

DIN EN ISO 21814



ICS 81.060.30

Ersatz für
DIN EN 725-4:2006-07

**Hochleistungskeramik –
Verfahren zur chemischen Analyse von Aluminiumnitridpulvern
(ISO 21814:2019);
Deutsche Fassung EN ISO 21814:2022**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Methods for chemical analysis of aluminium nitride powders (ISO 21814:2019);
German version EN ISO 21814:2022

Céramiques techniques –
Méthodes d'analyse chimique des poudres de nitrure d'aluminium (ISO 21814:2019);
Version allemande EN ISO 21814:2022

Gesamtumfang 47 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 21814:2019 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 21814:2022 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-02-66 AA „Chemische Analyse von Keramik- und Glaswerkstoffen“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3696	siehe	DIN ISO 3696
ISO 21068-3:2008	siehe	DIN EN ISO 21068-3:2008-12
ISO 26845:2008	siehe	DIN EN ISO 26845:2008-06

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 725-4:2006-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) identische Übernahme der aktuelleren ISO 21814;
- b) Norm redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN V ENV 725-4: 1994-03
DIN EN 725-4: 2006-07

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 21068-3:2008-12, *Chemische Analyse von Siliciumcarbid enthaltenden Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen — Teil 3: Bestimmung des Gehaltes an Stickstoff, Sauerstoff sowie metallischen und oxidischen Bestandteilen (ISO 21068-3:2008); Deutsche Fassung EN ISO 21068-3:2008*

DIN EN ISO 26845:2008-06, *Chemische Analyse feuerfester Erzeugnisse — Allgemeine Anforderungen an die nasschemische Analyse, Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)-Verfahren, Atomemissionsspektrometrie mit Anregung durch ein induktiv gekoppeltes Plasma (ICP-AES) (ISO 26845:2008); Deutsche Fassung EN ISO 26845:2008*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

– Leerseite –

Deutsche Fassung

Hochleistungskeramik —
Verfahren zur chemischen Analyse von
Aluminiumnitridpulvern (ISO 21814:2019)

Fine ceramics
(advanced ceramics, advanced technical ceramics) —
Methods for chemical analysis of aluminium nitride
powders (ISO 21814:2019)

Céramiques techniques —
Méthodes d'analyse chimique des poudres de nitrure
d'aluminium (ISO 21814:2019)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 21. November 2022 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-CENELEC-Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	6
Vorwort	7
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Analyten und Bereiche	9
5 Probenvorbereitung	9
5.1 Allgemeines	9
5.2 Probenahme	10
5.3 Trocknung	10
5.4 Wägen	10
6 Angabe der Analysewerte	10
6.1 Anzahl der Analysen	10
6.2 Blindprobe	10
6.3 Auswertung der Analysewerte	10
6.4 Darstellung der Analysewerte	10
7 Bestimmung des Aluminiumgehalts	11
7.1 Einteilung der Bestimmungsverfahren	11
7.2 ICP-OES nach Säureaufschluss	11
7.2.1 Kurzbeschreibung	11
7.2.2 Reagenzien	11
7.2.3 Prüfeinrichtung und Geräte	11
7.2.4 Durchführung	12
7.2.5 Blindprobe	12
7.2.6 Erstellung der Kalibrierkurve	12
7.2.7 Berechnung	12
7.3 CyDTA-Zink-Rücktitration nach Säuredruckaufschluss	13
7.3.1 Kurzbeschreibung	13
7.3.2 Reagenzien	13
7.3.3 Prüfeinrichtung und Geräte	13
7.3.4 Durchführung	14
7.3.5 Blindprobe	15
7.3.6 Berechnung	15
8 Bestimmung des Gesamtstickstoffgehalts	15
8.1 Einteilung der Bestimmungsverfahren	15
8.2 Acidimetrische Titration nach Säuredruckaufschluss und Destillationstrennung	15
8.2.1 Kurzbeschreibung	15
8.2.2 Reagenzien	16
8.2.3 Prüfeinrichtung	16
8.2.4 Durchführung	18
8.2.5 Messung der Ausbeute	18
8.2.6 Berechnung	19
8.3 Acidimetrische Titration nach direktem Aufschluss und Destillationstrennung	19
8.3.1 Kurzbeschreibung	19
8.3.2 Reagenzien	19
8.3.3 Prüfeinrichtung	19
8.3.4 Durchführung	19
8.3.5 Messung der Ausbeute	19
8.3.6 Berechnung	19
8.4 Thermische Konduktometrie nach Inertgas-Schmelzextraktion	20
8.4.1 Kurzbeschreibung	20

