

# DIN EN ISO 21068-2:2024-11 (D)

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, Siliciumcarbid, gesamtem und freiem Silicium, freiem und anhaftendem Siliciumdioxid (ISO 21068-2:2024); Deutsche Fassung EN ISO 21068-2:2024

---

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	11
Vorwort.....	12
Einleitung.....	14
1 Anwendungsbereich.....	16
2 Normative Verweisungen.....	16
3 Begriffe.....	16
4 Bestimmung flüchtiger Bestandteile durch gravimetrische Verfahren.....	16
4.1 Allgemeines.....	16
4.2 Bestimmung des Trocknungsverlustes bei 250 °C ( $w_{LOD250}$ ).....	17
4.2.1 Kurzbeschreibung.....	17
4.2.2 Prüfeinrichtung.....	17
4.2.3 Durchführung.....	17
4.2.4 Berechnung.....	17
4.3 Bestimmung des Glühverlustes in Argon ( $w_{LOIAr}$ ).....	17
4.3.1 Kurzbeschreibung.....	17
4.3.2 Prüfeinrichtung.....	18
4.3.3 Prüfanordnung.....	18
4.3.4 Reagenzien.....	19
4.3.5 Durchführung.....	19
4.3.6 Berechnung.....	20
5 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff.....	20
5.1 Anwendungsbereich.....	20
5.2 Verbrennungsverfahren.....	20
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.....	22
5.3 Messverfahren.....	22
5.3.1 Coulometrie.....	23
5.3.2 Bestimmung des freigesetzten Kohlenstoffdioxids, CO <sub>2</sub> , durch Infrarot-Absorption (IR).....	23
5.3.3 Wärmeleitfähigkeitsverfahren (TC, en: thermal conductivity method).....	23
5.4 Angabe der Ergebnisse.....	23
6 Bestimmung des Gehalts an freiem Kohlenstoff.....	24
6.1 Allgemeines.....	24
6.1.1 Direkte Verfahren.....	24
6.1.2 Indirekte Verfahren.....	30
7 Bestimmung des Gehaltes an Siliciumcarbid.....	34
7.1 Allgemeines.....	34
7.2 Bestimmung des Siliciumcarbid, SiC, durch das indirekte Verfahren.....	34
7.2.1 Kurzbeschreibung.....	34
7.2.2 Berechnung.....	34
7.2.3 Präzision.....	35

7.3	Bestimmung von Siliciumcarbid, SiC, durch Verbrennungsverfahren .....	35
7.3.1	Durchführung .....	35
7.3.2	Berechnung .....	35
7.4	Bestimmung von Siliciumcarbid, SiC, durch Verbrennung bei 750 °C .....	35
7.4.1	Kurzbeschreibung .....	35
7.4.2	Erzeugung des Rückstands .....	36
7.4.3	Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts im Rückstand .....	36
7.4.4	Berechnung .....	36
8	Bestimmung des Gesamtsiliciumgehaltes .....	37
9	Bestimmung des freien Siliciumgehaltes .....	38
9.1	Kurzbeschreibung .....	38
9.2	Vorbehandlung mit Salzsäure .....	38
9.3	Bestimmung des freien Siliciums durch Wasserstoffentwicklung .....	38
9.3.1	Reagenzien .....	38
9.3.2	Prüfeinrichtung .....	38
9.3.3	Masse der Analysenprobe .....	39
9.3.4	Durchführung .....	40
9.3.5	Blindwertbestimmung .....	41
9.3.6	Berechnung .....	41
10	Bestimmung des Gehaltes an freiem Siliciumdioxid .....	42
10.1	Kurzbeschreibung .....	42
10.2	Reagenzien .....	42
10.3	Prüfeinrichtung .....	42
10.4	Probenvorbereitung .....	43
10.5	Durchführung .....	43
10.5.1	Bestimmung .....	44
10.5.2	Berechnung und Angabe des SiO <sub>2</sub> -Gehalts .....	44
11	Bestimmung des Gehalts an anhaftendem Siliciumdioxid .....	45
12	Angabe der Ergebnisse .....	45
13	Prüfbericht .....	45
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten .....		46
A.1	Präzisionsdaten, die bei der Analyse von feuerfesten Erzeugnissen erhalten wurden, die Kohlenstoff und/oder Siliciumcarbid enthalten .....	46
A.1.1	Proben .....	46
A.1.2	Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts .....	46
A.1.3	Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffgehalts .....	48
A.1.4	Präzisionsdaten für die Bestimmung des Siliciumcarbidgehalts .....	49
A.1.5	Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Siliciumgehalts .....	50
A.2	Präzisionsdaten, die in einem Ringversuch für die Zertifizierung des zertifizierten Referenzmaterials BAM-S008 Siliciumcarbidpulver erhalten wurden .....	51
A.2.1	Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts .....	51
Anhang B (informativ) Beispiele für zertifizierte Referenzmaterialien zur Kalibrierung einer Kohlenstoff-Prüfeinrichtung .....		53
Anhang C (normativ) Korrektur des freien Kohlenstoffgehalts im Falle der Oxidation von SiC .....		54
C.1	Allgemeines .....	54
C.2	Durchführung .....	54
C.3	Berechnung .....	54
Literaturhinweise .....		56

