

DIN EN ISO 10058-2

ICS 81.080

Mit
DIN EN ISO 10058-1:2009-04
Ersatz für
DIN EN ISO 10058:1996-02

**Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen aus Magnesit und Dolomit (Alternative zur Röntgenfluoreszenzanalyse) –
Teil 2: Nasschemische Analyse (ISO 10058-2:2008);
Deutsche Fassung EN ISO 10058-2:2008**

Chemical analysis of magnesites and dolomites refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method) –

Part 2: Wet chemical analysis (ISO 10058-2:2008);

German version EN ISO 10058-2:2008

Analyse chimique des produits de magnésie et de dolomie (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) –

Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide (ISO 10058-2:2008);

Version allemande EN ISO 10058-2:2008

Gesamtumfang 27 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 33 „Refractories“ erarbeitet und vom CEN/TC 187 „Feuerfeste Erzeugnisse und Werkstoffe“, dessen Sekretariat vom BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird, als EN ISO 10058-2:2008 übernommen.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-02-61 AA „Chemische Analyse von oxidischen 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 10058-1 siehe DIN EN ISO 10058-1
ISO 10058-3 siehe DIN EN ISO 10058-3
ISO 26845 siehe DIN EN ISO 26845

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 10058:1996-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anwendungsbereich auf traditionelle nasschemische Verfahren der chemischen Analyse für feuerfeste Erzeugnisse und Rohstoffe aus Magnesit und Dolomit beschränkt;
- b) Bestimmung von Lithiumoxid aus Anwendungsbereich gestrichen;
- c) Inhalt vollständig unter Berücksichtigung des neuesten Standes der chemischen Analytik überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 51073-1: 1967-10
DIN 51073-2: 1967-10
DIN 51073-3: 1967-10, 1969-05
DIN 51073-4: 1967-10
DIN 51073-7: 1967-10
DIN 51073-8: 1967-10
DIN EN ISO 10058: 1996-02

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 10058-1, *Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen aus Magnesit und Dolomit (Alternative zur Röntgenfluoreszenzanalyse) — Teil 1: Geräte, Reagenzien, Aufschluss und gravimetrische Bestimmung von Silicium(IV)-oxid*

DIN EN ISO 10058-3, *Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen aus Magnesit und Dolomit (Alternative zur Röntgenfluoreszenzanalyse) — Teil 3: Flammenatomabsorptionsspektroskopie (FAAS) und Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES)*

DIN EN ISO 26845, *Chemische Analyse feuerfester Erzeugnisse — Allgemeine Anforderungen an die nasschemische Analyse, Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)-Verfahren, Atomemissionsspektrometrie mit Anregung durch ein induktiv gekoppeltes Plasma (ICP-AES)*

Deutsche Fassung

**Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen aus Magnesit
und Dolomit (Alternative zur Röntgenfluoreszenzanalyse) —
Teil 2: Nasschemische Analyse (ISO 10058-2:2008)**

Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory
products (alternative to the X-ray fluorescence method) —
Part 2: Wet chemical analysis (ISO 10058-2:2008)

Analyse chimique des produits de magnésie et de dolomie
(méthode alternative à la méthode par fluorescence
de rayons X) —
Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide
(ISO 10058-2:2008)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 1. November 2008 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 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, 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: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Bestimmung von Silicium(IV)-oxid	5
4 Bestimmung von Aluminiumoxid	8
5 Bestimmung des Eisen(III)-oxids	9
6 Bestimmung von Titan(IV)-oxid	11
7 Bestimmung von Mangan(II)-oxid	12
8 Bestimmung von Calciumoxid	13
9 Bestimmung von Magnesiumoxid	14
10 Bestimmung von Natriumoxid mittels Flammenphotometrie	15
11 Bestimmung von Kaliumoxid mittels Flammenphotometrie	17
12 Bestimmung von Chrom(III)-oxid	18
13 Bestimmung von Zirkoniumoxid durch Absorptionsspektroskopie mit Xylenolorange	22
14 Bestimmung von Phosphor(V)-oxid nach dem Molybdänblau-Verfahren	23
15 Prüfbericht	25

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 10058-2:2008) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 33 „Refractories“ in Zusammenarbeit mit dem 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 Juni 2009, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Juni 2009 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.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 10058:1996.

