

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 ₃ N 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 Wasserstoffherzeugung.....	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