

DIN EN ISO 21813



ICS 81.060.30

Einsprüche bis 2022-09-01
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 725-2:2008-01

Entwurf

**Hochleistungskeramik –
Verfahren zur chemischen Analyse von hochreinen
Bariumtitanatpulvern (ISO 21813:2019);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 21813:2022**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Methods for chemical analysis of high purity barium titanate powders (ISO 21813:2019);
German and English version prEN ISO 21813:2022

Céramiques techniques –
Méthodes d'analyse chimique des poudres de titanate de baryum à haute pureté
(ISO 21813:2019);
Version allemande et anglaise prEN ISO 21813:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-07-01 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 65 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21813:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-02-066 AA „Chemische Analyse von Keramik- und Glaswerkstoffen“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

ISO 3696 siehe DIN ISO 3696

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 725-2:2008-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) identische Übernahme der aktuelleren ISO 21813;
- b) Norm redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

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

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 21813:2022-08

– Leerseite –

**Hochleistungskeramik – Verfahren zur chemischen Analyse von hochreinen
Bariumtitanatpulvern (ISO 21813:2019)**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) – Methods for chemical analysis of high purity barium titanate powders (ISO 21813:2019)

Céramiques techniques – Méthodes d'analyse chimique des poudres de titanate de baryum à haute pureté (ISO 21813:2019)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	5
Vorwort	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Analyte und Bereiche	7
5 Herstellung der Prüfprobe	8
5.1 Allgemeines	8
5.2 Probenahme	8
5.3 Trocknen	8
5.4 Wägen	8
6 Angabe der Analysenwerte	9
6.1 Anzahl der Analysen	9
6.2 Blindversuch	9
6.3 Bewertung der Analysenwerte	9
6.4 Angabe der Analysenwerte	9
7 Bestimmung des Barium- und Titangehalts	9
7.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren	9
7.2 Gravimetrisches Verfahren mit Säureaufschluss	10
7.2.1 Kurzbeschreibung	10
7.2.2 Reagenzien	10
7.2.3 Geräte	10
7.2.4 Durchführung	11
7.2.5 Blindversuch	11
7.2.6 Berechnung	11
7.3 ICP OES Verfahren mit Säureaufschluss	12
7.3.1 Kurzbeschreibung	12
7.3.2 Reagenzien	12
7.3.3 Geräte	12
7.3.4 Durchführung	12
7.3.5 Blindversuch	12
7.3.6 Erstellen der Kalibrierfunktion	13
7.3.7 Berechnung	13
8 Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen	13
8.1 Kurzbeschreibung	13
8.2 Reagenzien	13
8.3 Geräte	14
8.4 Durchführung	14
8.5 Blindversuch	15
8.6 Erstellen der Kalibrierfunktion	15
8.7 Berechnung	15
9 Bestimmung des Gesamtgehalts von Stickstoff	15
9.1 Kurzbeschreibung	15
9.2 Reagenzien	16
9.3 Geräte	16
9.4 Messgerät	16
9.5 Durchführung	17
9.5.1 Inbetriebnahme des Messgeräts	17
9.5.2 Vorheizen	18
9.5.3 Entgasen des Graphit-Tiegels	18
9.5.4 Messen	18

9.6	Blindversuch	18
9.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten	18
9.8	Berechnung	19
10	Bestimmung des Sauerstoffgehalts	19
10.1	Kurzbeschreibung	19
10.2	Reagenzien	19
10.3	Geräte	19
10.4	Messgerät	19
10.5	Durchführung	20
10.6	Blindversuch	20
10.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten	20
10.8	Berechnung	20
11	Bestimmung des Kohlenstoffgehalts	20
11.1	Klassifizierung der Bestimmungsverfahren	20
11.2	IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung im Widerstandsofen	21
11.2.1	Kurzbeschreibung	21
11.2.2	Reagenzien	21
11.2.3	Geräte	21
11.2.4	Messgerät	21
11.2.5	Durchführung	22
11.2.6	Blindversuch	23
11.2.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten	23
11.2.8	Berechnung	24
11.3	Thermische Konduktometrie nach Verbrennung mittels Hochfrequenz-Heizofen	24
11.3.1	Kurzbeschreibung	24
11.3.2	Reagenzien	24
11.3.3	Geräte	24
11.3.4	Messgerät	24
11.3.5	Durchführung	25
11.3.6	Blindversuch	26
11.3.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten	26
11.3.8	Berechnung	26
11.4	IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung im Hochfrequenzofen	26
11.4.1	Kurzbeschreibung	26
11.4.2	Reagenzien	26
11.4.3	Geräte	26
11.4.4	Messgerät	26
11.4.5	Durchführung	27
11.4.6	Blindversuch	28
11.4.7	Berechnung des Kalibrierkoeffizienten	28
11.4.8	Berechnung	28
12	Prüfbericht	28
Anhang A (informativ)	Aus dem Ringversuch erhaltene Analysenergebnisse	29
Literaturhinweise		32

