

DIN EN ISO 21814



ICS 81.060.30

Entwurf

Einsprüche bis 2022-09-15
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 725-4:2006-07

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

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

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

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-07-15 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 88 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 prEN 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).

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
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.

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*

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)*

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

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 21814:2022-08

– Leerseite –

**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)

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	12
7.3.1 Kurzbeschreibung	12
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 Säuredruckaufschluss 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 Trägergas-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 abgedichtetes Aufschlussgefäß	14
Bild 2	— Beispiel für ein Dampfdestillationsgerät	17
Bild 3	— Beispiele für Graphittiegel	20
Bild 4	— Blockschaltbild der thermischen Konduktometrie nach Trägergas-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 ^a	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 prEN ISO 21814:2022 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 725-4:2006 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

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

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.

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 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 Trägergas-Schmelzextraktion (IGF, en: inert gas fusion) 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 Trägergas-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 <http://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 Wägeglas (60 × 30) mm gegeben und gleichmäßig auf dem Boden des Glases verteilt. Das Glas wird 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 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, wird der Mittelwert angegeben. 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
<div>^a CyDTA-Zink-Rücktitration nach Säureaufschluss. ^b ICP-OES nach Säureaufschluss. ^c Acidimetrische Titration nach Säuredruckaufschluss (oder direktem Aufschluss) und Destillationstrennung. ^d Thermische Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion. ^e Anwendbar bei einem Gehalt von weniger als 0,01 % (Massenanteil). ^f Anwendbar bei einem Gehalt von mindestens 0,01 % (Massenanteil).</div>					

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, wie in ISO 3696 festgelegt.

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) mit einer Salzsäurelösung (1+3) waschen. Die oxidierte Schicht mit Wasser, Ethanol (99,5 %) und Diethylether waschen. Das Aluminium in einem Exsikkator trocknen (Trockenmittel: Magnesiumperchlorat). 5 g Aluminium in ein PTFE-Becherglas einwiegen und mit einem PTFE-Uhrglas abdecken. 50 ml Salzsäurelösung (1+1) zugeben und auf einem Dampfbad bis zur Auflösung erwärmen. 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 verdünnen und gut mischen.

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.

7.2.4 Durchführung

7.2.4.1 Aufschluss der Probe

0,30 g der Probe abwägen und in ein 250-ml-Becherglas geben. Es werden 15 ml Wasser, 20 ml Schwefelsäure und 10 ml Wasserstoffperoxid hinzugegeben. Das Becherglas wird mit einem Uhrglas abgedeckt und bei 280 °C erwärmt, bis die Probe vollständig gelöst ist. Nach dem Abkühlen wird die Lösung in einen 500-ml-Messkolben überführt, mit Wasser bis zur Marke verdünnt und gut gemischt.

ANMERKUNG Löst sich die Probe nicht vollständig auf, wird etwas mehr Wasserstoffperoxid zugegeben und weiter erwärmt, um die Probe aufzulösen. Alternativ darf auch das Säuredruckaufschluss-Verfahren (7.3) angewendet werden.

7.2.4.2 Messung

Ein Aliquot von 10 ml der Stammlösung wird in einen 100-ml-Messkolben überführt, mit Wasser bis zur Marke verdünnt und gut gemischt. Ein Teil der Prüflösung wird in die Flamme des ICP-OES gesprüht und die Emissionsintensität für Aluminium bei mindestens einer der folgenden Wellenlängen gemessen: 396,15 nm, 309,28 nm und 394,40 nm.

7.2.5 Blindprobe

Der in 7.2.4 beschriebene Vorgang wird ohne Probenentnahme durchgeführt, um den Blindwert zu erhalten.

7.2.6 Erstellung der Kalibrierkurve

Von der Aluminium-Standardlösung (7.2.2.5) werden Aliquote von 0 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml und 5 ml getrennt in sechs 100-ml-Messkolben gegeben. In jeden Kolben werden 10 ml Schwefelsäure (1+10) zugegeben, mit Wasser bis zur Marke verdünnt und gut gemischt.

Ein Teil jeder Lösung wird in die Flamme des ICP-OES gesprüht und die Emissionsintensität für Aluminium bei mindestens einer der folgenden Wellenlängen gemessen: 396,15 nm, 309,28 nm und 394,40 nm. Es kann zu Interferenzen kommen. Sorgfältig die optimale Wellenlänge auswählen, die frei von Überlagerungen ist.

7.2.7 Berechnung

Mithilfe der Kalibrierkurve werden die Aluminiumkonzentrationen in der Prüflösung und in der Blindlösung bestimmt. Der Aluminiumgehalt Al, angegeben als prozentualer Massenanteil, wird nach Gleichung (1) berechnet.

$$Al = [(A - A_0/m)] \times 500/10 \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

Al der Aluminiumgehalt, in % (Massenanteil);

A die Masse des Aluminiums in der Prüflösung, in g;

A₀ die Masse des Aluminiums in der Blindlösung, in g;

m die Masse der Probe, in g.