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, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

EN ISO 10058, *Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen aus Magnesit und Dolomit (Alternative zur Röntgenfluoreszenzanalyse)* besteht aus drei Teilen:

- *Teil 1: Geräte, Reagenzien, Aufschluss und gravimetrische Bestimmung von Silicium(IV)-oxid*
- *Teil 2: Nasschemische Analyse*
- *Teil 3: Flammenatomabsorptionsspektrophotometrie (FAAS) und Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES)*

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 10058-2:2008 wurde vom CEN als EN ISO 10058-2:2008 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 10058 legt die traditionellen (nasschemischen) Verfahren der chemischen Analyse für feuerfeste Erzeugnisse und Rohstoffe aus Magnesit und Dolomit.

Dieser Teil von ISO 10058 gilt für die nach Tabelle 1 angegebenen Bestandteile und Bestimmungsbereiche.

Tabelle 1 — Bestimmungsbereiche

Bestandteil	Bereich Massenanteil in %	Bestandteil	Bereich Massenanteil in %
SiO ₂	0,1 bis 10	MgO	30 bis 99,9
Al ₂ O ₃	0,05 bis 10	Na ₂ O	0,01 bis 1
Fe ₂ O ₃	0,01 bis 10	K ₂ O	0,01 bis 1
TiO ₂	0,01 bis 1	Cr ₂ O ₃	0,01 bis 3
MnO	0,01 bis 1	ZrO ₂	0,01 bis 1
CaO	0,01 bis 60	P ₂ O ₅	0,01 bis 5
LOI	0,01 bis 60	—	—
ANMERKUNG Die angegebenen Werte sind bezogen auf den Zustand nach der Bestimmung des Glühverlustes (LOI).			

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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).

ISO 10058-1:2008, *Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 1: Apparatus, reagents, dissolution and determination of gravimetric silica*

ISO 10058-3:2008, *Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 3: Flame atomic absorption spectrophotometry (FAAS) and inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-AES)*

ISO 26845, *Chemical analysis for refractories — General requirements for wet chemical analysis, atomic absorption spectrophotometry (AAS) and inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-AES) methods*

3 Bestimmung von Silicium(IV)-oxid

3.1 Allgemeines

Zur Bestimmung von Silicium(IV)-oxid wird eines der folgenden Verfahren angewendet:

- a) kombinierte Anwendung des Dehydratisierungs- oder Koagulationsverfahrens und des Molybdänblau-Verfahrens:

Dieses Verfahren wird auf Proben angewendet, die mehr als 4 % Massenanteil Silicium(IV)-oxid enthalten (siehe 3.2);

- b) Molybdänblau-Verfahren:

Dieses Verfahren wird auf Proben angewendet, die weniger als 10 % Massenanteil Silicium(IV)-oxid enthalten (siehe 3.3).

3.2 Kombinierte Anwendung des Koagulations- und Molybdänblau-Verfahrens

3.2.1 Kurzbeschreibung

Eine aliquote Menge der Stammlösung (S1) (siehe ISO 10058-1:2008, Anhang A) wird nach Einstellung des pH-Wertes mit Ammoniummolybdat behandelt; das Silicomolybdat wird zu Molybdänblau reduziert und das Absorptionsvermögen gemessen.

Die Summe dieses in Lösung verbleibenden restlichen Silicium(IV)-oxids plus der Masse des nach ISO 10058-1:2008, 8.2.2.3.3, aus $(m_1 - m_2)$ bestimmten Silicium(IV)-oxids ergibt den Gesamtgehalt an Silicium(IV)-oxid.

3.2.2 Durchführung

Mit dieser Bestimmung sollte rasch nach Herstellung der Stammlösung (S1) begonnen werden, da nach längerem Stehen der Lösung eine Polymerisation des Silicium(IV)-oxids auftreten kann, die zu niedrigeren Ergebnissen führt.