## **Bilder**

<b>Bild 1 — Prüfaufbau zur Bestimmung des Verlustes bei Kalzinierung in Argon .....</b>	<b>18</b>
<b>Bild 2 — Beispiel für ein Reaktionsgefäß (Maße in mm).....</b>	<b>28</b>
<b>Bild 3 — Auswertung der CO<sub>2</sub>-Freisetzungskurve .....</b>	<b>29</b>
<b>Bild 4 — Prüfeinrichtung für die Bestimmung des freien Siliciums.....</b>	<b>40</b>
<b>Bild 5 — Prüfeinrichtung für die Bestimmung von freiem Siliciumdioxid .....</b>	<b>43</b>

## **Tabellen**

<b>Tabelle 1 — Verfahren zur Bestimmung flüchtiger Bestandteile .....</b>	<b>16</b>
<b>Tabelle 2 — Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffs.....</b>	<b>30</b>
<b>Tabelle 3 — Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffs.....</b>	<b>33</b>
<b>Tabelle 4 — Masse der Analysenprobe .....</b>	<b>39</b>
<b>Tabelle 5 — Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Siliciumdioxids .....</b>	<b>45</b>
<b>Tabelle A.1 — Präzisionsdaten für Gesamtkohlenstoff .....</b>	<b>47</b>
<b>Tabelle A.2 — Einzelwerte für Gesamtkohlenstoff, Prozent Massenanteil .....</b>	<b>47</b>
<b>Tabelle A.3 — Präzisionsdaten für freien Kohlenstoff.....</b>	<b>48</b>
<b>Tabelle A.4 — Einzelwerte für freien Kohlenstoff, Prozent Massenanteil .....</b>	<b>48</b>
<b>Tabelle A.5 — Präzisionsdaten für Siliciumcarbid .....</b>	<b>49</b>
<b>Tabelle A.6 — Einzelwerte für Siliciumcarbid, Prozent Massenanteil .....</b>	<b>50</b>
<b>Tabelle A.7 — Präzisionsdaten für freies Silicium .....</b>	<b>51</b>
<b>Tabelle A.8 — Einzelwerte für freies Silicium, Prozent Massenanteil .....</b>	<b>51</b>
<b>Tabelle A.9 — Präzisionsdaten für Gesamtkohlenstoff .....</b>	<b>52</b>
<b>Tabelle A.10 — Einzelwerte für Gesamtkohlenstoff, Prozent Massenanteil .....</b>	<b>52</b>
<b>Tabelle B.1 — Beispiele für feuerfeste zertifizierte Referenzmaterialien (ZRM), die Kohlenstoff und Siliciumcarbid enthalten .....</b>	<b>53</b>