Bilder

Bild 1 — Beispiele für einen Graphit-Tiegel	16
Bild 2 — Blockdiagramm des Wärmeleitfähigkeits-Inertgasschmelzverfahrens	17
Bild 3 — Blockdiagramm eines Analysators für Kohlenstoff für die IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung im Widerstandsofen	22
Bild 4 — Blockdiagramm eines Analysators für Kohlenstoff für die thermische Konduktometrie nach Verbrennung im Hochfrequenzofen	25
Bild 5 — Blockdiagramm eines Analysators für Kohlenstoff für die IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung im Hochfrequenzofen	27

Tabellen

Tabelle 1 — Toleranzen für die Analysenwerte	9
Tabelle 2 — Beispiele für eine analytische Wellenlänge für jedes Element	14
Tabelle A.1 — Analysenergebnisse des Ringversuchs	30

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21813:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 725-2:2007 ersetzen.

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.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Verfahren für die chemische Analyse von feinen, hochreinen Bariumtitanatpulvern fest, die als Rohmaterial für die Hochleistungskeramik verwendet werden.

Dieses Dokument legt die Verfahren zur Bestimmung des Barium-, Titan-, Aluminium-, Cadmium-, Calcium-, Cobalt-, Dysprosium-, Eisen-, Blei-, Magnesium-, Mangan-, Nickel-, Niob-, Kalium-, Silizium-, Natrium-, Strontium-, Vanadium-, Zirkonium-, Kohlenstoff-, Sauerstoff- und Stickstoffgehaltes in hochreinen Bariumtitanatpulvern fest. Der Barium- und Titangehalt, die wesentlichen Elemente, werden mithilfe eines gravimetrischen Verfahrens mit Säureaufschluss oder eines Verfahrens mit Säureaufschluss kombiniert mit optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (en: inductively coupled plasma optical emission spectrometry, ICP-OES) bestimmt. Die Aluminium-, Cadmium-, Calcium-, Chrom-, Cobalt-, Dysprosium-, Eisen-, Blei-, Magnesium-, Mangan-, Nickel-, Niob-, Kalium-, Silizium-, Strontium-, Vanadium- und Zirkoniumgehalte werden simultan mittels einem Verfahren von Säureaufschluss mit ICP-OES bestimmt. Der Stickstoffgehalt wird mithilfe eines -Inertgasschmelzverfahrens mit Wärmeleitfähigkeitsdetektion bestimmt, während der Sauerstoffgehalt mithilfe eines Inertgasschmelzverfahrens mit IR-Absorptionsspektroskopie bestimmt wird. Der Kohlenstoffgehalt wird abschließend mithilfe eines Verbrennungs-IR-Absorptionsspektrometrierfahrens oder eines Verbrennungs-Konduktometrie-Verfahrens 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 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 6353-1, *Reagents for chemical analysis — Part 1: General test methods*

ISO 6353-2, *Reagents for chemical analysis — Part 2: Specifications — First series*

ISO 6353-3, *Reagents for chemical analysis — Part 3: Specifications — Second series*

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

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 <http://www.electropedia.org/>

4 Analyte und Bereiche

- a) Barium (Ba), Bereich von 40 % bis 60 % (Massenanteil).
- b) Titan (Ti), Bereich von 10 % bis 30 % (Massenanteil).
- c) Aluminium (Al), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- d) Cadmium (Cd), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).

