

DIN EN ISO 20565-1

ICS 71.040.40; 81.080

Ersatzvermerk
siehe unten

**Chemische Analyse von chromhaltigen feuerfesten Erzeugnissen und
chromhaltigen Rohstoffen
(Alternative zum Röntgenfluoreszenzverfahren) –
Teil 1: Geräte, Reagenzien, Aufschluss und gravimetrische Bestimmung
von Silicium(IV)-oxid (ISO 20565-1:2008);
Deutsche Fassung EN ISO 20565-1:2008**

Chemical analysis of chrome-bearing refractory products and chrome-bearing
raw materials (alternative to the X-ray fluorescence method) –
Part 1: Apparatus, reagents, dissolution and determination of gravimetric silica
(ISO 20565-1:2008);

German version EN ISO 20565-1:2008

Analyse chimique des produits réfractaires contenant du chrome et
des matières premières contenant du chrome
(méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) –
Partie 1: Appareillage, réactifs, mise en solution et détermination de
la teneur en silice par gravimétrie (ISO 20565-1:2008)
Version allemande EN ISO 20565-1:2008

Ersatzvermerk

Mit DIN EN ISO 20565-2:2009-06 und DIN EN ISO 20565-3:2009-06 Ersatz für DIN 51074-1:1971-08,
DIN 51074-2:1971-08, DIN 51074-3:1971-08 und DIN 51074-4:1971-08

Gesamtumfang 28 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 20565-1:2008) 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 20565-1 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 12677 siehe DIN EN ISO 12677

ISO 26845 siehe DIN EN ISO 26845

Änderungen

Gegenüber DIN 51074-1:1971-08, DIN 51074-2:1971-08, DIN 51074-3:1971-08 und DIN 51074-4:1971-08, wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Die Inhalte wurden vollständig unter Berücksichtigung des neuesten Standes der chemischen Analytik überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 51074-1: 1971-08

DIN 51074-2: 1971-08

DIN 51074-3: 1971-08

DIN 51074-4: 1971-08

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 12677, *Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen durch Röntgenfluoreszenz — Schmelzaufschluss-Verfahren*

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 chromhaltigen feuerfesten
Erzeugnissen und chromhaltigen Rohstoffen (Alternative zum
Röntgenfluoreszenzverfahren) —
Teil 1: Geräte, Reagenzien, Aufschluss und gravimetrische
Bestimmung von Silicium(IV)-oxid
(ISO 20565-1:2008)

Chemical analysis of chrome-bearing refractory products
and chrome-bearing raw materials (alternative to the X-ray
fluorescence method) —
Part 1: Apparatus, reagents, dissolution and determination
of gravimetric silica
(ISO 20565-1:2008)

Analyse chimique des produits réfractaires contenant du
chrome et des matières premières contenant du chrome
(méthode alternative à la méthode par fluorescence de
rayons X) —
Partie 1: Appareillage, réactifs, mise en solution et
détermination de la teneur en silice par gravimétrie
(ISO 20565-1:2008)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 8. 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: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Geräte	5
5 Reagenzien	6
5.1 Stammreagenzien	6
5.2 Indikatoren	8
5.3 Standardlösungen	9
6 Probenvorbereitung	15
7 Grundlegende Verfahrensweise	15
8 Bestimmung des Glühverlustes (gravimetrisch)	15
9 Aufschluss der Probe und Herstellung von Lösungen für die Analyse	16
9.1 Allgemeine Aufschlussverfahren	16
9.2 Auflösungsverfahren durch Schmelzen	16
9.3 Verfahren zum Auflösen der Probe durch Einwirken von Fluorwasserstoffsäure	18
9.4 Verfahren zur Trennung durch Ionenaustausch	21
10 Berechnung und Angabe der Prüfergebnisse	24
11 Untersuchung und Anpassung der Prüfergebnisse	24
12 Prüfbericht	24
Anhang A (informativ) Verweisungen für Stammlösungen und Blindwertlösungen in ISO 20565-1:2008	25
Literaturhinweise	26

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 20565-1:2008) 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.