8.4.2	Reagenzien	20
8.4.3	Prüfeinrichtung	20
8.4.4	Gerät	21
8.4.5	Durchführung	22
8.4.6	Blindprobe	22
8.4.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten	22
8.4.8	Berechnung	23
9	Bestimmung der Gehalte an Natrium und Kalium	23
9.1	Einteilung der Bestimmungsverfahren	23
9.2	Flammenemission nach Säuredruckaufschluss	23
9.2.1	Kurzbeschreibung	23
9.2.2	Reagenzien	23
9.2.3	Geräte	24
9.2.4	Durchführung	24
9.2.5	Blindprobe	24
9.2.6	Erstellen der Kalibrierkurve	24
9.2.7	Berechnung	25
9.3	Atomabsorptionsspektrometrie nach Säuredruckaufschluss	25
9.3.1	Kurzbeschreibung	25
9.3.2	Reagenzien	25
9.3.3	Geräte	25
9.3.4	Durchführung	25
9.3.5	Blindversuch	25
9.3.6	Erstellen der Kalibrierkurve	25
9.3.7	Berechnung	25
10	Bestimmung der Spurenelementgehalte	26
10.1	Einteilung der Bestimmungsverfahren	26
10.2	ICP-OES nach Säureaufschluss	26
10.2.1	Kurzbeschreibung	26
10.2.2	Reagenzien	26
10.2.3	Prüfeinrichtung und Geräte	27
10.2.4	Durchführung	27
10.2.5	Blindprobe	28
10.2.6	Erstellen der Kalibrierkurve	28
10.2.7	Berechnung	28
10.3	ICP-OES nach Säuredruckaufschluss	28
10.3.1	Allgemeines	28
10.3.2	Reagenzien	28
10.3.3	Prüfeinrichtung und Geräte	28
10.3.4	Durchführung	28
10.3.5	Blindprobe	28
10.3.6	Erstellen der Kalibrierkurve	28
10.3.7	Berechnung	28
11	Bestimmung des Sauerstoffgehalts	29
11.1	Kurzbeschreibung	29
11.2	Reagenzien	29
11.3	Prüfeinrichtung	29
11.4	Geräte	29
11.5	Durchführung	29
11.6	Blindprobe	29
11.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten	29
11.8	Berechnung	30
12	Bestimmung des Kohlenstoffgehalts	30
12.1	Einteilung der Bestimmungsverfahren	30
12.2	IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung (Widerstandsofen)	30
12.2.1	Kurzbeschreibung	30
12.2.2	Reagenzien	30

