

DIN EN ISO 23739



ICS 81.060.30

Einsprüche bis 2023-06-14
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 725-12:2001-06

Entwurf

**Hochleistungskeramik –
Verfahren zur chemischen Analyse von Zirkoniumoxidpulvern
(ISO 23739:2021);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 23739:2023**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Methods for chemical analysis of zirconium oxide powders (ISO 23739:2021);
German and English version prEN ISO 23739:2023

Céramiques techniques –
Méthodes pour l'analyse chimique des poudres d'oxyde de zirconium (ISO 23739:2021);
Version allemande et anglaise prEN ISO 23739:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-04-14 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 46 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 23739:2021 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 23739:2023 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.

Dieses Dokument enthält in 7.2.1.2, 7.2.3, 8.1.6, 8.2.2.2, 9.16, 9.24 und 10.4 Nationale Fußnoten, die ergänzende oder erläuternde Hinweise zur Anwendung des Dokuments geben.

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

ISO 835	siehe	DIN EN ISO 835
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 725-12:2001-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) identische Übernahme der aktuelleren ISO 23739;
- b) Dokument redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 835, *Laborgeräte aus Glas — Messpipetten*

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

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 23739:2023-05

– Leerseite –

**Hochleistungskeramik – Verfahren zur chemischen Analyse von
Zirkoniumoxidpulvern (ISO 23739:2021)**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) – Methods for chemical analysis of zirconium oxide powders (ISO 23739:2021)

Céramiques techniques – Méthodes pour l'analyse chimique des poudres d'oxyde de zirconium (ISO 23739:2021)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Analyten und Bereiche	6
5 Vorbereitung von Proben	7
5.1 Allgemeines	7
5.2 Probenahme	7
5.3 Trocknung	7
5.4 Wägen	7
6 Angabe der Ergebnisse der Analyse	7
6.1 Anzahl der Analysen	7
6.2 Blindwertprüfung	7
6.3 Auswertung der Analyseergebnisse	7
6.4 Angabe der Analysewerte	8
7 Aufschluss der Probe	8
7.1 Klassifizierung der Aufschlussverfahren für die Probe	8
7.2 Säuredruckaufschluss	8
7.2.1 Reagenzien	8
7.2.2 Prüfeinrichtung und Geräte	8
7.2.3 Durchführung	9
7.2.4 Blindwertprüfung	9
7.3 Schmelzaufschluss	10
7.3.1 Reagenzien	10
7.3.2 Prüfeinrichtung und Geräte	10
7.3.3 Durchführung	10
7.3.4 Blindwertprüfung	10
8 Bestimmung des Zirkoniumgehalts	11
8.1 Ausfällung und gravimetrisches Verfahren	11
8.1.1 Kurzbeschreibung	11
8.1.2 Reagenzien	11
8.1.3 Prüfeinrichtung und Geräte	11
8.1.4 Durchführung	11
8.1.5 Blindwertprüfung	11
8.1.6 Berechnung	12
8.2 ICP-OES-Verfahren	12
8.2.1 Kurzbeschreibung	12
8.2.2 Reagenzien	12
8.2.3 Prüfeinrichtung und Geräte	12
8.2.4 Durchführung	12
8.2.5 Blindwertprüfung	13
8.2.6 Erstellen der Kalibrierfunktion	13
8.2.7 Berechnung	13
9 Bestimmung der Gehalte der Hauptelemente	13
9.1 Ausfällung und gravimetrisches Verfahren (für Yttrium)	13
9.1.1 Kurzbeschreibung	13
9.1.2 Reagenzien	13
9.1.3 Prüfeinrichtung und Geräte	14
9.1.4 Durchführung	14
9.1.5 Blindwertprüfung	14

9.1.6	Berechnung	14
9.2	ICP-OES-Verfahren (für Calcium, Hafnium, Magnesium und Yttrium)	15
9.2.1	Kurzbeschreibung	15
9.2.2	Reagenzien	15
9.2.3	Prüfeinrichtung und Geräte	15
9.2.4	Durchführung	15
9.2.5	Blindwertprüfung	16
9.2.6	Erstellen der Kalibrierfunktionen	16
9.2.7	Berechnung	16
10	Bestimmung des Gehalts an Spurenelementen	17
10.1	Kurzbeschreibung	17
10.2	Reagenzien	17
10.2.1	Element-Standardlösungen	17
10.2.2	Gemischte Kalibrierlösung (jedes Element 50 mg/l)	17
10.3	Prüfeinrichtung und Geräte	18
10.4	Durchführung	18
10.5	Blindwertprüfung	19
10.6	Erstellen der Kalibrierfunktionen	19
10.7	Berechnung	19
11	Prüfbericht	20
Anhang A (informativ) Analyseergebnisse aus einem Ringversuch		21
Literaturhinweise		22