- e) Calcium (Ca), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- f) Cobalt (Co), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- g) Dysprosium (Dy), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- h) Eisen (Fe), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- i) Blei (Pb), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- j) Magnesium (Mg), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- k) Mangan (Mn), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- l) Nickel (Ni), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- m) Niob (Nb), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- n) Kalium (K), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- o) Silicium (Si), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- p) Natrium (Na), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- q) Strontium (Sr), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- r) Vanadium (V), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- s) Zirkonium (Zr), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil).
- t) Gesamt-Stickstoff (en: total nitrogen, T.N.), Bereich von 0,01 % bis 5 % (Massenanteil).
- u) Wasserstoff (O), Bereich von 10 % bis 30 % (Massenanteil).
- v) Kohlenstoff (C), Bereich von 0,01 % bis 5 % (Massenanteil).

5 Herstellung der Prüfprobe

5.1 Allgemeines

Das Verfahren zur Herstellung der Probe muss nach ISO 8656-1 durchgeführt werden, sofern nicht anders zwischen Analytiker und Kunden vereinbart.

5.2 Probenahme

Die Probe muss nach ISO 8656-1 entnommen werden.

5.3 Trocknen

Eine Probe von 10 g wird in eine flache Wägeflasche (60 mm × 30 mm) eingebracht und gleichmäßig über den Boden der Flasche verteilt. Die Flasche wird ohne Deckel 2 h in ein Luftbad bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ eingebracht und anschließend 1 h in einem Exsikkator (Trocknungsmittel: Magnesiumperchlorat) abgekühlt.

5.4 Wägen

Die Probe wird mithilfe einer Waage auf 0,1 mg der geforderten Menge gewogen.

6 Angabe der Analysenwerte

6.1 Anzahl der Analysen

Die Probe wird zweimal an verschiedenen Tagen analysiert.

6.2 Blindversuch

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

6.3 Bewertung der Analysenwerte

Wenn die Differenz zwischen den zwei Analysenwerten den Toleranzwert (Tabelle 1) nicht überschreitet, muss der Durchschnittswert angegeben werden. Wenn die Differenz zwischen den beiden Analysenwerten den Toleranzwert überschreitet, müssen zwei weitere Analysen durchgeführt werden. Wenn die Differenz dieser beiden weiteren Analysen den Toleranzwert nicht überschreitet, muss der Mittelwert davon angegeben werden. Wenn die Differenz ebenfalls den Toleranzwert überschreitet, muss der Medianwert von vier Analysenwerten angegeben werden.

6.4 Angabe der Analysenwerte

Die Analysenwerte für die Trockenheit müssen in % (Massenanteil) angegeben werden.

- a) Barium, Titan, Sauerstoff und Stickstoff: die Ergebnisse werden mit zwei Dezimalstellen angegeben.
- b) Andere: die Ergebnisse werden mit drei Dezimalstellen angegeben.

Tabelle 1 — Toleranzen für die Analysenwerte

Einheiten: % (Massenanteil)

Element	Ba	Ti	Al, Cd, Ca, Co, Dy, Fe, Pb, Mg, Mn, Ni, Nb, K, Si, Na, Sr, V, Zr	Gesamt- Stickstoff	O	C
Toleranz	0,30 ^a 0,40 ^b	0,20 ^a 0,30 ^b	0,001 ^c 0,005 ^d	0,01 ^e 0,05 ^f	0,50	0,005
^a Gravimetrisches Verfahren mit Säureaufschluss. ^b ICP-OES mit Säureaufschluss. ^c Auf einen Gehalt von weniger als 0,01 % (Massenanteil) anwendbar. ^d Auf einen Gehalt von mindestens 0,01 % (Massenanteil) anwendbar. ^e Auf einen Gehalt von weniger als 1,0 % (Massenanteil) anwendbar. ^f Auf einen Gehalt von mindestens 1,0 % (Massenanteil) anwendbar.						

7 Bestimmung des Barium- und Titangehalts

7.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren

Der Barium- und Titangehalt wird nach einem der folgenden Verfahren bestimmt:

- Verfahren A, gravimetrisches Verfahren mit Säureaufschluss;
- Verfahren B, ICP-OES mit Säureaufschluss.

