

DIN EN 15979

ICS 81.060.10

Ersatz für
DIN 51088:2007-12

**Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe –
Direkte Bestimmung der Massenanteile an Verunreinigungen in pulver-
und kornförmigem Siliciumcarbid mittels OES und Anregung im
Gleichstrombogen;
Deutsche Fassung EN 15979:2011**

Testing of ceramic raw and basic materials –
Direct determination of mass fractions of impurities in powders and granules of silicon
carbide by OES by DC arc excitation;
German version EN 15979:2011

Essai des matières premières et matériaux de base céramiques –
Détermination directe des fractions massiques d'impuretés dans les poudres et granulés
de carbure de silicium par OES à l'excitation d'arc DC;
Version allemande EN 15979:2011

Gesamtumfang 23 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN 15979:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 187 „Feuerfeste Erzeugnisse und Werkstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-02-64 AA „Chemische Analyse von nichtoxidischen keramischen Roh- und Werkstoffen“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1
ISO 5725-4	siehe DIN ISO 5725-4
ISO 8656-1	siehe DIN 51061-2, DIN EN 1402-2

Änderungen

Gegenüber DIN 51088:2007-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Dokument redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 51088: 2007-12

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 51061-2, *Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe — Teil 2: Probenahme keramischer Rohstoffe*

DIN EN 1402-2, *Ungeformte feuerfeste Erzeugnisse — Teil 2: Probenahme*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-4, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 4: Grundlegende Methoden für die Ermittlung der Richtigkeit eines vereinheitlichten Messverfahrens*

Deutsche Fassung

Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe —
Direkte Bestimmung der Massenanteile an Verunreinigungen in
pulver- und kornförmigem Siliciumcarbid mittels OES und
Anregung im Gleichstrombogen

Testing of ceramic raw and basic materials —
Direct determination of mass fractions of impurities in
powders and granules of silicon carbide by OES by DC arc
excitation

Essai des matières premières et matériaux de base
céramiques —
Détermination directe des fractions massiques d'impuretés
dans les poudres et granulés de carbure de silicium par
OES à l'excitation d'arc DC

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 10. Dezember 2010 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN-CENELEC oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Kurzbeschreibung	4
3 Spektrometrie	4
4 Geräte	4
5 Reagenzien	5
6 Probenahme und Probenvorbereitung	5
7 Kalibrierung	6
8 Durchführung	6
9 Berechnung	8
10 Angabe der Ergebnisse	8
11 Präzision	9
12 Prüfbericht	9
Anhang A (informativ) Ergebnisse des Ringversuchs	10
Anhang B (informativ) Wellenlängen und Arbeitsbereich	14
Anhang C (informativ) Mögliche Störungen und ihre Beseitigung	15
Anhang D (informativ) Hinweise zur Ermittlung der Unsicherheit des Mittelwertes	18
Anhang E (informativ) Handelsübliche zertifizierte Referenzmaterialien	19
Literaturhinweise	20

Vorwort

Dieses Dokument (EN 15979:2011) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 187 „Feuerfeste Erzeugnisse und Werkstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Juli 2011, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juli 2011 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

1 Anwendungsbereich

Diese Europäische Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Massenanteile der Verunreinigungen Al, B, Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Ni, Ti, V und Zr in pulver- und kornförmigem Siliciumcarbid von keramischen Roh- und Werkstoffen fest. Die Anwendung ist übertragbar auf weitere metallische Elemente und andere artverwandte nichtmetallische pulver- und kornförmige Werkstoffe, wie Carbide, Nitride, Graphite, Ruße, Kokse, Kohle, sowie eine Reihe weiterer oxidischer Roh- und Werkstoffe nach entsprechender Prüfung.

ANMERKUNG Es liegen positive Erfahrungen zu Materialien wie z. B. Graphit, B₄C, BN, WC und verschiedenen refraktären Metalloxiden vor.

Das Verfahren gilt, nach Prüfung, für Massenanteile der o. g. Verunreinigungen von etwa 1 mg/kg bis etwa 3 000 mg/kg. In manchen Fällen kann es möglich sein, in Abhängigkeit von den Haupteinflussgrößen Element, Wellenlänge, Bogenparameter und Proben-Einwaage diesen Bereich auf bis zu 5 000 mg/kg zu erweitern.