7.3 CyDTA-Zink-Rücktitration nach Säuredruckaufschluss

7.3.1 Kurzbeschreibung

Eine Probe wird in einem Aufschlussgefäß mit Schwefelsäure unter Druck aufgeschlossen, wobei ein Überschuss an CyDTA-Lösung zugegeben wird. Nach Einstellung des pH-Wertes mit Hexamethylentetramin wird die Lösung mit einer Zink-Standardlösung unter Verwendung von Xylenol-Orange als Indikator titriert.

7.3.2 Reagenzien

Es müssen Reagenzien von analytischer Reinheit verwendet werden. Die Reagenzlösungen müssen in Kunststoffflaschen aufbewahrt werden. Die in 7.2.2 beschriebenen Reagenzien werden zusammen mit den folgenden verwendet:

7.3.2.1 Hexamethylenetetramin-Lösung (200 g/l).

7.3.2.2 CyDTA-Lösung (0,02 mol/l).

7,3 g Cyclohexandiamintetraessigsäure (Hydrat) werden mit 16 ml Natriumhydroxidlösung (100 g/l) und 300 ml Wasser versetzt und bis zur Auflösung erwärmt. Nach dem Abkühlen wird die Lösung in einen 1 000-ml-Messkolben überführt, mit Wasser bis zur Marke verdünnt und gut gemischt.

7.3.2.3 Zink-Standardlösung (0,02 mol/l).

7.3.2.4 Xylenol-Orange-Lösung (1 g/l).

7.3.2.5 Schwefelsäure (1+2).

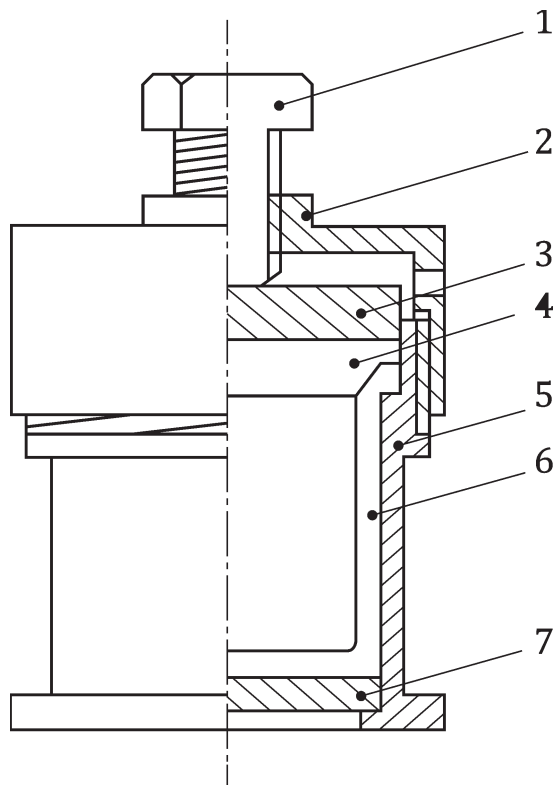
7.3.3 Prüfeinrichtung und Geräte

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

7.3.3.1 Platintiegel (20 ml).

7.3.3.2 Druck-Aufschlussgefäß, im Allgemeinen kann ein handelsübliches Druck-Aufschlussgefäß verwendet werden.

In Bild 1 ist ein Beispiel dargestellt. Um Kreuzkontaminationen zu vermeiden, dürfen die Gefäße nur für diese Analyse verwendet werden.



Legende

- 1 Mittelschraube
- 2 Schraubenkappe
- 3 Deckplatte
- 4 PTFE-Kappe
- 5 Zylinder
- 6 PTFE-Flasche
- 7 Bodenplatte

Bild 1 — Beispiel für ein abgedichtetes Aufschlussgefäß

7.3.3.3 Luftbad, geeignet zum Erwärmen auf $(200 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

7.3.4 Durchführung

7.3.4.1 Aufschluss der Probe

0,75 g der Probe werden in einen Platintiegel eingewogen und mit 15 ml Schwefelsäure (1+2) versetzt. Der Tiegel wird in ein Druck-Aufschlussgefäß gestellt und nach den Anweisungen des Herstellers verschlossen. Ist während des Wägens eine antistatische Vorrichtung vorhanden, kann die Probe direkt in das Gefäß eingewogen werden. Das Gefäß wird in ein Luftbad gestellt und für 16 h bei $(200 \pm 5) ^\circ\text{C}$ erwärmt. Falls verfügbar, kann der Säureaufschluss auch unter Mikrowellenbestrahlung durchgeführt werden.