Falls Analyseergebnisse mit vier signifikanten Ziffern erforderlich sind, wird Verfahren A angewendet; falls zwei oder drei signifikante Ziffern erforderlich sind, kann Verfahren B angewendet werden.

7.2 Gravimetrisches Verfahren mit Säureaufschluss

7.2.1 Kurzbeschreibung

Die Teilprobe wird mit Wasserstoffperoxid und Salzsäure zersetzt. Das in der Probenlösung enthaltene Barium wird mithilfe einer gravimetrischen Analyse mit Schwefelsäure analysiert. Das Titan in der Probenlösung wird mithilfe einer gravimetrischen Analyse mit Ammoniaklösung analysiert.

7.2.2 Reagenzien

Sofern nicht anders angegeben, müssen während der Analyse ausschließlich Reagenzien von anerkannter analytischer Reinheit und nur destilliertes Wasser oder Wasser von gleichwertiger Reinheit verwendet werden.

Falls nicht anders angegeben müssen die Reagenzien den Anforderungen von ISO 6353-1, ISO 6353-2 bzw. ISO 6353-3 entsprechen. Spezifische Anforderungen an die Reagenzien werden im entsprechenden Abschnitt angegeben.

7.2.2.1 Ammoniakwasser (NH_3), (ISO 6353-2, R 3), 25 % (Massenanteil).

7.2.2.2 Wasserstoffperoxid (H_2O_2), (ISO 6353-2, R 14), 30 % (Massenanteil).

7.2.2.3 Salzsäure (HCl), (ISO 6353-2, R 13), 35 % (Massenanteil).

7.2.2.4 Schwefelsäure (H_2SO_4), (ISO 6353-2, R 37), 95 % (Massenanteil).

7.2.2.5 Wasserstoffperoxid (1+10).

7.2.2.6 Salzsäure (1+10).

7.2.2.7 Schwefelsäure (1+1).

7.2.2.8 Wasser, Qualität 1 oder besser, wie in ISO 3696 festgelegt.

7.2.3 Geräte

Übliche Laborgeräte zusammen mit den folgenden:

7.2.3.1 PTFE-Becherglas, mit einem geeigneten Volumen (250 ml).

7.2.3.2 Bürette, mit einer Skalenteilung von 0,1 ml und einem maximalen Volumen von 50 ml.

7.2.3.3 PTFE-Pipette, geeignet für das Überführen jeder Probe oder Standardlösung.

7.2.3.4 Exsikkator, der getrocknetes Kieselgel als Trocknungsmittel enthält.

7.2.3.5 Waage, mit einer Fehlergrenze von $\pm 0,1$ mg.

7.2.3.6 Elektroofen, für den Betrieb bei $(1\,000 \pm 50)$ °C.

7.2.3.7 Platintiegel (30 ml).

7.2.3.8 Deckel für das PTFE-Becherglas.

7.2.3.9 Messkolben (100 ml, 500 ml).

7.2.3.10 Heizplatte, mit Magnetrührer.

7.2.4 Durchführung

7.2.4.1 0,30 g des Probenmaterials werden abgewogen und in ein 250-ml-PTFE-Becherglas (7.2.3.1) überführt. Der Magnetstab, der die Probe enthält, wird in das Becherglas gegeben und vorsichtig 20 ml Wasser, 10 ml Wasserstoffperoxid (7.2.2.2) und 20 ml Salzsäure (7.2.2.3) hinzugegeben. Das Becherglas wird mit einem Deckel für das PTFE-Becherglas (7.2.3.8) abgedeckt und der Inhalt auf $(85 \pm 5)^\circ\text{C}$ erhitzt, bis die Probe sich vollständig aufgelöst hat. Nach dem Abkühlen wird die Lösung in einen 100-ml-Messkolben überführt, mit Wasser bis zur Marke verdünnt und gut gemischt.