Bilder

Bild 1 — Beispiel für ein Druckaufschlussgefäß	9
--	---

Tabellen

Tabelle 1 — Toleranzen für die Analysewerte	8
Tabelle 2 — Beispiele analytischer Wellenlängen für Ca, Hf, Mg und Y	16
Tabelle 3 — Beispiele für Kalibrierlösungen, die für einen Zirkoniumgehalt von 60 % geeignet sind	16
Tabelle 4 — Beispiele analytischer Wellenlängen für Spurenelemente	18
Tabelle 5 — Beispiele für Kalibrierlösungen, die für einen Zirkoniumgehalt von 60 % geeignet sind	19
Tabelle A.1 — Analyseergebnisse des Ringversuchs	21

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 23739:2021 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 23739:2023 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 725-12:2001 ersetzen.

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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 23739:2021 wurde von CEN als prEN ISO 23739:2023 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-Directives, 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-Directives, 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 Zirkoniumoxidpulvern fest, die als Rohmaterial für Feinkeramik verwendet werden.

Es legt die Verfahren zur Bestimmung der Gehalte von Zirkonium, Aluminium, Barium, Calcium, Cer, Kobalt, Gadolinium, Hafnium, Eisen, Magnesium, Kalium, Silicium, Natrium, Strontium, Titan und Yttrium in Zirkoniumoxidpulvern für Feinkeramik fest. Die Probe wird durch Säuredruckaufschluss oder Schmelzaufschluss in Lösung gebracht. Die Gehalte von Zirkonium und Yttrium werden entweder mittels Fällung und gravimetrischem Verfahren oder mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) bestimmt. Die Gehalte von Aluminium, Barium, Calcium, Cer, Kobalt, Gadolinium, Hafnium, Eisen, Magnesium, Kalium, Silicium, Natrium, Strontium und Titan werden mittels ICP-OES-Verfahren 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 835, *Laboratory glassware — Graduated pipettes*

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*

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

- Zirkonium (Zr), Konzentrationsbereich von 60 % bis 74 % (Massenanteil).
- Aluminium (Al), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 0,5 % (Massenanteil).
- Barium (Ba), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 0,5 % (Massenanteil).
- Calcium (Ca), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 6 % (Massenanteil).
- Cer (Ce), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 0,5 % (Massenanteil).
- Kobalt (Co), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 0,5 % (Massenanteil).
- Gadolinium (Gd), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 0,5 % (Massenanteil).
- Hafnium (Hf), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 2 % (Massenanteil).
- Eisen (Fe), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 0,5 % (Massenanteil).

- Magnesium (Mg), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 6 % (Massenanteil).
- Kalium (K), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 0,5 % (Massenanteil).
- Natrium (Na), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 0,5 % (Massenanteil).
- Silicium (Si), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 0,5 % (Massenanteil).
- Strontium (Sr), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 0,5 % (Massenanteil).
- Titan (Ti), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 0,5 % (Massenanteil).
- Yttrium (Y), Konzentrationsbereich von 0,01 % bis 15 % (Massenanteil).

5 Vorbereitung von Proben

5.1 Allgemeines

Die Probenvorbereitung muss nach ISO 8656-1 erfolgen, sofern zwischen dem Analysenlabor 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 in ein flaches Wägeglas (60 mm × 30 mm) geben und gleichmäßig auf dem Boden des Glases verteilen. Das Wägeglas 2 h in ein Luftbad bei $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ stellen und anschließend 1 h abgedeckt in einem Exsikkator abkühlen.

5.4 Wägen

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

6 Angabe der Ergebnisse der Analyse

6.1 Anzahl der Analysen

Die Probe zweimal an verschiedenen Tagen analysieren.