Nach dem Abkühlen wird das Gefäß geöffnet. Der Platintiegel wird mit einer Kunststoffpinzette herausgenommen und die Lösung wird in ein 100-ml-Becherglas aus Kunststoff überführt. Der Platintiegel, die PTFE-Flasche und die Kunststoffpinzette werden mit 5 ml Salzsäure (1+1) und warmem Wasser gewaschen. Anschließend wird in das 100-ml-Becherglas aus Kunststoff Wasser zugegeben, um die Lösung auf Raumtemperatur abzukühlen. Die Lösung wird in einen 100-ml-Messkolben überführt, mit Wasser bis zur Marke verdünnt und gut gemischt.

7.3.4.2 CyDTA-Zink-Rücktitration

20 ml der nach 7.3.4.1 vorbereiteten Probenlösung genau abmessen und in einen 250-ml-Messkolben aus Glas geben. Mit Wasser bis zur Marke verdünnen und gut mischen. Von dieser Lösung werden 50 ml in ein 300-ml-Glasgefäß gegossen und mit 50 ml 0,02 mol/l CyDTA-Lösung versetzt. Anschließend wird die Hexamethylenetetraminlösung (200 g/l) zugegeben, um einen pH-Wert von 5,5 bis 5,8 (gemessen mit einem pH-Messgerät) zu erreichen. Drei bis vier Tropfen Xylenol-Orange-Lösung als Indikator zugeben und mit der 0,02 mol/l Zink-Standardlösung bis zum Endpunkt titrieren. Als Endpunkt gilt der Punkt, an dem die Lösung von gelb nach rot umschlägt. Das Volumen des Titrant an diesem Punkt aufzeichnen.

7.3.5 Blindprobe

Der in 7.3.4 beschriebene Vorgang wird durchgeführt, ohne eine Probe zu entnehmen, um den Blindwert zu erhalten.

7.3.6 Berechnung

Der Aluminiumgehalt in der Probe wird nach Gleichung (2) berechnet.

$$Al = [(V_1 - V_0) \times 0,000\,5396 \times F] / (m \times 20/100 \times 50/250) \times 100 \quad (2)$$

Dabei ist

Al der Aluminiumgehalt in der Probe, in % (Massenanteil);

V_1 der Integralwert der Probe;

V_0 der Integralwert der Blindprobe;

F der Faktor der 0,02 mol/l Zink-Standardlösung;

m die Masse der Probe, in g.

8 Bestimmung des Gesamtstickstoffgehalts

8.1 Einteilung der Bestimmungsverfahren

Verfahren A, acidimetrische Titration nach Säuredruckaufschluss und Destillationstrennung.

Verfahren B, acidimetrische Titration nach direktem Aufschluss und Destillationstrennung.

Verfahren C, thermische Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion.

Sind vierstellige Analyseergebnisse erforderlich, muss Verfahren A oder Verfahren B angewendet werden. Sind zweistellige Ergebnisse erforderlich, kann Verfahren C angewendet werden.

8.2 Acidimetrische Titration nach Säuredruckaufschluss und Destillationstrennung

8.2.1 Kurzbeschreibung

Die Probe wird in einem Druck-Aufschlussgefäß mit Schwefelsäure aufgeschlossen, um den Gesamtstickstoff in Ammoniak umzuwandeln. Die Lösung wird in einen Destillierkolben überführt und Natriumhydroxid wird zugegeben. Anschließend wird eine Dampfdestillation durchgeführt. Das destillierte Ammoniak wird mit einer bekannten Menge Amidoschwefelsäure gemischt, und die überschüssige Säure wird mit einer genormten Natriumhydroxidlösung rücktitriert.

8.2.2 Reagenzien

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

8.2.2.1 Wasser, Grad 1 oder besser, wie in ISO 3696 festgelegt

8.2.2.2 Natriumhydroxidlösung (500 g/l), hergestellt durch Auflösen von Natriumhydroxid in Wasser.

8.2.2.3 Ammoniumsulfat, mit einer Reinheit von mehr als 99,5 % (Massenanteil).

Ammoniumsulfat (mehr als 99,5 % Reinheit, Massenanteil) muss für 3 h bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ getrocknet und anschließend in einem Exsikkator (Trockenmittel: Magnesiumperchlorat) auf Raumtemperatur abgekühlt werden.

8.2.2.4 Amidoschwefelsäure, mit einem Reinheitsgrad von mehr als 99,0 % (Massenanteil).

8.2.2.5 0,1 mol/l Amidoschwefelsäurelösung, muss hergestellt werden, indem 10,0 g Amidoschwefelsäure eingewogen, in Wasser gelöst und auf ein Volumen von 1 000 ml aufgefüllt werden. Der Faktor dieser Lösung wird nach Gleichung (3) berechnet.

$$F = m \times P / (9,7095 \times 100) \quad (3)$$

Dabei ist

F der Faktor der 0,1 mol/l Amidoschwefelsäurelösung;

m die Masse der Amidofurinsäure, in g;

P die Reinheit der Amidoschwefelsäure, in % (Massenanteil).