Die hochreine feine Bariumtitanat-Pulverprobe zersetzt sich vollständig in Salzsäure und Wasserstoffperoxid. Das Vorhandensein von Verunreinigungen oder groben Körnern in der Probe kann jedoch den Aufschluss behindern. Falls die Probe durch den Säureaufschluss nicht vollständig aufgelöst wird, wird empfohlen, andere Aufschlussverfahren anzuwenden. Diese umfassen die Verfahren mit Säure-Druck-Aufschluss, Schmelzaufschluss oder Säure-Mikrowellen-Aufschluss.

7.2.4.2 Ein 50 ml Aliquot der Probenlösung (7.2.4.1) werden in ein 250-ml-PTFE-Becherglas (7.2.3.1) überführt und 10 ml Schwefelsäure (1+1) (7.2.2.7) werden hinzugefügt. Nach dem Abdecken des Becherglases mit einem Deckel für das PTFE-Becherglas (7.2.3.8) wird der Inhalt 1 h bei 200°C erhitzt.

7.2.4.3 Die Lösung wird mit aschefreiem Filtrierpapier filtriert und der Niederschlag mehrere Male mit heißem Wasser ausgewaschen. Das Filtrat und die Waschlösungen im Becherglas werden für die Bestimmung des Titangehalts in dem mit einem Uhrglas abgedeckten Becherglas aufbewahrt.

7.2.4.4 Der Niederschlag und das Filtrierpapier werden in einen 30-ml-Platintiegel überführt. Der Tiegel wird in einem Elektroofen bei niedriger Temperatur erhitzt, bis das Filtrierpapier vollständig zu Asche verbrannt ist. Der Tiegel und dessen Inhalt werden 1 h im Elektroofen $(1\,000 \pm 50)^\circ\text{C}$ erhitzt. Nach dem Abkühlen in einem Exsikkator wird das Bariumsulfat gewogen.

7.2.4.5 Dem Filtrat (7.2.4.3) werden 50 ml Ammoniakwasser (7.2.2.1) hinzugefügt. Die Lösung wird mit aschefreiem Filtrierpapier filtriert und der Niederschlag mehrere Male mit heißem Wasser ausgewaschen. Der Niederschlag und das Filtrierpapier werden in einen 30-ml-Platintiegel überführt. Die Probe wird in einem Elektroofen bei niedriger Temperatur erhitzt, bis das Filtrierpapier vollständig verascht ist. Anschließend werden der Tiegel und dessen Inhalt 1 h im Elektroofen $(1\,000 \pm 50)^\circ\text{C}$ erhitzt. Nach dem Abkühlen in einem Exsikkator wird das Titanoxid gewogen.

7.2.5 Blindversuch

Das unter 7.2.4 beschriebene Verfahren wird ohne die Probe durchgeführt. Die fertige Lösung wird als Blindlösung bezeichnet.

7.2.6 Berechnung

Die Gehalte von Barium und Titan werden nach Gleichung (1) berechnet.

$$W = [(W_2 - W_1) / m] \times V / a \times F_1 \text{ oder } F_2 \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

W der Barium- oder Titangehalt, in % (Massenanteil);

W_1 die Masse des leeren Platin-Tiegels, in g;

W_2 die Masse des Platintiegels nach dem Glühen, in g;

m die Masse der Probe, in g;

V das Volumen der Prüflösung, in ml;

- a das Volumen des Aliquots der Lösung, in ml;
- F_1 der Massenanteil von Barium in Bariumsulfat (0,588 4);
- F_2 der Massenanteil von Titan in Titanoxid (0,599 3).

7.3 ICP OES Verfahren mit Säureaufschluss

7.3.1 Kurzbeschreibung

Barium und Titan werden in konzentriertem Wasserstoffperoxid und Salzsäure abgebaut. Das in der Prüflösung vorhandene Barium und Titan wird mithilfe von ICP-OES bei einer ausgewählten Wellenlänge analysiert.

7.3.2 Reagenzien

Die in 7.2.2 beschriebenen Reagenzien werden zusammen mit den folgenden verwendet:

7.3.2.1 Barium-Standardlösung (Ba 10 mg/ml).

Eine auf die SI-Einheit rückführbare handelsübliche Standardlösung ist verfügbar.

7.3.2.2 Barium-Standardlösung (Ba 1 mg/ml).

10 ml Barium-Standardlösung (7.3.2.1) werden in einen 100-ml-Messkolben überführt, mit Wasser bis zur Marke verdünnt und gut gemischt.

