

# E DIN EN ISO 21068-2:2023-07 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2023-06-02

**Chemische Analyse von Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen, die Siliciumcarbid, Siliciumnitrid, Siliciumoxinitrid und Sialon enthalten - Teil 2: Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen Bestandteilen, Gesamtkohlenstoff, freiem Kohlenstoff, Siliziumcarbid, gesamtem und freiem Silizium, freiem und anhaltendem Siliziumdioxid (ISO/DIS 21068-2:2023); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 21068-2:2023**

**Chemical analysis of raw materials and refractory products containing silicon-carbide, silicon-nitride, silicon-oxynitride and sialon - Part 2: Determination of volatile components, total carbon, free carbon, silicon carbide, total and free silicon, free and surface silica (ISO/DIS 21068-2:2023); German and English version prEN ISO 21068-2:2023**

---

<b>Inhalt</b>	<b>Seite</b>
Europäisches Vorwort.....	11
Vorwort .....	12
Einleitung .....	13
1 Anwendungsbereich.....	15
2 Normative Verweisungen .....	15
3 Begriffe .....	16
4 Bestimmung flüchtiger Bestandteile durch gravimetrische Verfahren .....	16
4.1 Allgemeines.....	16
4.2 Bestimmung des Trocknungsverlustes bei 250 °C (LOD <sub>250</sub> ) .....	16
4.2.1 Kurzbeschreibung.....	16
4.2.2 Prüfgerät .....	16
4.2.3 Durchführung .....	16
4.2.4 Berechnung .....	17
4.3 Bestimmung des Glühverlustes in Argon (LOI <sub>Ar</sub> ) .....	17
4.3.1 Kurzbeschreibung.....	17
4.3.2 Prüfgerät .....	17
4.3.3 Prüfanordnung.....	17
4.3.4 Reagenzien .....	18
4.3.5 Durchführung .....	18
4.3.6 Berechnung .....	19
5 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff.....	19
5.1 Anwendungsbereich.....	19
5.2 Verbrennungsverfahren .....	19
5.2.1 Verbrennung in einem Widerstandsofen mit Bleiborat oder Zinn als Aufschlussmittel.....	20
5.2.2 Verbrennung in einem Induktionsofen (IF) mit Metallpulver als Aufschlussmittel .....	21
5.3 Messverfahren.....	21
5.3.1 Coulometrie.....	22
5.3.2 Bestimmung des freigesetzten Kohlenstoffdioxids, CO <sub>2</sub> , durch Infrarot-Absorption (IR) .....	22
5.3.3 Wärmeleitfähigkeitsverfahren (TC, en: thermal conductivity).....	22
5.4 Angabe der Ergebnisse .....	23
6 Bestimmung des Gehalts an freiem Kohlenstoff .....	23
6.1 Allgemeines.....	23