8.2.2.6 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung, muss durch Auflösen von Natriumhydroxid in Wasser nach ISO 21068-3:2008, 5.2.2.8 hergestellt werden. Genau 50 ml der 0,1 mol/l Amidoschwefelsäurelösung werden in ein 200-ml-Becherglas gegeben und mit 50 ml Wasser versetzt. Diese Lösung wird mit 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung titriert. Der pH-Wert wird mit einem pH-Messgerät gemessen und das Volumen des Titrant am Endpunkt wird aufgezeichnet. Als Endpunkt gilt ein pH-Wert von 5,5. Der Faktor dieser Lösung wird nach Gleichung (4) berechnet.

$$F_1 = F \times 50,00 / V \quad (4)$$

Dabei ist

F_1 der Faktor der 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung;

F der Faktor der 0,1 mol/l Amidoschwefelsäurelösung;

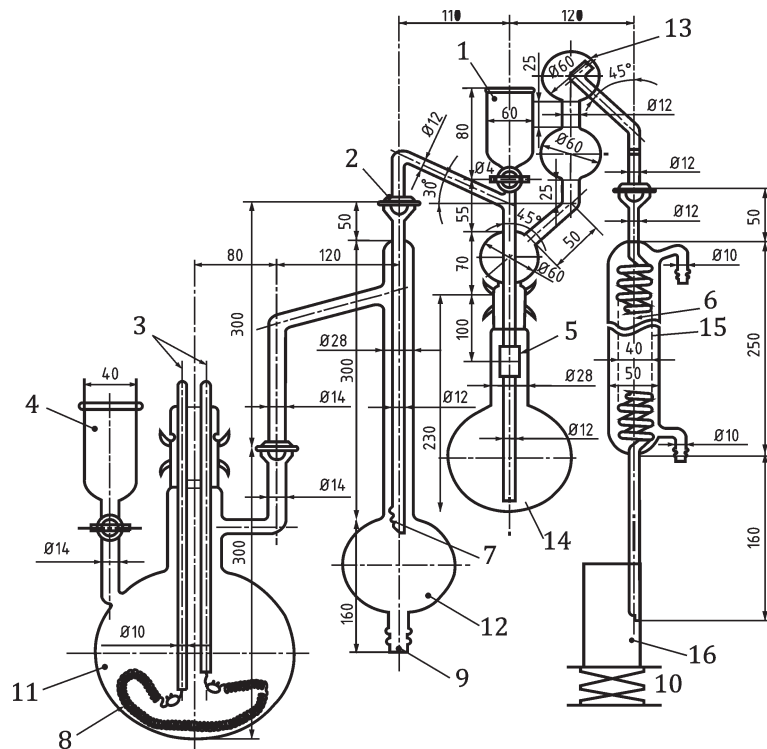
V das Titrationsvolumen der 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung, in ml.

8.2.3 Prüfeinrichtung

Für die chemischen Analysen werden die üblichen Laborgeräte sowie die folgenden verwendet:

8.2.3.1 Dampfdestillationsgerät, bestehend aus den nachfolgend aufgeführten Komponenten. In Bild 2 ist ein Beispiel für ein solches Gerät dargestellt. Die Teile müssen aus Hartglas bestehen, durch Schliffe verbunden und mit Federn oder Klammern befestigt sein.

Maße in mm



Legende

- 1 Trichter
- 2 Kugelgelenk
- 3 Dumet-Draht
- 4 Trichter mit Absperrhahn
- 5 Gummischlauch
- 6 13 bis 15 Spulen
- 7 kleine Löcher
- 8 elektrische Heizung
- 9 Anschluss des Gummischlauches mit Quetschhahn
- 10 Hebevorrichtung
- 11 Kolben (2,5 l) zur Erzeugung von Dampf
- 12 Abscheider (500 ml)
- 13 Kugel und Rohr
- 14 Destillierkolben (750 ml)
- 15 Graham-Kondensator
- 16 Auffanggefäß

Bild 2 — Beispiel für ein Dampfdestillationsgerät

8.2.3.2 Dampferzeugungskolben (2,5 l), ausgerüstet mit Trichter und Absperrhahn, Heizeinrichtung (1 kW-Nichromdraht) und Dampfaustrittsrohr.

8.2.3.3 Abscheider, der Boden eines Kolbens muss mit einem Gummischlauch mit Quetschhahn zum Ablassen verbunden werden. Die Spitze des Dampfaustrittsrohrs muss mit mehreren kleinen Löchern versehen sein.

8.2.3.4 Glaskolben, z. B. mit Dampfeinleitungsrohr, Trichter und Absperrhahn sowie spritzwassergeschütztem Abscheider. Das Dampfeinleitungsrohr muss in der Mitte durchgeschnitten sein, damit die Spitze durch Anschluss an einen Gummischlauch ausgetauscht werden kann.