7.3.2.3 Titan-Standardlösung (Ti 10 mg/ml).

Eine auf die SI-Einheit rückführbare handelsübliche Standardlösung ist verfügbar.

7.3.2.4 Titan-Standardlösung (Ti 1 mg/ml).

10 ml Titan-Standardlösung (7.3.2.3) werden in einen 100-ml-Messkolben überführt, mit Wasser bis zur Marke verdünnt und gut gemischt.

7.3.3 Geräte

Die in 7.2.3 beschriebenen Geräte werden zusammen mit den folgenden verwendet:

7.3.3.1 ICP-OES.

7.3.4 Durchführung

7.3.4.1 Die in 7.2.4.1 beschriebenen Verfahren werden durchgeführt.

7.3.4.2 Nach dem Abkühlen werden 10 ml Aliquot der Lösung in einen 500-ml-Messkolben überführt, mit Wasser bis zur Marke verdünnt und gut gemischt. Diese Lösung wird als Probenlösung verwendet.

7.3.4.3 Ein Teil der Probenlösung wird in die Argon-Plasmaflamme des ICP-OES gesprüht, danach wird die Emissionsintensität für Barium bei 455,40 nm, 493,40 nm und 233,52 nm und die für Titan bei 334,94 nm, 336,12 nm und 337,27 nm gemessen.

7.3.5 Blindversuch

Um den Blindwert zu erhalten, wird der in 7.3.4 beschriebene Vorgang ohne Verwendung einer Probe durchgeführt.

7.3.6 Erstellen der Kalibrierfunktion

0 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml und 5 ml Aliquote der Barium- und Titan-Standardlösungen (7.3.2.2 bzw. 7.3.2.4) werden in einzelne 100-ml-Messkolben umgefüllt. In jeden Kolben werden 5 ml Salzsäure (1+10) und 5 ml Wasserstoffperoxid (1+10) hinzugefügt. Mit Wasser wird bis zur Marke verdünnt und gut vermischt.

7.3.7 Berechnung

Die Barium- und Titankonzentration in der Prüflösung und in der Blindprobe werden mithilfe der Kalibrierfunktion bestimmt. Die Barium- und Titangehalte W , angegeben als prozentualer Massenanteil, werden nach Gleichung (2) berechnet.

$$W = [(m_s - m_b) / m] \times 500/10 \times 100 \quad (2)$$

Dabei ist

W der Barium- und Titangehalt, in % (Massenanteil);

m_s die Masse von Barium und Titan in der Prüflösung, in g;

m_b die Masse von Barium und Titan in der Blindwertlösung, in g;

m die Masse der Prüfmenge, in g.

8 Bestimmung der Gehalte an Spurenelementen

8.1 Kurzbeschreibung

Zur Herstellung der Probenlösung wird die Probe in Salzsäure und Wasserstoffperoxid zersetzt. Aluminium, Cadmium, Calcium, Chrom, Cobalt, Dysprosium, Eisen, Blei, Magnesium, Mangan, Nickel, Niob, Kalium, Silicium, Strontium, Vanadium und Zirkonium werden mittels ICP-OES bei der ausgewählten Wellenlänge bestimmt.

8.2 Reagenzien

Die in 7.2.2 beschriebenen Reagenzien werden zusammen mit den folgenden verwendet:

8.2.1 Elementstandardlösungen

Eine auf die SI-Einheit rückführbare handelsübliche Standardlösung ist für jedes der folgenden Elemente verfügbar:

- Aluminium-Standardlösung (Al, 1 mg/ml);
- Cadmium-Standardlösung (Cd, 1 mg/ml);
- Calcium-Standardlösung (Ca, 1 mg/ml);
- Cobalt-Standardlösung (Co, 1 mg/ml);
- Dysprosium-Standardlösung (Dy, 1 mg/ml);
- Eisen-Standardlösung (Fe, 1 mg /ml);
- Blei-Standardlösung (Pb, 1 mg/ml);
- Magnesium-Standardlösung (Mg, 1 mg/ml);

- Mangan-Standardlösung (Mn, 1 mg /ml);
- Nickel-Standardlösung (Ni, 1 mg/ml);
- Kalium-Standardlösung (K, 1 mg/ml);
- Silicium-Standardlösung (Si, 1 mg/ml);
- Natrium-Standardlösung (Na, 1 mg/ml);
- Strontium-Standardlösung (Sr, 1 mg/ml);
- Vanadium-Standardlösung (V, 1 mg/ml);
- Zirkonium-Standardlösung (Zr, 1 mg/ml).

8.2.2 Angesetzte Standardlösung (jedes Element 50 mg/l), je 5 ml der Elementstandardlösungen (8.2.1) werden in einen 100-ml-Messkolben gegeben. Mit Wasser wird bis zur Marke verdünnt und gut gemischt. Es muss darauf geachtet werden, dass während des Mischens keine Ausfällungen auftreten. Vor jeder Anwendung wird eine frische Lösung hergestellt.

8.3 Geräte

Das in 7.2.3 beschriebene Gerät wird verwendet.

8.4 Durchführung

8.4.1 Die in 7.2.4.1 beschriebenen Verfahren werden durchgeführt. Die so erhaltene Lösung wird als Probenlösung bezeichnet.

8.4.2 Ein Aliquot der Probenlösung wird in die Argonplasmaflamme eines ICP-OES gesprüht und die Emissionsintensität bei der entsprechenden Wellenlänge (Tabelle 2) gemessen. Es kann zu Interferenzen kommen. Die optimale Wellenlänge, die frei von Störungen ist, wird sorgfältig ausgewählt.

Tabelle 2 — Beispiele für eine analytische Wellenlänge für jedes Element

Element	Wellenlänge 1 nm	Wellenlänge 2 nm
Al	396,15	308,21
Cd	228,80	214,44
Ca	317,93	315,88
Co	228,61	238,89
Dy	353,17	394,46
Fe	238,20	239,56
Pb	220,35	217,00
Mg	285,21	279,07
Mn	257,61	259,37
Ni	231,60	221,64
Nb	309,41	313,07
K	766,49	—
Si	251,61	212,41

Tabelle 2 (fortgesetzt)

Element	Wellenlänge 1 nm	Wellenlänge 2 nm
Na	589,59	—
Sr	407,77	421,55
V	290,88	292,46
Zr	343,82	339,19

Unter Berücksichtigung der spektralen Störungen und der Empfindlichkeiten werden die Spektrallinien höherer Ordnung ausgewählt, falls vorhanden.

8.5 Blindversuch

Um den Blindwert zu erhalten, wird der in 8.4 beschriebene Vorgang durchgeführt, ohne eine Probe zu entnehmen.

8.6 Erstellen der Kalibrierfunktion

16 ml Bariumlösung (7.3.2.1) und (8) ml Titanlösung (7.3.2.3) werden getrennt in fünf 100-ml-Messkolben zugegeben. 0 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml und 5 ml der angesetzten Standardlösung (8.2.2) werden schrittweise und präzise hinzugefügt. 20 ml Salzsäure (7.2.2.3) und (10) ml Wasserstoffperoxid (7.2.2.2) werden zugesetzt, mit Wasser bis zur Marke verdünnt und gut gemischt. Ein Teil jeder Lösung wird in die Argonplasmaflamme des ICP-OES gesprüht und die Emissionsintensität bei der entsprechenden Wellenlänge gemessen.

8.7 Berechnung

Die Konzentration jedes Elements in der Prüflösung und in der Blindprobe wird mithilfe der Kalibrierfunktion bestimmt. Der Elementgehalt W_i wird mithilfe von Gleichung (3) berechnet und als prozentualer Massenanteil angegeben.

$$W_i = [(m_i - m_b) / m] \times 100 \quad (3)$$

Dabei ist

W_i der Gehalt jedes Elements, in % (Massenanteil);

m_i die Masse jedes Elements in der Prüflösung, in g;

m_b die Masse jedes Elements in der Blindwertlösung, in g;

m die Masse der Prüfmenge, in g.

ANMERKUNG Die aus dem Ringversuch erhaltenen Analysenergebnisse sind in Anhang A aufgeführt.