EN ISO 20565, *Chemische Analyse von chromhaltigen feuerfesten Erzeugnissen und chromhaltigen Rohstoffen (Alternative zum Röntgenfluoreszenzverfahren)* besteht aus drei Teilen:

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

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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 20565-1:2008 wurde vom CEN als EN ISO 20565-1:2008 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 20565 legt Verfahren zur chemische Analyse von chromhaltigen feuerfesten Erzeugnissen und Rohstoffen fest, indem traditionelle (nasschemische) Verfahren, die Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) und die Flammenatomabsorptionsspektrometrie (FAAS) verwendet werden. Er umfasst Geräte, Reagenzien, Aufschlussverfahren und die gravimetrische Bestimmung von Silicium(IV)-oxid.

Dieser Teil von ISO 20565 gilt für die nach Tabelle 1 angegebenen Bestimmungsbereiche.

ISO 20565 stellt Alternativen zur Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) nach ISO 12677 dar.

Tabelle 1 — Bestimmungsbereiche

Bestandteil	Bereich % Massenanteil	Bestandteil	Bereich % Massenanteil
SiO ₂	0,5 bis 10	Na ₂ O	0,01 bis 1
Al ₂ O ₃	2 bis 30	K ₂ O	0,01 bis 1
Fe ₂ O ₃	0,5 bis 25	Cr ₂ O ₃	2 bis 60
TiO ₂	0,01 bis 1	ZrO ₂	0,01 bis 0,5
MnO	0,01 bis 1	P ₂ O ₅	0,01 bis 5
CaO	0,01 bis 3	LOI	–0,5 bis 5
MgO	15 bis 85	—	—

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 6353-1, *Reagents for chemical analysis — Part 1: General test methods*

ISO 6353-2, *Reagents for chemical analysis — Part 2: Specifications — First series*

ISO 6353-3, *Reagents for chemical analysis — Part 3: Specifications — Second series*

ISO 26845:2008, *Chemical analysis for refractories — General requirements for wet chemical analysis, atomic absorption spectrometry (AAS) and inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-AES) methods*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 26845.

4 Geräte

Es sind übliche Laborgeräte sowie die folgenden Geräte zu verwenden.

ANMERKUNG Weitere Geräte werden in ISO 26845 festgelegt.

4.1 Becher aus Polytetrafluorethylen, 200 ml:

Der Becher ist mindestens 2 h in Salpetersäure zu erhitzen und in Wasser zu waschen.

Anstelle eines Bechers aus Polytetrafluorethylen darf auch eine 150-ml-Platinschale verwendet werden.

4.2 Messkolben, 100 ml, aus den für die jeweiligen Lösungen geeigneten Kunststoffen, kalibriert auf folgende Weise:

Der Kolben aus Kunststoff ist auszuwaschen, umzudrehen und zum Trocken auf natürliche Weise stehen zu lassen, oder er ist mit Wasser, Ethanol und Diethylether zu waschen und durch Ausblasen mit Luft zu trocknen. Aus einem Blatt Millimeterpapier (1 mm²) ist ein Streifen auszuschneiden, der 20 Teilstriche umfasst; dieser Streifen ist an der Markierungslinie auf dem Kolben so anzubringen, dass die Linie mit der Mittellinie des Millimeterpapiers übereinstimmt. Der Kolben ist auf 1 mg zu wägen.