8.2.3.5 Destillierkolben (750 ml).

8.2.3.6 Spiralkondensator.

8.2.3.7 Auffanggefäß, es muss ein hohes 300-ml-Becherglas verwendet werden.

8.2.3.8 pH-Messgerät, ablesbar bis zum kleinsten Wert von 0,1 und mit einer Glaselektrode ausgestattet.

8.2.4 Durchführung

8.2.4.1 Vorbereitung für die Dampfdestillation

20 ml der nach 7.3.4.1 erhaltenen Probelösung werden genau abgemessen und in einen Destillierkolben gegeben. Das Dampfdestillationsgerät zusammenbauen und genau 50 ml 0,1 mol/l Amidoschwefelsäurelösung in das Auffanggefäß geben. Den Spiralkondensator so befestigen, dass seine Spitze in die Lösung eintaucht. 50 ml Natronlauge (500 g/l) werden durch den Trichter des Destillierkolbens gegossen. Der Trichter wird mit Wasser ausgespült, das Lösungsvolumen wird auf etwa 150 ml aufgefüllt und anschließend wird der Trichterhahn geschlossen.

8.2.4.2 Dampfdestillation

Die Dampfdestillation wird durchgeführt, indem der Dampferzeugungskolben erwärmt wird, um Dampf zu erzeugen. Befinden sich im Auffanggefäß etwa 170 ml Destillat, wird der Sammelbehälter abgesenkt, damit die Spitze des Spiralkondensators aus der Flüssigkeit auftaucht. Die Destillation fortsetzen, bis etwa 200 ml Destillat gesammelt wurden. Die Spitze wird außen mit einer geringen Menge Wasser gewaschen. Das Wasser muss in das Auffanggefäß gegossen werden.

8.2.4.3 Titration

Das Destillat wird mit 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung titriert. Der pH-Wert wird mit einem pH-Messgerät gemessen und das Volumen des Titrant am Endpunkt wird aufgezeichnet. Als Endpunkt gilt ein pH-Wert von 5,5.

8.2.5 Messung der Ausbeute

1,210 g Ammoniumsulfat werden in einen 20-ml-Platintiegel eingewogen. Zuerst 8.2.4 und anschließend 7.3.4.1 durchführen. Die Ausbeute wird nach Gleichung (5) berechnet. Die Ausbeute darf nicht weniger als 99 % betragen.

$$R = [(50,00 \times F) - (V \times F_1)] \times 0,0014007 / (m \times 0,2120) \times 100 \quad (5)$$

Dabei ist

R die Ausbeute, in %;

F der Faktor der 0,1 mol/l Amidoschwefelsäurelösung;

V das Titrationsvolumen der 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung, in ml;

F_1 der Faktor der 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung;

m die in einen Destillierkolben gegebene Menge Ammoniumsulfat, in g.

8.2.6 Berechnung

Der Gesamtstickstoffgehalt der Probe wird nach Gleichung (6) berechnet.

$$T.N = \{[(50,00 \times F) - (V \times F_1)] \times (0,0014007 \times 100/R)\} / m \times 100 \quad (6)$$

Dabei ist

$T.N$ der Gesamtstickstoffgehalt in der Probe, in % (Massenanteil);

F der Faktor der 0,1 mol/l Amidoschwefelsäurelösung;

V das Titrationsvolumen der 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung, in ml;

F_1 der Faktor der 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung;

R die Ausbeute, in %;

m die Menge der in einen Destillierkolben gegebenen Probe, in g.

8.3 Acidimetrische Titration nach Säuredruckaufschluss und Destillationstrennung

8.3.1 Kurzbeschreibung

Die Probe wird mit Natriumhydroxidlösung versetzt, thermisch aufgeschlossen und dampfdestilliert. Das destillierte Ammoniak wird dann mit Amidoschwefelsäurelösung gemischt. Zum Schluss wird die überschüssige Säurelösung mit einer Natriumhydroxidlösung titriert.

8.3.2 Reagenzien

Es werden die in 8.2.2 beschriebenen Reagenzien verwendet. Es müssen Reagenzien von analytischer Reinheit verwendet werden. Die Reagenzlösungen müssen in Kunststoffflaschen aufbewahrt werden.

8.3.3 Prüfeinrichtung

Es wird die in 8.2.3 beschriebene Prüfeinrichtung verwendet. Für die chemischen Analysen werden übliche Laborgeräte verwendet.

8.3.4 Durchführung

0,15 g Probe werden in einen Destillierkolben gegeben und das in 8.2.4 beschriebene Verfahren wird angewendet.

