zur Titration verwendete NaOH-Lösung ist ein Korrekturfaktor zu ermitteln. Dies wird durch Urtitersubstanzen (z. B. Kaliumhydrogenphthalat) oder durch eine borsäurehaltige Standardlösung vorgenommen.

Das Gesamtverfahren und damit auch die Kalibrierung darf zur Erhöhung der Genauigkeit z. B. mit zertifizierten Referenzmaterialien (siehe Anhang E) überprüft und aus dem Ergebnis der Überprüfung ein Korrekturfaktor abgeleitet werden.

3.2.11 Berechnung

Der Borgehalt $w(B_{\text{ges}})$ jeder Probe ist als Mittelwert der um den Leerwert berichtigten Einzelwerte als Massenanteil in % anhand von Gleichung (1) zu berechnen:

$$w(B_{\text{ges}}) = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot F \cdot V_{\text{ges}} \cdot q \cdot 100}{V_a \cdot m_E} \quad (1)$$

Dabei ist

- V_{NaOH} Verbrauch an NaOH-Lösung in ml;
- V_{ges} Volumen Aufschlusslösung in ml;
- V_a Volumen des für die Titration verwendeten Aliquots in ml;
- F Korrekturfaktor für die NaOH-Lösung (siehe 3.2.10);
- q maßanalytisches Äquivalent (siehe Anmerkung);
- m_E Einwaage Probenmaterial in mg.

ANMERKUNG $q = 1,0811$ mg Bor pro ml 0,1 mol/l NaOH-Lösung bei natürlichem $^{10}\text{B}/^{11}\text{B}$ -Isotopenverhältnis.

3.2.12 Angabe der Ergebnisse

Der Massenanteil an B_{ges} als Mittelwert der Einzelwerte der Mehrfachbestimmung ist in Prozent anzugeben und auf eine der Messunsicherheit angepasste Anzahl Dezimalstellen zu runden (detaillierte Angaben zur Messunsicherheit, siehe Anhang C).

3.2.13 Präzision

Die bei einem Ringversuch an B_4C und BN ermittelten Präzisionsdaten sind im Anhang A in der Tabelle A.1 und der Tabelle A.2 für B_4C und der Tabelle A.19 und der Tabelle A.20 für BN dargestellt.

3.2.14 Prüfbericht

Nach Teil 1 dieser Normenreihe, d. h. DIN 54387-1.

3.3 Bestimmung des Gehaltes an B_{ges} mittels optischer Emissionsspektrometrie und induktiv gekoppeltem Plasma

3.3.1 Allgemeines

Das Verfahren ist anwendbar auf Borcarbid, Bornitrid, Metallboride, amorphes Bor und Gemische aus diesen, wie z. B. Gemische aus BN und TiB_2 , BN und ZrO_2 oder B_4C und SiC. Es ist anwendbar auf grobstückiges Rohmaterial, kornförmiges Material und Pulver sowie gesinterte und geformte Körper, gegebenenfalls nach Zerkleinerung. Das festgelegte Verfahren gilt für einen Bestimmungsbereich des Massenanteils von Bor von 2 % bis 99 %.

3.3.2 Kurzbeschreibung

Die pulverförmige Probe wird mit alkalischen Aufschlussmitteln im Platintiegel oder unter Zusatz von Natriumperoxid im Nickeltiegel vollständig aufgeschlossen und die Schmelze in verdünnter Salzsäure gelöst. Anstelle des alkalischen Aufschlusses wird LaB_6 direkt in verdünnter Salpetersäure gelöst. Anschließend erfolgt die emissionsspektrometrische Bor-Bestimmung eines verdünnten Aliquots der wässrigen salzsauren oder salpetersauren Probenlösung durch optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES).

ANMERKUNG Als alkalische Aufschlussmittel werden in der Regel Natriumcarbonat oder eine Mischung aus Kaliumcarbonat und Natriumcarbonat (1:1) eingesetzt. Die Verwendung der Mischung kann zu einem erhöhten Platinabtrag des Tiegelmaterials führen.

Der Aufschluss mit einer Mischung aus Natriumperoxid und Natrium-/Kaliumcarbonat im Nickeltiegel erfolgt bevorzugt bei Molybdänborid.

3.3.3 Mögliche Störungen und ihre Beseitigung

Siehe 3.2.3 Unterlagen der Gerätehersteller und Anhang D.

ANMERKUNG In Anhang D sind allgemeine Hinweise zu Fehlermöglichkeiten bei der ICP-OES zu finden.

3.3.4 Geräte

Übliches Laborgerät, sowie zusätzlich: