

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 CO₂-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