8.3.5 Messung der Ausbeute

0,240 g Ammoniumsulfat werden in einen trockenen Destillierkolben gegeben und das in 8.2.4 beschriebene Verfahren wird befolgt. Die Ausbeute wird nach Gleichung (5) berechnet. Die Ausbeute darf nicht weniger als 99 % betragen.

8.3.6 Berechnung

Der Gesamtstickstoffgehalt in der Probe wird nach Gleichung (6) berechnet.

8.4 Thermische Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion

8.4.1 Kurzbeschreibung

Eine Probe wird mit einem Flussmittel in einem Graphittiegel unter Inertgasstrom geschmolzen, um Stickstoff und andere Gase aus der Probe zu extrahieren. Der Gehalt an elementarem Stickstoff wird mit einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor bestimmt, nachdem Begleitgase wie Kohlenstoffmonoxid, Kohlenstoffdioxid, andere Gase und Feuchte entfernt wurden.

8.4.2 Reagenzien

Die Reagenzien können bei verschiedenen Geräten sehr variieren; in jedem Fall müssen jedoch die vom Gerätehersteller angegebenen Reagenzien verwendet werden. Folgende Reagenzien müssen verwendet werden:

8.4.2.1 Helium, mit einem Reinheitsgrad von mehr als 99,99 % (Volumenanteil).

8.4.2.2 Flussmittel, in Form von Kugeln oder Körbchen aus Zinn oder Nickel. Es muss eine andere Metallkombination als die der Kapsel verwendet werden.

8.4.2.3 Bornitrid – zertifizierte Referenzmaterialien (ZRM) müssen vor der Verwendung für 2 h auf 1 000 °C erwärmt und anschließend in einem Exsikkator (Trockenmittel: Magnesiumperchlorat) abgekühlt werden.

ANMERKUNG Silicium-ZRM können ebenfalls verwendet werden.

8.4.3 Prüfeinrichtung

8.4.3.1 Kapsel aus Nickel oder Zinn, die für jede Prüfeinrichtung gekennzeichnet ist.

8.4.3.2 Graphittiegel, geeignet für die Verwendung in einem Impulssofen. In Bild 3 sind Beispiele dargestellt.

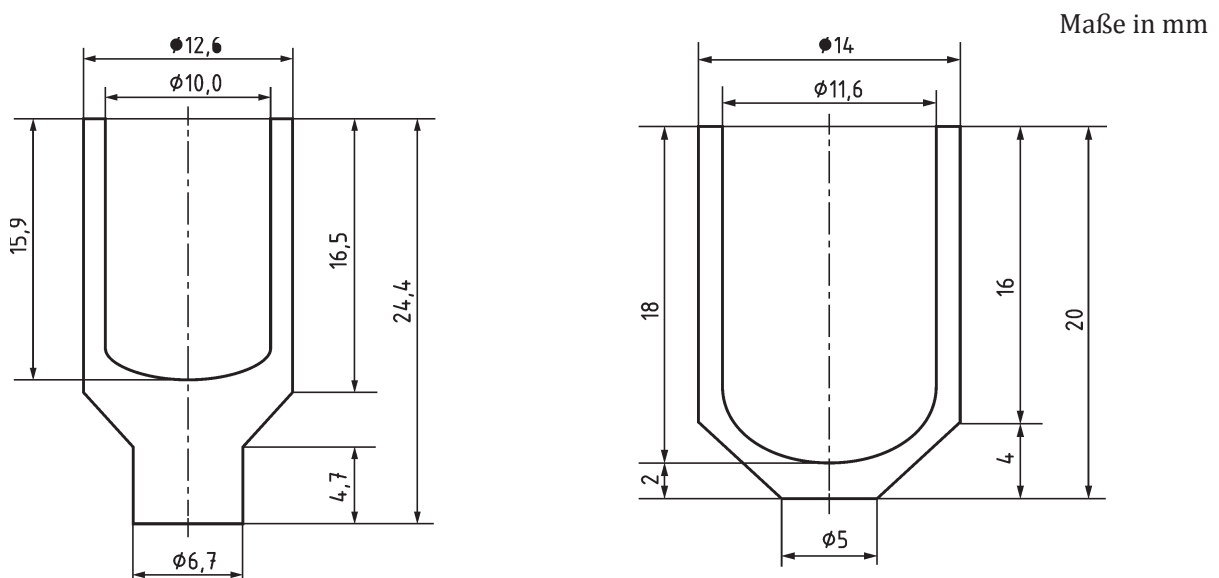
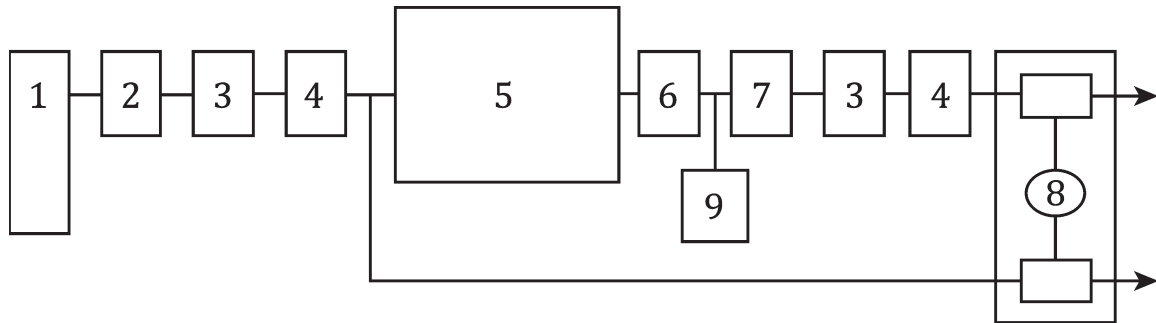


