

DIN 4862

DIN

ICS 81.060.10

**Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe –
Säure-Druck-Aufschluss von Ascherückständen nach Verbrennung von
Kohlenstoff- und Graphitmaterialien**

Testing of ceramic raw and basic materials –

Acid pressure digestion of ash residues after combustion of carbon and graphite materials

Essais des matières premières et matériaux de base céramiques –

Digestion sous pression acide des résidus de cendres après combustion de matériaux en
carbone et graphite

Gesamtumfang 14 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Geräte	5
6 Reagenzien	5
7 Probenahme und Probenvorbereitung	5
8 Durchführung	6
8.1 Veraschung der Probe	6
8.2 Aufschluss des Ascherückstandes	6
Anhang A (informativ) Beispiele für den Aufschluss von Graphitasche	7
Anhang B (informativ) Präzisionsdaten	8
B.1 Allgemeines	8
B.2 Ermittelte Präzisionsdaten der Ringversuchsergebnisse für die Graphitprobe SGL-1 nach Veraschung und Säure-Druck-Aufschluss des Ascherückstandes	8
B.3 Ermittelte Präzisionsdaten der Ringversuchsergebnisse für die Graphitprobe SGL-2 nach Veraschung und Säure-Druck-Aufschluss des Ascherückstandes	10
Anhang C (informativ) Hinweise zur Ermittlung der Unsicherheit des Mittelwertes	12
Literaturhinweise	13

Tabellen

Tabelle B.1 — Präzisionsdaten für die Bestimmung der Elemente Al, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Si, Sn, Sr, Ti, V, W, Zn und Zr in der Graphitprobe SGL-1	8
Tabelle B.2 — Präzisionsdaten für die Bestimmung der Elemente Al, Ba, Ca, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Si, Sn, Sr, Ti, V, W, Zn und Zr in der Graphitprobe SGL-2	10

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-02-64 AA „Chemische Analyse von nichtoxidischen keramischen Roh- und Werkstoffen“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Prüfverfahren zum Säure/Druck-Aufschluss von Ascherückständen nach Verbrennung von Kohlenstoff- und Graphitmaterialien fest. Die resultierenden Aufschlusslösungen werden zur Bestimmung der Elementgehalte herangezogen, wobei diese Bestimmungsmethoden nicht Teil dieser Norm sind.

Eine Auswahl an anwendbaren Bestimmungsverfahren ist im Literaturverzeichnis unter [1] bis [12] aufgeführt.

ANMERKUNG 1 Die Norm ist erprobt für Kohlenstoff- und Graphitmaterialien mit Aschegehalten > 200 mg/kg. Der Arbeitsbereich kann durch Erhöhung der Einwaage bei der Veraschung erweitert werden.

ANMERKUNG 2 Dieses Verfahren ist eine Alternative zum Schmelzaufschluss (z.B. nach ISO 14435 [14] oder ASTM D5600 [1]) mit folgenden Vorteilen: geringere Salzfracht der Analysenlösung und Verringerung der Kontaminationsgefahr und damit verbunden besseren Bestimmungsgrenzen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 51903, *Prüfung von Kohlenstoffmaterialien — Bestimmung des Aschewertes — Feststoffe*

DIN 51940, *Prüfung von Kohlenstoffmaterialien — Probenahme und Probenvorbereitung — Feststoffe, feste Binde- und Imprägniermittel*

DIN 51941-1, *Prüfung von Kohlenstoffmaterialien — Bestimmung der chemischen Zusammensetzung — Teil 1: Herstellung von Analysenproben, Feststoffe, feste Binde- und Imprägniermittel*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— DIN-TERMinologieportal: unter <https://www.din.de/go/din-term>

— DKE-IEV: unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

4 Kurzbeschreibung

Die getrocknete und ggf. homogenisierte Probe wird in oxidierender Atmosphäre bis zum vollständigen Entfernen der Kohlenstoffmatrix verbrannt. Der resultierende Ascherückstand wird in einem geschlossenen System unter Zugabe von Säuren bei höherer Temperatur (mindestens 220 °C) und Druck aufgeschlossen. Die so erhaltene Aufschlusslösung kann nachfolgend zur Elementbestimmung (mit z. B. ICP-OES, AAS) herangezogen werden. Die Präzisionsdaten sind in Anhang B zu finden und Hinweise zur Ermittlung der Unsicherheit des Mittelwertes in Anhang C.

5 Geräte

Übliche Laborgeräte sowie die Geräte nach 5.1 bis 5.5.

5.1 Analysenwaage, ablesbar auf mindestens 0,01 mg.

5.2 Druckaufschlusssystem, mit temperaturregulierbarem Ofen (bis $300\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$) oder alternativ mit Mikrowellenanregung.

5.3 Säure-, temperatur- und druckbeständiges Aufschlussgefäß, geeignet und zugelassen für das in 5.2 genannte Druckaufschlusssystem, resistent gegenüber den in 6.1 bis 6.3 genannten Säuren, temperaturbeständig bis 250 °C .

5.4 Messkolben, resistent gegenüber den in 6.1 bis 6.4 verwendeten Säuren und Mischung.

5.5 Heizplatte, temperaturregulierbar bis $(150 \pm 10)\text{ °C}$.

6 Reagenzien

Als Reagenzien sind ausschließlich Chemikalien von bekannter und für den Bestimmungszweck ausreichender analytischer Reinheit und destilliertes oder durch Ionenaustauschverfahren voll entsalztes Wasser zu verwenden.

6.1 Salpetersäure, HNO_3 , $c(\text{HNO}_3)$ mit einem Massenanteil von 65 %.

6.2 Flusssäure, HF , $c(\text{HF})$ mit einem Massenanteil von 40 %.

6.3 Salzsäure, HCl , $c(\text{HCl})$ mit einem Massenanteil von 37 %.

6.4 Königswasser, Mischung aus drei Teilen Säure nach 6.3 und einem Teil Säure nach 6.1.

7 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Probennahme und Probenvorbereitung bis zur Laborprobe erfolgt nach DIN 51940. Die Laborprobe wird anschließend nach DIN 51941-1 bei $(110 \pm 5)\text{ °C}$ bis zur Massenkonstanz getrocknet und anschließend im Exsikkator auf Raumtemperatur abgekühlt und darin aufbewahrt.