12.2.3 Prüfeinrichtung 31

12.2.4 Gerät 31

12.2.5 Durchführung 32

12.2.6 Blindprobe 32

12.2.7 Berechnung des Kalibrierkoeffizienten 32

12.2.8 Berechnung 33

12.3 Thermische Konduktometrie nach Verbrennung (Hochfrequenz-Heizofen) 33

12.3.1 Kurzbeschreibung 33

12.3.2 Reagenzien 33

12.3.3 Prüfeinrichtung 33

12.3.4 Gerät 34

12.3.5 Durchführung 34

12.3.6 Blindprobe 35

12.3.7 Berechnung des Kalibrierkoeffizienten 35

12.3.8 Berechnung 35

12.4 IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung (Hochfrequenz-Heizofen) 35

12.4.1 Kurzbeschreibung 35

12.4.2 Reagenzien 35

12.4.3 Prüfeinrichtung 35

12.4.4 Gerät 35

12.4.5 Durchführung 36

12.4.6 Blindprobe 37

12.4.7 Berechnung des Kalibrierkoeffizienten 37

12.4.8 Berechnung 37

13 Bestimmung der Gehalte an Fluor und Chlor 37

13.1 Kurzbeschreibung 37

13.2 Reagenzien 37

13.3 Prüfeinrichtung und Geräte 37

13.4 Durchführung 39

13.4.1 Extraktion von Fluor und Chlor aus der Probe 39

13.4.2 Bestimmung der Gehalte an Fluor und Chlor 39

13.5 Blindprobe 39

13.6 Erstellen der Kalibrierkurve 39

13.7 Berechnung 40

14 Prüfbericht 40

Anhang A (informativ) Analyseergebnisse aus dem Ringversuch 41

Literaturhinweise 43

Bilder

Bild 1 — Beispiel für ein verschlossenes Aufschlussgefäß 14

Bild 2 — Beispiel für ein Dampfdestillationsgerät 17

Bild 3 — Beispiele für Graphittiegel 20

Bild 4 — Blockschaltbild der thermischen Konduktometrie nach Inertgas-Schmelzextraktion . . 21

Bild 5 — Blockschaltbild eines Kohlenstoffanalysators für IR-Absorptionsspektrometrie nach
Verbrennung (Widerstandsofen) 31

Bild 6 — Blockschaltbild eines Kohlenstoffanalysators für eine thermische Konduktometrie nach
Verbrennung (Hochfrequenz-Heizofen) 34

Bild 7 — Blockschaltbild eines Kohlenstoffanalysators für eine IR-Absorptionsspektrometrie
nach Verbrennung (Hochfrequenz-Heizofen) 36

Bild 8 — Beispiel für die Pyrohydrolyseapparatur zur Extraktion von Fluor und Chlor 38

Tabellen

Tabelle 1 — Toleranzen für die Analysewerte 10

Tabelle 2 — Beispiele für die Analysenwellenlänge für jedes einzelne Element 27

Tabelle A.1 — Analyseergebnisse des Ringversuchs (ICP-OES nach Säureaufschluss) 42

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 21814:2019 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ als EN ISO 21814:2022 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 2023, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2023 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN 725-4:2006.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 21814:2019 wurde von CEN als EN ISO 21814:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206, *Fine ceramics* erarbeitet.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members zu finden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Verfahren für die chemische Analyse von feinen Aluminiumnitridpulvern fest, die als Rohstoffe für Hochleistungskeramik verwendet werden.

Dieses Dokument legt die Verfahren zur Bestimmung der Gehalte an Aluminium, Gesamtstickstoff, Bor, Calcium, Kupfer, Eisen, Magnesium, Mangan, Molybdän, Nickel, Kalium, Silicium, Natrium, Titan, Wolfram, Vanadium, Zink, Zirkonium, Kohlenstoff, Chlor, Fluor und Sauerstoff in Aluminiumnitridpulvern fest. Der Aluminiumgehalt wird entweder mittels CyDTA-Zink-Rücktitration nach Säuredruckaufschluss oder mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES, en: inductively coupled plasma-optical emission spectrometry) nach Säureaufschluss bestimmt. Der Gesamtstickstoffgehalt wird mittels acidimetrischer Titration nach Säuredruckaufschluss und Destillationstrennung, acidimetrischer Titration nach direktem Aufschluss und Destillationstrennung oder mittels thermischer Konduktometrie nach Inertgas-Schmelzextraktion bestimmt. Die Gehalte an Bor, Calcium, Kupfer, Eisen, Magnesium, Mangan, Molybdän, Nickel, Kalium, Silicium, Natrium, Titan, Wolfram, Vanadium und Zink werden mittels ICP-OES nach Säureaufschluss oder Säuredruckaufschluss bestimmt. Die Gehalte an Natrium und Kalium werden mittels Flammenemission nach Säuredruckaufschluss oder mittels Atomabsorptionsspektrometrie nach Säuredruckaufschluss bestimmt. Der Sauerstoffgehalt wird mittels IR-Absorptionsspektrometrie nach Inertgas-Schmelzextraktion bestimmt, der Kohlenstoffgehalt mittels IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung oder mittels konduktometrischer Bestimmung nach Verbrennung. Die Gehalte an Chlor und Fluor werden mittels Pyrohydrolyse und anschließender Ionenchromatographie oder Spektrophotometrie bestimmt.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