9 Bestimmung des Gesamtgehalts von Stickstoff

9.1 Kurzbeschreibung

Eine Probe wird mit einem Flussmittel in einem Graphit-Tiegel unter einem Inertgasstrom geschmolzen, um Stickstoff und andere Gase zu extrahieren. Der Gehalt an elementarem Stickstoff wird mithilfe eines Wärmeleitfähigkeitsdetektors bestimmt, nachdem Begleitstoffe wie Kohlenmonoxid, Kohlenstoffdioxid, andere Gase und Feuchtigkeit entfernt wurden.

9.2 Reagenzien

Die Reagenzien können bei verschiedenen Messgeräten sehr unterschiedlich sein. In allen Fällen müssen jedoch die vom Messgerätehersteller festgelegten Reagenzien verwendet werden.

Die folgenden Reagenzien müssen verwendet werden:

9.2.1 Helium, mit mehr als 99,99 % Reinheit (Volumenanteil).

9.2.2 Flussmittel, in Kugel- oder Korbform aus Zinn oder Nickel. Es wird eine Kombination aus Metallen verwendet, die sich von derjenigen der Kapsel unterscheidet.

9.2.3 Zertifizierte Referenzmaterialien (en: certified reference materials, CRM) aus Bornitrid, müssen 2 h auf 1 000 °C erhitzt und vor der Verwendung in einem Exsikkator abgekühlt werden.

ANMERKUNG Siliziumnitrid-CRM können ebenfalls verwendet werden.

9.3 Geräte

9.3.1 Kapsel aus Nickel oder Zinn, die für jedes Gerät vorgegeben ist.

9.3.2 Graphit-Tiegel, geeignet für den Einsatz in einem Impulsofen (Bild 1).

Maße in mm

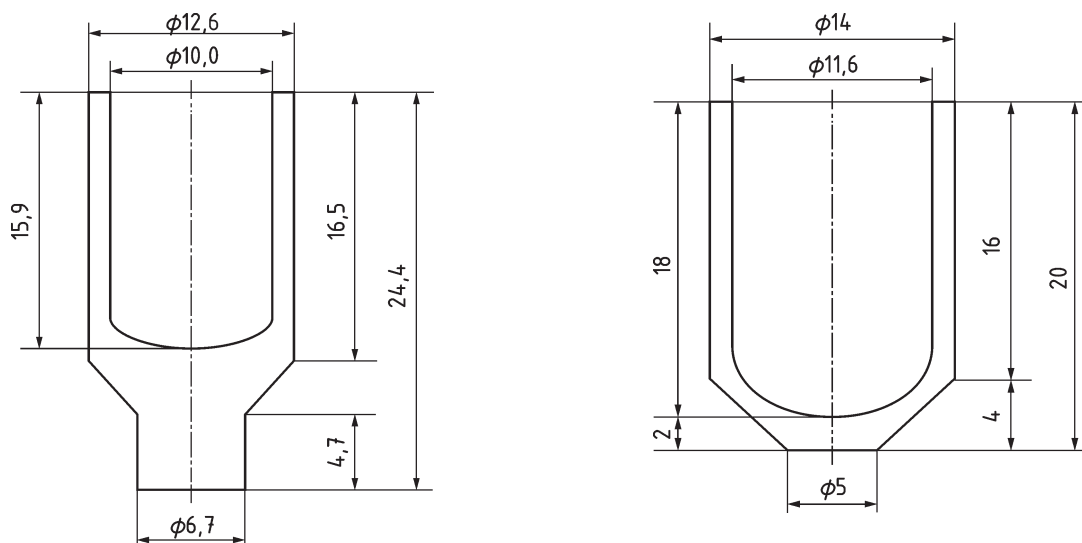


Bild 1 — Beispiele für einen Graphit-Tiegel

9.4 Messgerät

Für die Bestimmung des Stickstoffgehalts darf ein handelsüblicher Analysator für Stickstoff verwendet werden. Er besteht üblicherweise aus einem Inertgasrefiner, einem Ofen, einem Extraktionsgasrefiner, einem Gasextraktor und einem Stickstoffdetektor. Bild 2 enthält ein Blockdiagramm eines derartigen Messgeräts.