

Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen

Teil 2: Silicium(IV)-oxid und/oder Aluminiumoxid enthaltende
Erzeugnisse (Naßchemisches Verfahren)
Deutsche Fassung EN 955-2 : 1995

DIN
EN 955-2

ICS 81.080

Deskriptoren: Chemische Analyse, feuerfestes Erzeugnis, Siliciumoxid,
Aluminiumoxid, Materialprüfung

Chemical analysis of refractory products —
Part 2: Products containing silica and/or alumina (wet method);
German version EN 955-2 : 1995

Analyse chimique des produits réfractaires —
Partie 2: Produits contenant de la silice et/ou de l'alumine
(méthode par voie humide);
Version allemande EN 955-2 : 1995

Ersatz für
DIN 51070-1 : 1966-02
bis DIN 51070-8 : 1966-02
und
DIN 51077-1 : 1972-04
bis DIN 51077-3 : 1972-04,
teilweise Ersatz für
DIN 51081 : 1979-07

Die Europäische Norm EN 955-2 : 1995 hat den Status einer Deutschen Norm.

Nationales Vorwort

Die Europäische Norm EN 955-2 ist im Komitee CEN/TC 187 "Feuerfeste Erzeugnisse und Werkstoffe" ausgearbeitet worden. Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuß NMP 261 "Chemische Analyse von oxidischen Roh- und Werkstoffen" des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) verantwortlich.

Änderungen

Gegenüber den im Ersatzvermerk genannten Normen wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Inhalte vollständig überarbeitet.
- b) Anwendungsbereich gegenüber DIN 51081 : 1979-07 auf Silicium(IV)-oxid und/oder Aluminiumoxid enthaltende Erzeugnisse eingeschränkt.

Frühere Ausgaben

DIN 51070: 1957-04	DIN 51070-9: 1966-02
DIN 51070-1: 1966-02	DIN 51071: 1957-05
DIN 51070-2: 1966-02	DIN 51077-1: 1972-04
DIN 51070-3: 1966-02	DIN 51077-2: 1972-04
DIN 51070-4: 1966-02	DIN 51077-3: 1972-04
DIN 51070-5: 1966-02	DIN 51081: 1979-07
DIN 51070-6: 1966-02	
DIN 51070-7: 1966-02	
DIN 51070-8: 1966-02	

Fortsetzung 12 Seiten EN

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

ICS 81.080

Deskriptoren: Feuerfeste Erzeugnisse, Siliciumdioxid, Aluminiumoxid, chemische Analyse, Gehaltsbestimmung, naß-chemisches Verfahren, Arbeitsablauf

Deutsche Fassung

Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen

**Teil 2: Silicium(IV)-oxid und/oder Aluminiumoxid enthaltende Erzeugnisse
(Naßchemisches Verfahren)**

Chemical analysis of refractory products —
Part 2: Products containing silica and/or
alumina (wet method)

Analyse chimique des produits réfractaires —
Partie 2: Produits contenant de la silice
et/ou l'alumine (méthode par voie humide)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1995-01-17 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 Zentralsekretariat 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 Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	2	9 Bestimmung von Calciumoxid, Magnesiumoxid und der Alkalien	8
1 Anwendungsbereich	2	10 Direkte Bestimmung von Aluminiumoxid in Silika-Erzeugnissen	10
2 Definitionen	2	11 Direkte Bestimmung von Aluminiumoxid in Alumosilicaten und in aluminiumoxidreichen Erzeugnissen	10
3 Probenvorbereitung	2	12 Angabe der Ergebnisse	11
4 Reagenzien	3	13 Prüfbericht	11
5 Geräte	5	Anhang A (normativ) Kalibrierungen	12
6 Bestimmung des Glühverlustes	5		
7 Aufschluß der Probe	6		
8 Bestimmung von Silicium(IV)-oxid, Aluminiumoxid und der Oxide von Eisen, Titan, Mangan und Phosphor	6		

Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 187 "Feuerfeste Erzeugnisse und Werkstoffe" erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI betreut wird.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 1995, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 1995 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind folgende Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und das Vereinigte Königreich.

EN 955 "Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen" besteht aus den folgenden Teilen:

Teil 1: Magnesit und Dolomit¹⁾

Teil 2: Silicium(IV)-oxid und/oder Aluminiumoxid enthaltende Erzeugnisse (Naßchemisches Verfahren)

Teil 3: Chromhaltige Erzeugnisse (Naßchemisches Verfahren)

Teil 5: RFA an Schmelzaufschlüssen

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von EN 955 beschreibt Verfahren zur chemischen Analyse von feuerfesten Erzeugnissen, die vorwiegend Silicium(IV)-oxid (SiO_2) und/oder Aluminiumoxid (Al_2O_3) enthalten, bei Anwendung naßchemischer Verfahren.