Bild 3 — Beispiele für Graphittiegel

8.4.4 Gerät

Für die Bestimmung von Stickstoff darf ein handelsüblicher Stickstoffanalysator verwendet werden. Der Analysator besteht in der Regel aus einem Inertgas-Refiner, einem Gasextraktor, einem Refiner für das extrahierte Gas und einem Stickstoffdetektor. In Bild 4 ist ein Blockschaltbild eines solchen Geräts dargestellt.



Legende

- 1 Heliumzufuhr
- 2 Sauerstoffabscheider mit elektrischer Heizung
- 3 Kohlenstoffdioxidabscheider
- 4 Dehydratisierungsrrohr
- 5 Impulsofen
- 6 Staubabscheider
- 7 Oxidationsrohr mit elektrischer Heizung
- 8 Wärmeleitfähigkeitsdetektor
- 9 IR-Spektrometer zur Sauerstoffbestimmung (optional)

ANMERKUNG Jedes Gerät hat seine eigenen, einzigartigen Konstruktionsmerkmale und Betriebsanforderungen.

Bild 4 — Blockschaltbild der thermischen Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion

8.4.4.1 Inertgas-Refiner, bestehend z. B. aus einem Desoxidationsrohr (reduziertes Kupfer) mit einem elektrischen Ofen, einem Kohlenstoffdioxid-Absorptionsrohr (Natriumhydroxid-Kugeln) und einem Dehydrationsrohr (Magnesiumperchlorat). In einigen Geräten ist ein Denitrifikationsrohr (Schwammtitan) angebracht.

8.4.4.2 Gasextraktor, bestehend z. B. aus einer Probenezuführung und einem Impulsofen. Die Probenezuführung kann die in die Probe eingebettete Kapsel in den Graphittiegel des Impulsofens unter Inertgasstrom einbringen. Der Impulsofen muss in der Lage sein, eine Temperatur von etwa 3 000 °C zu erreichen. Die obere wassergekühlte Kupferelektrode ist feststehend, während sich die untere Elektrode vertikal bewegt. Der Graphittiegel ist zwischen den beiden Elektroden eingebettet.

8.4.4.3 Refiner für extrahierte Gase, z. B. bestehend aus einem Staubsammelrohr (Glaswolle), einem Kohlenstoffdioxid-Absorptionsrohr (Natriumhydroxidkugeln), einem Oxidationsrohr mit einem elektrischen Ofen und einem Dehydrationsrohr (Magnesiumperchlorat).

8.4.4.4 Gasdetektor, bestehend aus einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor und einem Integrationsmessgerät.

ANMERKUNG Es sind andere handelsübliche Geräte für die Stickstoffanalyse erhältlich. Jedes Gerät hat seine eigenen, einzigartigen Konstruktionsmerkmale und Betriebsanforderungen. Die Einzelheiten zum Betrieb sind in der Bedienungsanleitung des Geräteherstellers zu finden.

8.4.5 Durchführung

8.4.5.1 Inbetriebnahme des Geräts

Das Gerät wird eingestellt und die Regler werden entsprechend der Bedienungsanleitung des Herstellers auf die angegebenen Werte eingestellt. Warten, bis das Gerät stabil ist.

8.4.5.2 Vorheizen

Ein neuer Graphittiegel wird in die festgelegte Position des Impulsofens gestellt. Das Inertgas einströmen lassen und dann den Ofen einschalten. Der Graphittiegel wird für die festgelegte Dauer auf die Entgasungstemperatur und anschließend auf die Gasentnahmetemperatur erwärmt. Die Temperatureinstellung des Graphittiegels erfolgt über die Einstellung des elektrischen Stroms, der Spannung oder der Leistung. Das Verhältnis zwischen Temperatur und Strom/Spannung muss vor der Verwendung des Geräts ermittelt werden.

Der Integrationszähler wird abgelesen (im Folgenden als „Integralwert“ bezeichnet). Die Schritte der Entgasung und Gasentnahme werden wiederholt, bis ein stabiler Integralwert erreicht ist.

