DIN EN ISO 21068-3:2024-11 (D)

Chemische Analyse von Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen, die Siliciumcarbid, Siliciumnitrid, Siliciumoxynitrid und Sialon enthalten - Teil 3: Bestimmung des Gehaltes an Stickstoff, Sauerstoff sowie metallischen und oxidischen Bestandteilen (ISO 21068-3:2024); Deutsche Fassung EN ISO 21068-3:2024

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 10

Vorwort ... 11

Einleitung ... 13

1 Anwendungsbereich ... 14

2 Normative Verweisungen ... 14

3 Begriffe ... 15

4 Bestimmung von Stickstoff und Sauerstoff ... 15
4.1 Allgemeines ... 15
4.2 Kombinierte Bestimmung von Stickstoff und Sauerstoff mittels Analysengerät mit Wärmeleitfähigkeits-(TC) und Infrarot-(IR)-absorptionsnachweis ... 15
4.2.1 Kurzbeschreibung ... 15
4.2.2 Reagenzien ... 16
4.2.3 Prüfeinrichtung ... 16
4.2.4 Nickel-Vorbehandlung ... 17
4.2.5 Kalibrierung ... 17
4.2.6 Durchführung ... 17
4.2.7 Präzision ... 18
4.3 Bestimmung des Gesamtstickstoffgehaltes durch Schmelzaufschluss ... 18
4.3.1 Allgemeines ... 18
4.3.2 Kurzbeschreibung ... 18
4.3.3 Reagenzien ... 18
4.3.4 Prüfeinrichtung ... 19
4.3.5 Probenvorbereitung ... 20
4.3.6 Durchführung ... 20
4.3.7 Berechnung und Angabe der Ergebnisse ... 21
4.3.8 Präzision ... 22
4.4 Bestimmung des Gesamtstickstoffgehaltes mittels Kjeldahl-Destillation ... 22
4.4.1 Kurzbeschreibung ... 22
4.4.2 Reagenzien ... 22
4.4.3 Prüfeinrichtung ... 23
4.4.4 Probenvorbereitung ... 23
4.4.5 Durchführung ... 23
4.4.6 Berechnung und Angabe der Ergebnisse ... 24
4.4.7 Präzision ... 24
4.5 Berechnung des Si_3N_4-Gehaltes unter Verwendung des Gesamtstickstoffgehaltes ... 24
4.5.1 Berechnung ... 24

5 Bestimmung von löslichem Eisen durch Extraktion mit Salzsäure, gefolgt von optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES, en: inductively coupled plasma-optical emission spectrometry) ... 25
5.1 Allgemeines ... 25
5.2 Kurzbeschreibung ... 25

5.3 Prüfeinrichtung ... 25
5.4 Reagenzien ... 25
5.5 Probenvorbereitung ... 25
5.6 Durchführung ... 26
5.7 Messung ... 26
5.8 Berechnung ... 26

6 Bestimmung von metallischem (freiem) Aluminium durch das Verfahren mit Wasserstofferzeugung ... 27
6.1 Kurzbeschreibung ... 27
6.2 Reagenzien ... 27
6.3 Prüfeinrichtung ... 27
6.4 Probenvorbereitung ... 27
6.5 Durchführung ... 27
6.6 Berechnung und Angabe der Ergebnisse ... 28

7 Bestimmung von säurelöslichem Aluminium und Magnesium ... 28
7.1 Allgemeines ... 28
7.2 Reagenzien ... 29
7.3 Durchführung ... 29
7.4 Messung ... 29
7.5 Präzision ... 29

8 Bestimmung elementarer Verunreinigungen in SiC-Rohstoffen ... 29
8.1 Allgemeines ... 30
8.1.1 Alkalischer Schmelzaufschluss ... 30
8.1.2 Säuredruckaufschluss ... 32
8.2 Bestimmung von Verunreinigungen mittels Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) (Schmelzaufschlussverfahren) ... 33
8.3 Bestimmung von Verunreinigungen mittels optischer Emissionsspektrometrie im Gleichstromlichtbogen (DCArc-OES) (direktes Feststoff-Verfahren) ... 33

9 Angabe der Ergebnisse ... 34

10 Prüfbericht ... 34

Anhang A (informativ) Präzisionsdaten ... 35
A.1 Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs und des Gesamtsauerstoffs durch Inertgas-Heißextraktion (4.2) in einer Siliciumcarbidpulverprobe ... 35
A.2 Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs durch Schmelzaufschluss (4.3) in einer Siliciumnitridpulverprobe ... 37
A.3 Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs durch Kjeldahl-Destillation (4.4) in einer Siliciumnitridpulverprobe ... 38
A.4 Präzisionsdaten für die Bestimmung von säurelöslichem (freiem) Aluminium und säurelöslichem (freiem) Magnesium mittels Säureaufschluss/ICP-OES (Abschnitt 7) in feuerfesten Erzeugnissen, die Kohlenstoff enthalten ... 39

Literaturhinweise ... 41

Bilder

Bild 1 — Prüfeinrichtung zur Bestimmung des Stickstoffgehaltes mittels Schmelzaufschluss ... 20

Tabellen

Tabelle 1 — Auswahl des Bestimmungsverfahrens nach Werkstoffen ... 29

Tabelle A.1 — Präzisionsdaten für Gesamtstickstoff durch Inertgas-Heißextraktion 35

Tabelle A.2 — Einzelwerte für Gesamtstickstoff, mg/kg 35

Tabelle A.3 — Präzisionsdaten für Gesamtsauerstoff durch Inertgas-Heißextraktion 36

Tabelle A.4 — Einzelwerte für Gesamtsauerstoff, mg/kg 36

Tabelle A.5 — Präzisionsdaten für Gesamtstickstoff durch Schmelzaufschluss 37

Tabelle A.6 — Einzelwerte für Gesamtstickstoff, Prozent Massenanteil 37

Tabelle A.7 — Präzisionsdaten für Gesamtstickstoff durch Kjeldahl-Destillation 38

Tabelle A.8 — Einzelwerte für Gesamtstickstoff, Prozent Massenanteil 38

Tabelle A.9 — Präzisionsdaten für säurelösliches (freies) Aluminium und säurelösliches (freies) Magnesium 39

Tabelle A.10 — Einzelwerte für säurelösliches (freies) Aluminium und säurelösliches (freies) Magnesium, Prozent Massenanteil 40