10 ml der Stammlösung (S1) (siehe ISO 10058-1:2008, Anhang A) sind in einen 100-ml-Becher aus Kunststoff zu überführen, 2 ml Fluorwasserstoffsäure (1 + 9) hinzuzufügen, dann ist mit einem Kunststoffstab zu mischen. Die Lösung ist 10 min stehen zu lassen, dann sind 50 ml Borsäurelösung hinzuzufügen. 2 ml Ammoniummolybdat-Lösung sind unter Schütteln bei einer Temperatur von 25 °C hinzuzugeben, und es ist wieder 10 min stehen zu lassen. Unter Rühren sind 5 ml L(+)-Tartarsäurelösung und nach 1 min 2 ml L(+)-Ascorbinsäurelösung hinzuzufügen. Die Lösung ist in einen 100-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen, zu mischen und 60 min stehen zu lassen.

Das Absorptionsvermögen der Lösung ist in einer 10-mm-Küvette bei einer Wellenlänge von 650 nm gegen Wasser als Referenz zu messen.

3.2.3 Aufstellen der Kalibrierkurve

Aliquote Mengen (0 mg bis 0,4 mg, als Silicium(IV)-oxid) der verdünnten Silicium(IV)-oxid-Standardlösung (SiO_2 : 0,04 mg/ml) von 0 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml und 10 ml sind in je einen 100-ml-Becher aus Kunststoff zu überführen, und in jeden Becher sind 10 ml der Blindwertlösung (B1) (siehe ISO 10058-1:2008, Anhang A) zu geben. Für jede einzelne Lösung ist für die Durchführung und Messung des Absorptionsvermögens nach 3.2.2 vorzugehen; das Absorptionsvermögen ist über der Masse des Silicium(IV)-oxids graphisch darzustellen. Die Kalibrierkurve ist zu erstellen, indem die Kurve so verschoben wird, dass sie durch den Ursprung verläuft.

3.2.4 Blindwertversuch

Unter Verwendung der Blindwertlösung (B1) (siehe ISO 10058-1:2008, Anhang A) ist nach 3.2.2 vorzugehen.

3.2.5 Berechnung

Der Massenanteil an Silicium(IV)-oxids, $w(\text{SiO}_2)$, angegeben in Prozent, ist nach Gleichung (1) mit den Werten für das Absorptionsvermögen, die nach 3.2.2 und 3.2.4 ermittelt wurden, sowie mit Hilfe der nach 3.2.3 aufgestellten Kalibrierkurve zu berechnen.

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2) + (m_s - m_b) \times \frac{250}{10}}{m} \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

- m_1 die Masse nach ISO 10058-1:2008, 8.2.2.3.3, in Gramm (g);
- m_2 die Masse nach ISO 10058-1:2008, 8.2.2.3.3, in Gramm (g);
- m_s die Masse des Silicium(IV)-oxids im aliquoten Anteil der Stammlösung (S1), sofern zutreffend, in Gramm (g);
- m_b die Masse des Silicium(IV)-oxids im aliquoten Anteil der Blindwertlösung (B1), sofern zutreffend, in Gramm (g);
- m die Proben-Einwaage nach ISO 10058-1:2008, 8.2.2.3.1, in Gramm (g).

3.3 Molybdänblau-Verfahren

3.3.1 Kurzbeschreibung

Eine aliquote Menge der Stammlösung (S'1) (siehe ISO 10058-1:2008, Anhang A) wird nach Einstellung des pH-Wertes mit Ammoniummolybdat behandelt; Silicomolybdat wird zu Molybdänblau reduziert und das Absorptionsvermögen gemessen.

3.3.2 Durchführung

Eine aliquote Menge der Stammlösung (S'1) (siehe ISO 10058-1:2008, Anhang A) ist in zwei 100-ml-Becher aus Kunststoff exakt zu überführen, in jeden Becher ist eine aliquote Menge Blindwertlösung (B'1) (siehe ISO 10058-1:2008, Anhang A) zu geben. Jedem Becher sind 2 ml Fluorwasserstoffsäure (1 + 9) hinzuzufügen, es ist mit einem Kunststoffstab zu mischen und die Lösung 10 min stehen zu lassen. Danach sind 50 ml Borsäurelösung hinzuzufügen, und es ist mit Wasser auf 80 ml zu verdünnen. 5 ml Ammoniummolybdat-Lösung sind unter Schütteln bei einer Temperatur von 25 °C hinzuzugeben; dann ist die Lösung wieder 10 min stehen zu lassen. Nun sind unter Rühren 5 ml L(+)-Tartarsäurelösung und nach 1 min 10 ml L(+)-Ascorbinsäurelösung hinzuzufügen. Jede Lösung ist in einen 200-ml-Messkolben zu überführen, bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen und zu mischen. Die Lösungen sind 60 min stehen zu lassen; das Absorptionsvermögen der Lösungen ist in einer 10 mm-Küvette bei einer Wellenlänge von 650 nm gegen Wasser als Referenz zu messen. Aus den beiden Messungen ist der Mittelwert zu verwenden.