8.4.5.3 Entgasung des Graphittiegels

Die festgelegte Menge des Metallbades wird in einen neuen Graphittiegel eingefüllt und dieser wird an der festgelegten Position des Impulsofens platziert. 0,02 g bis 0,04 g der Probe werden in eine Kapsel eingewogen, die mit einer Vorrichtung geschlossen wird.

Die Kapsel an der festgelegten Position des Probenladers platzieren. Das Inertgas wird einleitet und der Graphittiegel wird mit Energie versorgt. Der Graphittiegel und das Metallbad werden für die festgelegte Dauer auf die Entgasungstemperatur erwärmt und entgast. Die Entgasungstemperatur muss 100 °C höher sein als die Gasextraktionstemperatur.

8.4.5.4 Messung

Die Kapsel mit eingebetteter Probe wird in den Graphittiegel gelegt. Der Tiegel wird mit Energie versorgt und die Probe wird bei der Gasextraktionstemperatur für die festgelegte Dauer erwärmt. Der Integralwert wird abgelesen. Die optimale Gasextraktionstemperatur muss vorher mit Hilfe eines ZRM mit bekanntem Stickstoffgehalt bestimmt werden (8.4.2.3).

ANMERKUNG Da die handelsüblichen Geräte für die Analyse von Stickstoff möglicherweise vollautomatisch sind, können viele der zuvor beschriebenen Schritte ohne Eingreifen des Bedieners durchgeführt werden.

8.4.6 Blindprobe

Der in 8.4.5 beschriebene Vorgang wird durchgeführt, ohne eine Probe zu entnehmen, um den Blindwert zu erhalten. Dieser Vorgang wird drei- bis fünfmal wiederholt und der Mittelwert wird berechnet.

8.4.7 Berechnung des Kalibrierkoeffizienten

Es muss ein Stickstoff-CRM mit bekanntem Gehalt verwendet werden. Einige Referenzmaterialien aus Bornitridpulver (oder Siliciumnitridpulver) sind ebenfalls erhältlich. Der in 8.4.5 beschriebene Vorgang wird mit der Kalibrierprobe durchgeführt. Die Werte von drei bis fünf Messungen werden gemittelt und der Kalibrierkoeffizient wird nach Gleichung (7) berechnet.

$$K = (m \times T.N/100)/(A_1 - A_0) \quad (7)$$

Dabei ist

K der Kalibrierkoeffizient, in g/Integralwert;

m die Masse der Kalibrierprobe, in g;

$T.N$ der Gesamtstickstoffgehalt der Kalibrierprobe, in % (Massenanteil);

A_1 der Integralwert der Kalibrierprobe;

A_0 der Integralwert der Blindprobe.

8.4.8 Berechnung

Der Gesamtstickstoffgehalt der Probe wird nach Gleichung (8) berechnet.

$$T.N = (A_2 - A_0) \times K/m \times 100 \quad (8)$$

Dabei ist

$T.N$ der Gesamtstickstoffgehalt der Probe, in % (Massenanteil);

A_2 der Integralwert der Probe;

A_0 der Integralwert der Blindprobe;

K der Kalibrierkoeffizient, in g/Integralwert;

m die Masse der Probe, in g.

ANMERKUNG Einige handelsübliche Geräte können den Wert der Blindprobe berechnen. In diesem Fall werden der Kalibrierkoeffizient und der Gesamtstickstoffgehalt automatisch berechnet.

9 Bestimmung der Gehalte an Natrium und Kalium

9.1 Einteilung der Bestimmungsverfahren

Verfahren A, Flammenemission nach Säuredruckaufschluss.

Verfahren B, Atomabsorption nach Säuredruckaufschluss.

ANMERKUNG Die Gehalte an Natrium und Kalium können gleichzeitig mit den Gehalten an anderen Spurenelementen nach den in Abschnitt 10 beschriebenen Verfahren bestimmt werden.

9.2 Flammenemission nach Säuredruckaufschluss

9.2.1 Kurzbeschreibung

Die Gehalte an Natrium und Kalium werden mittels Flammenemissionsspektrometrie unter Verwendung der nach 7.3.4.1 erhaltenen Probenlösung bestimmt.

9.2.2 Reagenzien

Es müssen Reagenzien von analytischer Reinheit verwendet werden. Die Reagenzlösungen müssen in Kunststoffflaschen aufbewahrt werden. Es werden die in 7.2.2 beschriebenen Reagenzien sowie die folgenden verwendet:

9.2.2.1 Ammoniaklösung (1+1).

9.2.2.2 Kobaltlösung (0,5 g/100 ml).

0,500 g Kobalt (mehr als 99,9 % Reinheit nach Massenanteil) werden in ein Messbecher aus Quarzglas eingewogen und mit einem Uhrglas aus Quarzglas abgedeckt. Es werden 50 ml Schwefelsäure (1+9) hinzugegeben