2 Kurzbeschreibung

Die Verbrennung bzw. Verdampfung des zerkleinerten Probenmaterials erfolgt im Lichtbogen in einer Atmosphäre aus einer Mischung von Argon und Sauerstoff oder in Luft. Die Metallsuren werden im Bogenplasma zur Emission von Licht angeregt. Das Licht wird in ein simultanes Emissionsspektrometer geleitet (z. B. mittels Lichtleiteroptik oder durch Direktkopplung). Es wird dort in seine Spektrallinien zerlegt und mit geeigneten Detektoren, wie Photomultiplier, Charge Coupled Device (CCD), Charge Injection Device (CID), gemessen. Durch Vergleich der Intensitäten der elementspezifischen Spektrallinien der Probe mit denen einer Kalibrierprobe bekannter Zusammensetzung des gleichen Materials werden die Massenanteile der Elemente in der Probe ermittelt.

3 Spektrometrie

Die optische Emissionsspektrometrie beruht auf der Entstehung von Linienspektren angeregter Atome oder Ionen, wobei jeder Spektrallinie eindeutig ein Element zugeordnet werden kann und die Linienintensitäten den Massenanteilen der Elemente in der gemessenen Probe proportional sind (siehe [6], [7], [12]).

Im Gegensatz zu den nasschemischen lösungsanalytischen Verfahren wird der klassische Probenaufschluss durch Verdampfung und Anregung in einem Gleichstrombogen ersetzt.

4 Geräte

Übliche Laborgeräte sowie die folgenden Geräte.

4.1 Emissionsspektrometer, simultan, vorzugsweise mit zeitlicher Auflösung der Registrierung des Signals und mit angeschlossenem Gleichstrombogen-Anregungsgerät.

4.2 Gasspüleinrichtung, für Schutzgas und/oder Reaktionsgase für den Gleichstrombogen, z. B. Gas-mischer mit Massenflussregler und Stallwood-Düse.

ANMERKUNG Beim Arbeiten in Luftatmosphäre entfällt die Schutzgaseinrichtung.

4.3 Pinzette, selbstschließend.

4.4 Analysenwaage, ablesbar auf mindestens 0,1 mg. Für Massen kleiner 10 mg muss jedoch eine fünfstellige Waage mit einer Ablesbarkeit von mindestens 0,01 mg verwendet werden.

4.5 Presswerkzeug zum Pressen der Probe in die Elektrode.

4.6 Wärmeschrank

ANMERKUNG Ein Wärmeschrank wird nur benötigt, wenn nass vermischte und anschließend getrocknete Proben verwendet werden.

4.7 Rührkugeln aus Polytetrafluorethylen (PTFE), Durchmesser 6 mm.

ANMERKUNG Rührkugeln werden nur benötigt, wenn nass vermischte und anschließend getrocknete Proben verwendet werden.

4.8 Kunststoffflaschen, verschließbar, Nennvolumen 25 ml.

ANMERKUNG Kunststoffflaschen werden nur benötigt, wenn nass vermischte und anschließend getrocknete Proben verwendet werden.

5 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, sind nur Reagenzien analytischer Reinheit zu verwenden.

5.1 Hochwiderstands-Kohlenstoffelektroden oder **Graphitelektroden**, spektralrein, spitzenförmige oder elliptische Gegenelektrode (Kathode), napfförmige Trägerelektrode (Anode) mit Auskehlung oder Verjüngung.

5.2 Kalibrierproben mit definierten Massenanteilen an Spuren, vorzugsweise zertifizierte Referenzmaterialien (ZRM).

ANMERKUNG Für z. B. Siliciumnitrid, Siliciumcarbid, Borcarbid ist zertifiziertes Referenzmaterial verfügbar für Haupt-, Neben- und Spurenbestandteile. Eine Zusammenstellung von zertifizierten Referenzmaterialien ist im Anhang E gegeben.

5.3 Sauerstoff mit einer Reinheit $\geq 99,99$ % (Volumenanteile).

5.4 Argon mit einer Reinheit $\geq 99,99$ % (Volumenanteile).

6 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Probenahme muss so erfolgen, dass die zu prüfende Probe repräsentativ für die Gesamt-Materialmenge ist, z. B. nach ISO 5022 [13], ISO 8656-1 [14], EN ISO 21068-1 [15]; diese Liste ist jedoch nicht vollständig.

Ist der Trockenzustand der Probe nicht sichergestellt, ist die Probe bei (110 ± 10) °C bis zur Massenkonzanz (Schwankung $< 0,5$ %) zu trocknen. Die Probe ist anschließend im Exsikkator auf Raumtemperatur abzukühlen und darin aufzubewahren.

ANMERKUNG Eine Trocknung über 2 h ist gewöhnlich ausreichend.

Die Teilchengröße des Probenmaterials muss ≤ 160 µm sein. Gegebenenfalls ist die Probe zu zerkleinern und bei Bedarf zu homogenisieren. Es ist ein dem Analysenziel entsprechendes Zerkleinerungsgerät auszuwählen.