Anhang A enthält die mit den Prüfverfahren verbundenen Anforderungen an die Gerätekalibrierung.

2 Definitionen

Für die Anwendung dieses Teiles von EN 955 gelten die folgenden Definitionen:

2.1 Silika-Erzeugnis

Feuerfestes Erzeugnis mit einem Massenanteil an Silicium(IV)-oxid $\geq 93\%$.

2.2 Alumosilicat-Erzeugnis

Feuerfestes Erzeugnis mit einem Massenanteil an Aluminiumoxid von 7% bis 45%, Rest überwiegend Silicium(IV)-oxid.

2.3 Aluminiumoxidreiches Erzeugnis

Feuerfestes Erzeugnis mit einem Massenanteil an Aluminiumoxid von $\geq 45\%$, Rest überwiegend Silicium(IV)-oxid.

3 Probenvorbereitung

Silika- und Alumosilicat-Werkstoffe sind entweder in Achat-, Borcarbid- oder Eisenmörsern zu zerkleinern. Im letzteren Fall muß eine Eisenverunreinigung durch Behandlung mit einem Magneten entfernt werden.

Aluminiumoxidreiche Werkstoffe müssen entweder in Korund-, Borcarbid-, Wolframcarbid- oder Eisenmörsern zerkleinert werden. Im letzteren Fall ist eine Eisenverunreinigung durch Behandlung mit einem Magneten zu entfernen.

Es kann notwendig sein, eine Probe mit mehr als einem Verfahren vorzubereiten.

ANMERKUNG 1: Die Hauptanalyse kann z.B. an der in Eisen zerkleinerten Probe durchgeführt werden, während an der in Achat oder Korund zerkleinerten Probe eine Eisen(III)-oxid-Bestimmung vorgenommen wird und die Analysenergebnisse dann auf den letzteren Eisengehalt umgerechnet werden. Eingeschlepptes metallisches Eisen wird durch die Wärmebehandlung während der Bestimmung des Glühverlustes zu dreiwertigem Eisen oxidiert, wobei davon ausgegangen wird, daß dies vollständig geschieht. Die Korrektur sollte mittels der Differenz der Gehalte an Eisen(III)-oxid der beiden Proben erfolgen, angegeben als metallisches Eisen, dem Zustand, in dem es bei der Einwaage der Probe vorliegt.

Die Analysenprobe ist so zu zerkleinern, daß sie vollständig ein 125- μm -Sieb passiert.

ANMERKUNG 2: Es ist vorzugsweise ein nichtmetallisches Sieb zu verwenden (z.B. Nylon-Sieb-gewebe).

¹⁾ Dieses Dokument ist z.Z. prEN 30058, wird voraussichtlich EN 955-1.

4 Reagenzien

4.1 Allgemeines

Alle Reagenzien müssen analytisch rein sein und während der gesamten Analyse ist destilliertes oder entionisiertes Wasser zu verwenden.

4.2 Feste Reagenzien

4.2.1 Borsäure

4.2.2 Calcein-Indikator (Mischung)

Durch Verreiben werden 0,1 g Calcein, 0,06 g Thymolphthalein und 10 g Kaliumchlorid gemischt.

4.2.3 Aufschlußmischung

Es werden gleiche molare Anteile von wasserfreiem Kalium- und Natriumcarbonat gemischt.

4.2.4 Methylthymolblau-Komplexon-Indikator

Durch Verreiben werden 0,2 g Methylthymolblau-Komplexon und 20 g Kaliumnitrat gemischt.

4.2.5 Kaliumperiodat

4.2.6 Kaliumpyrosulfat

4.2.7 Silicium(IV)-oxid

Quarz oder Sand mit einem Massenanteil größer als 99 %.

4.2.8 Natriumcarbonat (wasserfrei)

4.2.9 Polyethylenoxid

4.2.10 Filter-Beschleunigertablette oder eingeweichtes Filterpapier

4.3 Lösungen

4.3.1 Essigsäure (Eisessig)

4.3.2 Essigsäure-Lösung (1+1)

250 ml Essigsäure (4.3.1) werden zu 250 ml Wasser gegeben und gemischt.