6.1.1	Direkte Verfahren .....	23
6.1.2	Indirekte Verfahren .....	29
7	Bestimmung des Gehaltes an Siliciumcarbid .....	33
7.1	Allgemeines .....	33
7.2	Bestimmung des Siliciumcarbids, SiC, durch das indirekte Verfahren .....	33
7.2.1	Kurzbeschreibung .....	33
7.2.2	Berechnung .....	33
7.2.3	Präzision .....	33
7.3	Bestimmung des Siliciumcarbids, SiC, durch Verbrennungsverfahren .....	33
7.3.1	Durchführung .....	34
7.3.2	Berechnung .....	34
7.4	Bestimmung des Siliciumcarbids, SiC, durch Verbrennung bei 750 °C .....	34
7.4.1	Kurzbeschreibung .....	34
7.4.2	Erzeugung des Rückstands .....	34
7.4.3	Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts im Rückstand .....	35
7.4.4	Berechnung .....	35
8	Bestimmung des Gesamtsiliciumgehaltes .....	36
9	Bestimmung des freien Siliciumgehaltes .....	36
9.1	Kurzbeschreibung .....	36
9.2	Vorbehandlung mit Salzsäure .....	36
9.3	Bestimmung des freien Siliciums durch Wasserstoffentwicklung .....	36
9.3.1	Reagenzien .....	36
9.3.2	Prüfgerät .....	37
9.3.3	Masse der Analysenprobe .....	37
9.3.4	Durchführung .....	38
9.3.5	Blindwertbestimmung .....	39
9.3.6	Berechnung .....	39
10	Bestimmung des Gehaltes an freiem Silicium(IV)-oxid .....	40
10.1	Kurzbeschreibung .....	40
10.2	Reagenzien .....	40
10.3	Prüfgerät .....	40
10.4	Probenvorbereitung .....	41
10.5	Durchführung .....	41
10.5.1	Bestimmung .....	42
10.5.2	Berechnung und Angabe des SiO <sub>2</sub> -Gehalts .....	42
11	Bestimmung des Gehaltes an anhaftendem Silicium(IV)-oxid .....	43
12	Angabe der Ergebnisse .....	43
13	Prüfbericht .....	43
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten .....		44
A.1	Präzisionsdaten, die bei der Analyse von feuerfesten Erzeugnissen erhalten wurden, die Kohlenstoff und/oder Siliciumcarbid enthalten .....	44
A.1.1	Proben .....	44
A.1.2	Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts .....	44
A.1.3	Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffgehalts .....	46
A.1.4	Präzisionsdaten für die Bestimmung des Siliciumcarbidgehalts .....	47
A.1.5	Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Siliciumgehalts .....	48
A.2	Präzisionsdaten, die in einem Ringversuch für die Zertifizierung des zertifizierten Referenzmaterials BAM-S008 Siliciumcarbidpulver erhalten wurden .....	49
A.2.1	Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts .....	49
Anhang B (informativ) Beispiele für zertifizierte Referenzmaterialien zur Kalibrierung eines Kohlenstoff-Prüfgerätes .....		51
Anhang C (informativ) Korrektur des freien Kohlenstoffgehalts im Falle der Oxidation von SiC .....		52

<b>Literaturhinweise .....</b>	<b>53</b>
<b>Bilder</b>	
<b>Bild 1 — Prüfaufbau zur Bestimmung des Verlustes bei Kalzinierung in Argon .....</b>	<b>18</b>
<b>Bild 2 — Beispiel für ein Reaktionsgefäß.....</b>	<b>27</b>
<b>Bild 3 — Beurteilung der CO<sub>2</sub>-Freisetzungskurve.....</b>	<b>28</b>
<b>Bild 4 — Prüfgerät für die Bestimmung des freien Siliciums .....</b>	<b>38</b>
<b>Bild 5 — Prüfgerät für die Bestimmung von freiem Silicium(IV)-oxid.....</b>	<b>41</b>
<b>Tabellen</b>	
<b>Tabelle 1 — Verfahren zur Bestimmung flüchtiger Bestandteile .....</b>	<b>16</b>
<b>Tabelle 2 — Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffs.....</b>	<b>29</b>
<b>Tabelle 3 — Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffs.....</b>	<b>32</b>
<b>Tabelle 4 — Masse der Analysenprobe.....</b>	<b>37</b>
<b>Tabelle 5 — Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Silicium(IV)-oxids.....</b>	<b>43</b>
<b>Tabelle A.1.2.1 — Präzisionsdaten für Gesamtkohlenstoff.....</b>	<b>45</b>
<b>Tabelle A.1.2.2 — Einzelwerte für Gesamtkohlenstoff, % Massenanteil .....</b>	<b>45</b>
<b>Tabelle A.1.3.1 — Präzisionsdaten für freien Kohlenstoff .....</b>	<b>46</b>
<b>Tabelle A.1.3.2 — Einzelwerte für freien Kohlenstoff, % Massenanteil.....</b>	<b>46</b>
<b>Tabelle A.1.4.1 — Präzisionsdaten für Siliciumcarbid .....</b>	<b>47</b>
<b>Tabelle A.1.4.2 — Einzelwerte für Siliciumcarbid, % Massenanteil.....</b>	<b>48</b>
<b>Tabelle A.1.5.1 — Präzisionsdaten für freies Silicium .....</b>	<b>48</b>
<b>Tabelle A.1.5.2 — Einzelwerte für freies Silicium, % Massenanteil .....</b>	<b>49</b>
<b>Tabelle A.2.1.1 — Präzisionsdaten für Gesamtkohlenstoff.....</b>	<b>49</b>
<b>Tabelle A.2.1.2 — Einzelwerte für Gesamtkohlenstoff, % Massenanteil .....</b>	<b>50</b>
<b>Tabelle 2 — Beispiele für feuerfeste CRMs, die Kohlenstoff und Siliciumcarbid enthalten .....</b>	<b>51</b>