6.2 Blindwertprüfung

Im Rahmen der Analyse eine Blindwertprüfung durchführen, um die Messwerte zu korrigieren.

6.3 Auswertung der Analyseergebnisse

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

Tabelle 1 — Toleranzen für die Analysewerte

Einheiten in % (Massenanteil)

Element	Zr	Ca, Hf, Mg, Y	Al, Ba, Ce, Co, Gd, Fe, K, Na, Si, Sr, Ti
Toleranz	0,70	0,01 ^a 0,1 ^b	0,01
^a Gilt für einen Gehalt von weniger als 0,1 %.			
^b Gilt für einen Gehalt von mindestens 0,1 %.			

6.4 Angabe der Analysewerte

Die Analysewerte müssen in % (Massenanteil) der Trockenmasse angegeben werden. Die Ergebnisse müssen auf zwei Dezimalstellen angegeben werden (siehe Anhang A).

7 Aufschluss der Probe

7.1 Klassifizierung der Aufschlussverfahren für die Probe

- a) Säuredruckaufschluss.
- b) Schmelzaufschluss zur Bestimmung der Gehalte von Hauptelementen wie Zirkonium, Calcium, Hafnium, Magnesium und Yttrium sowie zur Bestimmung des Siliciumgehalts.

7.2 Säuredruckaufschluss

7.2.1 Reagenzien

Es muss sichergestellt werden, dass die Reagenzien von ausreichend hoher Reinheit sind, um ihre Verwendung ohne Beeinträchtigung der Richtigkeit der Analyse zu ermöglichen.

7.2.1.1 Wasser, der Qualität 1 oder besser nach ISO 3696.

7.2.1.2 Schwefelsäure (1+1)^{N1}.

7.2.2 Prüfeinrichtung und Geräte

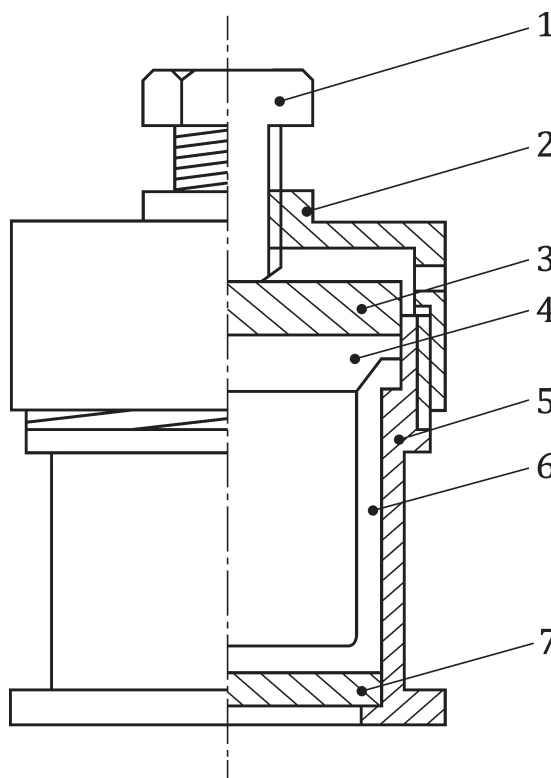
Übliche Laboreinrichtungen und -geräte verwenden zusammen mit:

7.2.2.1 Druckaufschlussgefäß. Ein Druckaufschlussgefäß ist in Bild 1 dargestellt. Das Gefäß ausschließlich für dieses Verfahren verwenden, um Kreuzkontaminationen zu vermeiden.

7.2.2.2 Polytetrafluorethylen(PTFE)-Flasche, mit Deckel.

7.2.2.3 Luftbad, geeignet zum Erhitzen auf $(230 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

N1 Nationale Fußnote: Schwefelsäure, H₂SO₄, (1+1): Schwefelsäure 96 % ($\rho = 1,84 \text{ kg/l}$) zu gleichen Volumenanteilen mit Wasser (7.2.1.1) verdünnt.



