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_2, 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_2-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

Bild 1 — Prüfaufbau zur Bestimmung des Verlustes bei Kalzinierung in Argon 18

Bild 2 — Beispiel für ein Reaktionsgefäß (Maße in mm) 28

Bild 3 — Auswertung der CO_2-Freisetzungskurve 29

Bild 4 — Prüfeinrichtung für die Bestimmung des freien Siliciums 40

Bild 5 — Prüfeinrichtung für die Bestimmung von freiem Siliciumdioxid 43

Tabellen

Tabelle 1 — Verfahren zur Bestimmung flüchtiger Bestandteile 16

Tabelle 2 — Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffs 30

Tabelle 3 — Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffs 33

Tabelle 4 — Masse der Analysenprobe 39

Tabelle 5 — Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Siliciumdioxids 45

Tabelle A.1 — Präzisionsdaten für Gesamtkohlenstoff 47

Tabelle A.2 — Einzelwerte für Gesamtkohlenstoff, Prozent Massenanteil 47

Tabelle A.3 — Präzisionsdaten für freien Kohlenstoff 48

Tabelle A.4 — Einzelwerte für freien Kohlenstoff, Prozent Massenanteil 48

Tabelle A.5 — Präzisionsdaten für Siliciumcarbid 49

Tabelle A.6 — Einzelwerte für Siliciumcarbid, Prozent Massenanteil 50

Tabelle A.7 — Präzisionsdaten für freies Silicium 51

Tabelle A.8 — Einzelwerte für freies Silicium, Prozent Massenanteil 51

Tabelle A.9 — Präzisionsdaten für Gesamtkohlenstoff 52

Tabelle A.10 — Einzelwerte für Gesamtkohlenstoff, Prozent Massenanteil 52

Tabelle B.1 — Beispiele für feuerfeste zertifizierte Referenzmaterialien (ZRM), die Kohlenstoff und Siliciumcarbid enthalten 53