In den Kolben ist Wasser (von etwa Raumtemperatur) bis zum unteren Ende (B) des Streifens einzufüllen, und der Kolben ist wieder zu wägen. Dann ist Wasser bis zum oberen Ende (A) des Streifens einzufüllen, und der Kolben ist erneut zu wägen. Die Wassertemperatur (in Grad Celsius), die Raumtemperatur (in Grad Celsius) sowie der atmosphärische Druck (in Kilopascal) sind separat zu messen. Nach Gleichung (1) ist die korrekte Markierungslinie S zu bestimmen (d. h. die Anzahl der Teilstriche sind vom unteren Ende (B) des Millimeterpapiers zu zählen).

$$S = \left[\frac{1\,000\,000 - (m + m_{\text{E}}) - m_{\text{B}}}{f} \right] \cdot \frac{m_{\text{A}} - m_{\text{B}}}{20} \quad (1)$$

Dabei ist

m_{A} die Masse des Wassers bis zum oberen Ende (A) des Millimeterpapiers [d. h., (bei der zweiten Wägung ermittelte Masse) – (Masse des Erlenmeyerkolbens)], in Milligramm (mg):

$m_{\text{A}} = m_{\text{B}} + \text{Masse des Wassers zwischen A und B};$

m_{B} die Masse des Wassers bis zum unteren Ende (B) des Millimeterpapiers [d. h. (bei der ersten Wägung ermittelte Masse) – (Masse des Erlenmeyerkolbens)], in Milligramm (mg);

m der Korrektionswert für eine Raumtemperatur von 20 °C und einen atmosphärischen Druck von 101,325 kPa, in Milligramm (mg);

m_{E} der Korrektionswert für Abweichungen von einer Raumtemperatur von 20 °C und einem atmosphärischen Druck von 101,325 kPa. Er beträgt $\pm 4,0$ mg je ± 1 °C Raumtemperatur und $\pm 1,3$ mg je $\pm 0,133$ kPa atmosphärischen Druck, in Milligramm (mg);

f 100 ml (übliches Nennvolumen des zu kalibrierenden Kunststoff-Messkolbens).

Der Papierstreifen ist durch einen sauberen Streifen auszutauschen, der die berichtigte Markierungslinie enthält, die auf dem Kolben erzeugt wurde. Bei Einsatz dieses Kolbens ist die nach der obigen Beschreibung erhaltene neue Markierungslinie zu verwenden.

5 Reagenzien

Sofern nicht anders angegeben, sind zur Analyse nur Reagenzien des Reinheitsgrades „Zur Analyse“ sowie nur destilliertes Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit zu verwenden.

Die verwendeten Reagenzien müssen den Anforderungen nach ISO 6353-1, ISO 6353-2 bzw. ISO 6353-3 entsprechen. Im jeweils zutreffenden Abschnitt werden spezielle Anforderungen an die Reagenzien angegeben.

Es sind die Reagenzien nach ISO 26845 und die folgenden Reagenzien zu verwenden.

ANMERKUNG Wenn Lösungen mit (1 + 1) usw. angegeben sind, bedeutet dies Volumenanteile, sofern nichts anderes festgelegt wird.

5.1 Stammreagenzien

5.1.1 Essigsäure (ISO 6353-2, R 1), konzentriert, mindestens 99,7 % Massenanteil.

5.1.2 Aluminiumchlorid-Lösung, Al (25 mg/ml):

123,5 g Aluminiumchlorid sind in Wasser zu lösen und mit Wasser auf 1 l zu verdünnen.

5.1.3 Ammoniumchlorid

5.1.4 Ammoniak-Lösung (konzentriert) (ISO 6353-2, R 3), mindestens 25 % Massenanteil.

5.1.5 Ammoniak-Lösung (1 + 1):

1 Volumenteil Ammoniak-Lösung (konzentriert) (5.1.4) ist zu 1 Volumenteil Wasser hinzuzufügen.

5.1.6 Ammoniak-Lösung (1 + 9):

1 Volumenteil Ammoniak-Lösung (konzentriert) (5.1.4) ist zu 9 Volumenteilen Wasser hinzuzufügen.

5.1.7 Ammoniumacetat-Lösung, 200 g/l:

200 g Ammoniumacetat sind in Wasser zu lösen und mit Wasser auf 1 l zu verdünnen.