Legende

- 1 Mittelschraube
- 2 Schraubverschluss
- 3 Druckplatte
- 4 Deckel aus PTFE
- 5 Zylinder
- 6 Flasche aus PTFE
- 7 Bodenplatte

Bild 1 — Beispiel für ein Druckaufschlussgefäß

7.2.3 Durchführung

0,2 g der Probe in eine Polytetrafluorethylenflasche (7.2.2.2) einwiegen und 10 ml Schwefelsäure (7.2.1.2) hinzugeben. Die PTFE-Flasche in ein Druckaufschlussgefäß (7.2.2.1) stellen und das Gefäß nach den Anweisungen des Herstellers verschließen. Das Gefäß in ein Luftbad stellen und 16 h bei $(230 \pm 5) ^\circ\text{C}$ erwärmen.

Nach dem Abkühlen das Gefäß auseinandernehmen und die Aufschlusslösung in ein 150-ml-Becherglas überführen. Die Flasche^{N2} sechs Mal mit jeweils etwa 10 ml warmem Wasser waschen und die Waschlösung im Becherglas auffangen. Die Lösung in einen 200-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke verdünnen und gut mischen. Diese Lösung wird als Probenlösung bezeichnet.

7.2.4 Blindwertprüfung

Den in 7.2.3 beschriebenen Arbeitsgang ohne Probe durchführen, um den Blindwert zu erhalten. Die resultierende Lösung wird als Blindwertlösung bezeichnet.

N2 Nationale Fußnote: PTFE-Flasche

7.3 Schmelzaufschluss

7.3.1 Reagenzien

Es muss sichergestellt werden, dass die Reagenzien von ausreichend hoher Reinheit sind, um ihre Verwendung ohne Beeinträchtigung der Richtigkeit der Analyse zu ermöglichen.

7.3.1.1 Wasser, der Qualität 1 oder besser nach ISO 3696.

7.3.1.2 Lithiumtetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$), pulverförmig, mit einer Reinheit von über 99,995 % (Spurenmittel-Basis).

Handelsübliches Lithiumtetraborat kann bestimmte Verunreinigungen wie Kalzium, Kalium, Silicium und Natrium enthalten. Vor der Verwendung ist die Eignung für die Analyseaufgabe zu überprüfen.

7.3.1.3 Salzsäure (35 %, Massenanteil).

7.3.2 Prüfeinrichtung und Geräte

Übliche Laboreinrichtungen und -geräte verwenden zusammen mit:

7.3.2.1 Platintiegel (30 ml), 15 min auf $(1\,200 \pm 50)^\circ\text{C}$ erwärmt und anschließend in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abgekühlt.

7.3.2.2 Platindeckel.

7.3.2.3 Elektroofen, der bis $1\,300^\circ\text{C}$ betrieben werden kann.

7.3.2.4 Ultraschallbad.

7.3.3 Durchführung

0,2 g Probe und 1,0 g Lithiumtetraborat (7.3.1.2) in einem Platintiegel (7.3.2.1) mischen. Zu der gemischten Probe 1,0 g Lithiumtetraborat hinzugeben. Nach dem Abdecken des Tiegels mit einem Platindeckel (7.3.2.2) den Tiegel in einen Elektroofen (7.3.2.3) stellen.

Die Temperatur des Ofens allmählich erhöhen und den Tiegel bei $(1\,200 \pm 50)^\circ\text{C}$ erwärmen, bis der Inhalt vollständig aufgeschlossen ist.

Den Tiegel aus dem Ofen nehmen und auf Raumtemperatur abkühlen.

Tiegel und Platindeckel in ein 150-ml-Becherglas mit 20 ml Salzsäure (7.3.1.3) und 100 ml Wasser (7.3.1.1) stellen. Das Becherglas mit einem Uhrglas abdecken und das Becherglas im Ultraschallbad (7.3.2.4) erwärmen, bis sich die Schmelze vollständig in der Lösung aufgelöst hat.

Das Becherglas aus dem Ultraschallbad entnehmen. Das Uhrglas, den Tiegel und den Platindeckel mehrmals mit insgesamt etwa 50 ml Wasser waschen und die Waschlösung im Becherglas auffangen. Nach dem Abkühlen die Lösung in einen 200-ml-Messkolben überführen, mit Wasser bis zur Marke verdünnen und gut mischen. Diese Lösung wird als Probenlösung bezeichnet.

7.3.4 Blindwertprüfung

Den in 7.3.3 beschriebenen Arbeitsgang ohne Probe durchführen, um den Blindwert zu erhalten. Die so erhaltene Lösung wird als Blindwertlösung bezeichnet.