ISO 2828, *Aluminium oxide primarily used for the production of aluminium — Determination of fluorine content — Alizarin complexone and lanthanum chloride spectrophotometric method*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 8656-1, *Refractory products — Sampling of raw materials and unshaped products — Part 1: Sampling scheme*

ISO 21068-3:2008, *Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and refractory products — Part 3: Determination of nitrogen, oxygen and metallic and oxidic constituents*

ISO 21438-2, *Workplace atmospheres — Determination of inorganic acids by ion chromatography — Part 2: Volatile acids, except hydrofluoric acid (hydrochloric acid, hydrobromic acid and nitric acid)*

ISO 21438-3, *Workplace atmospheres — Determination of inorganic acids by ion chromatography — Part 3: Hydrofluoric acid and particulate fluorides*

ISO 26845:2008, *Chemical analysis of refractories — General requirements for wet chemical analysis, atomic absorption spectrometry (AAS) and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) methods*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

4 Analyten und Bereiche

- a) Aluminium (Al), Bereich von 40 % bis 70 % (Massenanteil).
- b) Gesamtstickstoff (T.N), Bereich von 20 % bis 40 % (Massenanteil).
- c) Bor (B), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- d) Calcium (Ca), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- e) Kupfer (Cu), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- f) Eisen (Fe), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- g) Magnesium (Mg), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- h) Mangan (Mn), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- i) Molybdän (Mo), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- j) Nickel (Ni), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- k) Kalium (K), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- l) Silicium (Si), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- m) Natrium (Na), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- n) Titan (Ti), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- o) Wolfram (W), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- p) Vanadium (V), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- q) Zink (Zn), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- r) Kohlenstoff (C), Bereich von 0,01 % bis 6 % (Massenanteil).
- s) Chlor (Cl), Bereich von 0,001 % bis 0,5 % (Massenanteil).
- t) Fluor (F), Bereich von 0,001 % bis 0,2 % (Massenanteil).
- u) Sauerstoff (O), Bereich von 0,05 % bis 5 % (Massenanteil).

5 Probenvorbereitung

5.1 Allgemeines

Die Probenvorbereitung muss nach ISO 8656-1 erfolgen, sofern zwischen dem Analysator und dem Kunden nichts anderes vereinbart wurde.

5.2 Probenahme

Die Probe muss nach ISO 8656-1 entnommen werden.

5.3 Trocknung

10 g der Probe werden in ein flaches Wägegias (60 mm × 30 mm) gegeben und gleichmäßig auf dem Boden des Glases verteilt. Das Glas wird unbedeckt für 2 h in ein Luftbad bei (110 ± 5) °C gestellt und anschließend für 1 h zugedeckt in einem Exsikkator (Trockenmittel: Magnesiumperchlorat) abgekühlt.

5.4 Wägen

Die Probe wird mit einer Waage auf 0,1 mg der erforderlichen Menge eingewogen.

6 Angabe der Analysewerte

6.1 Anzahl der Analysen

Die Probe wird zweimal an verschiedenen Tagen analysiert.

6.2 Blindprobe

Nach der Analyse wird ein Blindversuch durchgeführt, um die Messwerte zu korrigieren.

6.3 Auswertung der Analysewerte

Überschreitet die Differenz zwischen den beiden Analysewerten nicht den Toleranzwert (Tabelle 1), muss der Mittelwert angegeben werden. Überschreitet die Differenz zwischen den beiden Analysewerten den Toleranzwert, werden zwei weitere Analysen durchgeführt. Überschreitet die Differenz dieser beiden weiteren Analysen den Toleranzwert nicht, muss deren Mittelwert angegeben werden. Überschreitet die Differenz auch den Toleranzwert, muss der Median von vier Analysewerten angegeben werden.

6.4 Darstellung der Analysewerte

Die Analysewerte müssen in % (Massenanteil), bezogen auf die Trockenmasse, angegeben werden.