5.1.8 Ammoniummolybdat-Lösung, 20 g/l:

2 g Ammoniummolybdat-Tetrahydrat sind in 20 ml heißem Wasser zu lösen und gegebenenfalls zu filtrieren, die Lösung ist durch Zugabe von 60 ml Schwefelsäure (1 + 1) und Wasser auf 100 ml zu verdünnen.

5.1.9 L(+)-Ascorbinsäure-Lösung, 100 g/l:

10 g L(+)-Ascorbinsäure sind in Wasser zu lösen und auf 100 ml zu verdünnen. Diese Lösung ist dunkel und kühl aufzubewahren. Nach 2 Wochen ist sie zu verwerfen.

5.1.10 Borsäure-Lösung, 40 g/l:

40 g Borsäure sind in Wasser zu lösen und auf 1 l zu verdünnen.

5.1.11 Chloroform

5.1.12 Kupferron-Lösung, 60 g/l:

6 g Kupferron sind in 100 ml Wasser zu lösen und gegebenenfalls zu filtrieren. Diese Lösung ist frisch herzustellen, wenn sie benötigt wird. Das feste Reagens ist in einer fest verschlossenen Flasche zusammen mit einem Stück Ammoniumcarbonat aufzubewahren, um seine Zersetzung zu verhindern.

5.1.13 Diantipyrylmethan-Lösung (DAM), 10 g/l:

1 g Diantipyrylmethan-Monohydrat ist in 30 ml Salzsäure (1 + 50) zu lösen und mit Wasser auf 100 ml zu verdünnen.

5.1.14 Aufschlussmischung, gleiche molare Anteile von Natrium- und Kaliumcarbonaten sind zu mischen.

5.1.15 Hydraziniumdichlorid-Lösung, 150 g/l:

15 g Hydraziniumdichlorid sind in Wasser zu lösen und auf 100 ml zu verdünnen.

5.1.16 Salzsäure (konzentriert), (ISO 6353-2, R 13), 35 % Massenanteil.

5.1.17 Salzsäure (1 + 1):

1 Volumenteil Salzsäure (konzentriert) (5.1.16) ist zu 1 Volumenteil Wasser hinzuzufügen.

5.1.18 Salzsäure (1 + 50):

1 Volumenteil Salzsäure (konzentriert) (5.1.16) ist zu 50 Volumenteilen Wasser hinzuzufügen.

5.1.19 Fluorwasserstoffsäure (konzentriert), (ISO 6353-3, R 67), 40 % Massenanteil bis 42 % Massenanteil.

5.1.20 Fluorwasserstoffsäure (1 + 9):

1 Volumenteil Fluorwasserstoffsäure (konzentriert) (5.1.19) ist zu 9 Volumenteilen Wasser hinzuzufügen. Die Säure ist in einem Kunststoffgefäß aufzubewahren.

5.1.21 Hydroxylammoniumchlorid-Lösung, 100 g/l:

10 g Hydroxylammoniumchlorid sind in warmem Wasser zu lösen, gegebenenfalls zu filtrieren, abzukühlen und auf 100 ml zu verdünnen.

5.1.22 Kationen-Austauscherharzlösung, z. B. Amberlit LA-2-Harzlösung (1 + 4), hergestellt, indem 50 ml Harz zu 200 ml Chloroform hinzugefügt und gemischt werden.

Diese Mischung ist in einen 500-ml-Scheidetrichter zu überführen, 25 ml H₂SO₄ (1 + 9) sind hinzuzufügen, und für einige Sekunden ist zum Ausgleich des Drucks zu schütteln. Die organische Phase ist in einen 250-ml-Messzylinder abzulassen.

5.1.23 Salpetersäure (konzentriert), 70 % Massenanteil.

5.1.24 Salpetersäure (1 ♦ 1):

1 Volumenteil Salpetersäure (konzentriert) (5.1.23) ist zu 1 Volumenteil Wasser hinzuzufügen.

5.1.25 2,2',2''-Nitrilotriethanol (1 + 1):

Ein Volumenteil 2,2',2''-Nitrilotriethanol ist zu einem Volumenteil Wasser hinzuzufügen.