4.3.3 Ammoniak-Lösung

Dichte = 0,88 g/ml

4.3.4 Verdünnte Ammoniak-Lösung (1+1)

500 ml Ammoniak-Lösung (4.3.3) werden zu 500 ml Wasser gegeben und gemischt.

4.3.5 Ammoniumacetat (400-g/l-Lösung)

570 ml Essigsäure (4.3.1) werden mit Wasser auf 1700 ml verdünnt, vorsichtig mit 570 ml Ammoniak-Lösung (4.3.3) versetzt und gemischt. Entweder mit Essigsäure oder Ammoniak-Lösung wird ein pH-Wert von 6,4 bis 6,8 eingestellt.

4.3.6 Ammoniumacetat (100-g/l-Lösung)

250 ml Ammoniumacetat (4.3.5) werden auf 1 l verdünnt.

4.3.7 Ammoniumacetat-Pufferlösung

120 ml Essigsäure (4.3.1) werden zu 500 ml Wasser gegeben und anschließend mit 74 ml Ammoniak-Lösung (4.3.3) versetzt. Dann wird auf 1 l verdünnt und gemischt.

4.3.8 Ammoniummolybdat (80-g/l-Lösung)

80 g Ammoniummolybdat werden in Wasser gelöst, gegebenenfalls filtriert, auf 1 l verdünnt und in einer Polyethylenflasche aufbewahrt. Die Lösung ist nach 4 Wochen zu verwerfen oder früher, falls ein bemerkenswerter Bodensatz beobachtet wird.

4.3.9 Ammoniumvanadat (2,5-g/l-Lösung)

1,25 g Ammoniumvanadat werden in Wasser gelöst und zu 500 ml verdünnt.

4.3.10 Bromphenolblau (1-g/l-Lösung)

0,1 g Bromphenolblau werden mit 1,5 ml Natriumhydroxid-Lösung (4 g/l) verrieben, auf 100 ml mit Wasser verdünnt und gemischt.

4.3.11 Chloroform, reinst DAB

4.3.12 Kupferron (60-g/l-Lösung)

3 g Kupferron werden in 50 ml Wasser gelöst und gegebenenfalls filtriert. Die Lösung ist bei Bedarf frisch herzustellen. Zur Vermeidung von Zersetzung wird das feste Reagenz in einer festverschlossenen Flasche zusammen mit einem Stück Ammoniumcarbonat aufbewahrt.

ANMERKUNG: Ist dieses Reagenz nicht in gutem Zustand, können während der Verwendung Braunfärbungen verschiedener Intensität auftreten, z. B. in 8.4. Solche Färbungen können die Bestimmung des Endpunktes der Titration stören.

4.3.13 2,4-Dinitrophenol (gesättigte Lösung)

1 g 2,4-Dinitrophenol wird in 100 ml heißem Wasser gelöst und nach dem Abkühlen filtriert.

4.3.14 Dithizon (0,25-g/l-Lösung)

0,0125 g Dithizon werden in 50 ml Ethanol (4.3.15) gelöst.

ANMERKUNG: Diese Lösung ist etwa 1 Woche haltbar.

4.3.15 Ethanol

(Lösung mit einem Volumenanteil von 95 %)

Industriealkohol

4.3.16 Salzsäure-Lösung

Dichte = 1,18 g/ml

4.3.17 Salzsäure-Lösung (1+1)

500 ml der Salzsäure-Lösung (4.3.16) werden zu 500 ml Wasser gegeben und gemischt.

4.3.18 Salzsäure-Lösung (1 + 4)

200 ml der Salzsäure-Lösung (4.3.16) werden zu 800 ml Wasser gegeben und gemischt.

4.3.19 Salzsäure-Lösung (1+19)

50 ml der Salzsäure-Lösung (4.3.16) werden zu 950 ml Wasser gegeben und gemischt.

4.3.20 Flußsäure-Lösung

Volumenanteil von etwa 40 %.

4.3.21 Wasserstoffperoxid (20-Volumenteile-Lösung)

4.3.22 Hydroxylammoniumchlorid-Lösung (100 g/l)

10 g Hydroxylammoniumchlorid werden in warmem Wasser gelöst, gegebenenfalls filtriert, abgekühlt und auf 100 ml verdünnt.

4.3.23 Salpetersäure

Dichte = 1,42 g/ml.

4.3.24 Salpetersäure-Lösung (1 + 2)

100 ml Salpetersäure (4.3.23) werden zu 200 ml Wasser gegeben und gemischt.

4.3.25 Salpetersäure-Lösung (1+19)

50 ml Salpetersäure (4.3.23) werden zu 950 ml Wasser gegeben und gemischt.