- a) Aluminium, Gesamtstickstoff und Sauerstoff: Angabe der Ergebnisse vierstellig mit zwei Dezimalstellen.
- b) Sonstige: Angabe der Ergebnisse mit drei Dezimalstellen.

Tabelle 1 — Toleranzen für die Analysewerte

Einheiten: % (Massenanteil)

Element	Al	Gesamt-N	Si, Ti, Fe, Ca, Mg, V, Mo, W, Cu, Ni, Zn, Mn, B, Na, K, F, Cl	O	C
Toleranz	0,20 ^a 0,30 ^b	0,20 ^c 0,40 ^d	0,001 ^e 0,005 ^f	0,05	0,005

^a CyDTA-Zink-Rücktitration nach Säuredruckaufschluss.

^b ICP-OES nach Säureaufschluss.

^c Acidimetrische Titration nach Säuredruckaufschluss (oder direktem Aufschluss) und Destillationstrennung.

^d Thermische Konduktometrie nach Inertgas-Schmelzextraktion.

^e Anwendbar bei einem Gehalt von weniger als 0,01 % (Massenanteil).

^f Anwendbar bei einem Gehalt von mindestens 0,01 % (Massenanteil).

7 Bestimmung des Aluminiumgehalts

7.1 Einteilung der Bestimmungsverfahren

Verfahren A, ICP-OES nach Säureaufschluss.

Verfahren B, CyDTA-Zink-Rücktitration nach Säuredruckaufschluss.

Sind Analyseergebnisse mit vier signifikanten Stellen erforderlich, wird Verfahren B angewendet; wenn zwei oder drei signifikante Stellen erforderlich sind, kann Verfahren A angewendet werden.

7.2 ICP-OES nach Säureaufschluss

7.2.1 Kurzbeschreibung

Ein Teil der Probe wird in Wasser, Schwefelsäure und Wasserstoffperoxid aufgeschlossen. Nach Auffüllen des erforderlichen Volumens wird die Emissionsintensität des in der Prüflösung enthaltenen Aluminiums mittels ICP-OES bei mindestens einer der folgenden Wellenlängen gemessen: 396,15 nm, 309,28 nm und 394,40 nm.

7.2.2 Reagenzien

Es müssen Reagenzien mit analytischer Reinheit verwendet werden. Die Reagenzlösungen müssen in Kunststoffflaschen aufbewahrt werden.

7.2.2.1 Wasser, Grad 1 oder besser, nach ISO 3696.

7.2.2.2 Schwefelsäure (1+9, 1+180).

7.2.2.3 Salzsäure (1+1, 1+3).

7.2.2.4 Aluminium-Stammlösung (Al 10 mg/ml).

Die Oberfläche des Aluminiums (mehr als 99,999 % Reinheit Massenanteil) wird mit einer Salzsäurelösung (1+3) gewaschen. Die oxidierte Schicht wird mit Wasser, Ethanol (99,5 %) und Diethylether gewaschen. Das Aluminium wird in einem Exsikkator getrocknet (Trockenmittel: Magnesiumperchlorat). 5 g Aluminium werden in ein PTFE-Becherglas eingewogen und mit einem PTFE-Uhrglas abgedeckt. 50 ml Salzsäurelösung (1+1) werden zugegeben und die Lösung wird auf einem Dampfbad bis zur Auflösung erwärmt. Nach dem Abkühlen wird die Lösung in einen 500-ml-Messkolben überführt, mit Wasser bis zur Marke verdünnt und gut gemischt.

ANMERKUNG Die SI-rückführbare handelsübliche Standardlösung ist ebenfalls erhältlich.

7.2.2.5 Aluminium-Standardlösung (Al 1 mg/ml).

10 ml Aluminium-Stammlösung (7.2.2.4) werden in einen 100-ml-Kunststoffmesskolben gegeben, mit Schwefelsäure (1+180) bis zur Marke verdünnt und gut gemischt.

7.2.3 Prüfeinrichtung und Geräte

Für die chemischen Analysen werden die üblichen Laboreinrichtungen und -geräte nach ISO 26845:2008, Abschnitt 4, verwendet.

7.2.3.1 ICP-OES.