ANMERKUNG In Tabelle 2 werden aliquote Volumina der Stammlösung (S'1) und der Blindwertlösung (B'1) gezeigt, die dem Massenanteil an Silicium(IV)-oxid in der Probe entsprechen.

Wenn die Differenz der beiden Messungen des Absorptionsvermögens mehr als 0,005 beträgt, muss das Verfahren nach 3.3.2 und ISO 10058-1:2008, 8.2.3.3, erneut durchgeführt werden. Wenn Messungen für dieselbe Probe mit einem Absorptionsvermögen von etwa 1,0 wiederholt werden, ist es notwendig, dass das Spektrophotometer Differenzen auf 0,002 anzeigen kann.

Tabelle 2 — Aliquote Anteile der Stammlösung (S'1) und der Blindwertlösung (B'1)

Massenanteil an Silicium(IV)-oxid %	Aliquotes Volumen der Stammlösung (S'1) ml	Aliquotes Volumen der Blindwertlösung (B'1) ml
< 2	20	0
≥ 2, < 4	10	10
≥ 4, ≤ 10	5	15

3.3.3 Blindwertversuch

Unter Verwendung der Blindwertlösung (B1) (siehe ISO 10058-1:2008, Anhang A) ist nach 3.2.2 vorzugehen. Es sind gleiche Volumina für die aliquoten Anteile der Blindwertlösung und der entsprechenden Stammlösung anzuwenden.

3.3.4 Aufstellen der Kalibrierkurve

Aliquote Mengen (0 mg bis 1 mg, als Silicium(IV)-oxid) der verdünnten Silicium(IV)-oxid-Standardlösung (SiO₂: 0,04 mg/ml) von 0 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml und 25 ml sind in je einen 100-ml-Becher aus Kunststoff zu überführen, und in jeden Becher sind 20 ml der Blindwertlösung (B'1) (siehe ISO 10058-1:2008, Anhang A) zu geben. Für die einzelnen Lösungen sind die Durchführung und die Messung des Absorptionsvermögens in Übereinstimmung mit dem in 3.3.2 beschriebenen Ablauf ab Zugabe der Fluorwasserstoffsäure (1 + 9) anzuwenden. Das Absorptionsvermögen ist über der Masse des Silicium(IV)-oxids graphisch darzustellen, und die Kalibrierkurve ist zu erstellen, indem die Kurve so verschoben wird, dass sie durch den Ursprung verläuft.

3.3.5 Berechnung

Der Massenanteil an Silicium(IV)-oxids, $w(\text{SiO}_2)$, angegeben in Prozent, ist nach Gleichung (2) mit der Menge des Silicium(IV)-oxids, die bei den Messungen des Absorptionsvermögens nach 3.3.2 und 3.3.3 sowie mit Hilfe der nach 3.3.4 aufgestellten Kalibrierkurve ermittelt wurde, zu berechnen.

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_s - m_b)}{m} \times \frac{250}{V} \times 100 \quad (2)$$

Dabei ist

- m_s die Masse des Silicium(IV)-oxids im aliquoten Anteil der Stammlösung (S'1), in Gramm (g);
- m_b die Masse des Silicium(IV)-oxids im aliquoten Anteil der Blindwertlösung (B'1), in Gramm (g);
- V der aliquote Anteil des Volumens der Stammlösung (S'1), in Milliliter (ml);
- m die Proben-Einwaage nach ISO 10058-1:2008, 8.2.3.3, in Gramm (g).