

DIN EN ISO 21068-2

ICS 81.080

Ersatzvermerk
siehe unten**Chemische Analyse von Siliciumcarbid enthaltenden Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen –****Teil 2: Bestimmung des Glühverlustes und Gehaltes an Gesamtkohlenstoff, freiem Kohlenstoff und Siliciumcarbid, des Gehaltes an gesamtem und freiem Silicium(IV)-oxid sowie an gesamtem und freiem Silicium (ISO 21068-2:2008);****Deutsche Fassung EN ISO 21068-2:2008**

Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and refractory products –
Part 2: Determination of loss on ignition, total carbon, free carbon and silicon carbide, total and free silica and total and free silicon (ISO 21068-2:2008);
German version EN ISO 21068-2:2008

Analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires contenant du carbure de silicium –
Partie 2: Détermination de la perte au feu, du carbone total, du carbone libre et du carbure de silicium, de la silice totale et libre, et du silicium total et libre (ISO 21068-2:2008);
Version allemande EN ISO 21068-2:2008

Ersatzvermerk

Mit DIN EN ISO 21068-1:2008-12 Ersatz für DIN 51075-1:1982-10, DIN 51075-2:1984-03, DIN 51075-3:1982-10, DIN 51075-4:1982-10, DIN 51075-5:1982-10 und DIN 51076-1:1991-04

Gesamtumfang 60 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 21068-2:2008) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 33 „Refractories“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 187 „Feuerfeste Erzeugnisse und Werkstoffe“, dessen Sekretariat vom BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird, erarbeitet.

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 5725-2	siehe DIN ISO 5725-2
ISO 9286	siehe DIN ISO 9286
ISO 10081-1	siehe DIN EN ISO 10081-1
ISO 10081-2	siehe DIN EN ISO 10081-2
ISO 10081-3	siehe DIN EN ISO 10081-3
ISO 21068-1	siehe DIN EN ISO 21068-1

Folgende Richtigstellungen wurden in der deutschen Sprachfassung gegenüber der englischen Referenzfassung vorgenommen:

- a) in 5.2.2.5 die richtige Formel für Bleiborat, $2 \text{PbO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3$ und in 5.3.1 richtige chemische Formel für Bariumperchlorat-Lösung, $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$, eingesetzt;
- b) Benennungen der Positionen 8, 9, 10 und 11 der Legende von Bild 3 in 5.3.2 korrigiert;
- c) Formelzeichen „w“ für Massenanteil ergänzt in Anmerkung von 6.4.1, erstem Satz von 6.4.4.5, im fünften Absatz von 6.5.1, in fünfter Zeile von c) in 6.5.1, in den Gleichungen (21), (22) und der vorletzten Zeile von 6.5.4 sowie in Gleichung (32);
- d) Formelzeichen „w“ für Massenanteil vor „ C_{gesamt} “ in 6.5.1 a), dritter Spiegelstrich, gestrichen;
- e) Bruchstrich ergänzt in erster Gleichung der Anmerkung von 6.5.2.4;
- f) Erklärungen zu Gleichungen (22) und (32) korrigiert („w“ und z. B. „Massenanteil an ...“, in Prozent“ ergänzt);
- g) Schreibweise der Gasbürette nach Hempel korrigiert (in englischer Fassung: Henpel);
- h) in 9.4.3.3 anstelle von „ $250 \text{ mg} \pm 0,000 1 \text{ g}$ “ in englischer Fassung Schreibweise „ $(250 \pm 0,1) \text{ mg}$ “ in deutscher Fassung benutzt;
- i) im Titel von 10.4 anstelle von „ SiO_2 “ präziser „ $\text{SiO}_{2\text{surf}}$ “ verwendet.

Änderungen

Gegenüber DIN 51075-1:1982-10, DIN 51075-2:1984-03, DIN 51075-3:1982-10, DIN 51075-4:1982-10, DIN 51075-5:1982-10 und DIN 51076-1:1991-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Festlegungen zur Probenahme und Probenvorbereitung gestrichen, da in DIN EN ISO 21068-1 enthalten;
- b) zusätzlich zur Glühung unter Argon Bestimmung der Massenänderung durch weitere Verfahren ergänzt;
- c) Bestimmung des freien Kohlenstoffs durch nasschemische Oxidation nach zurückgezogenem Norm-Entwurf DIN 51079-3 aufgenommen;
- d) Bestimmung des Gehaltes von Gesamtkohlenstoff und freiem Kohlenstoff um Detektionsverfahren unter Nutzung der Infrarot-Absorption und Wärmeleitfähigkeit ergänzt;
- e) Bestimmung von Siliciumcarbid zusätzlich durch ein chemisches Verfahren zugelassen;
- f) Bestimmung des Gehaltes von Gesamtsilicium ergänzt;
- g) Bestimmung des Gehaltes von freiem Silicium zusätzlich durch Silberverdrängung zugelassen;
- h) Bestimmung des Gehaltes von Silicium(IV)-oxid aufgenommen;
- i) informativen Anhang über Kalibrierung eines Kohlenstoff-Prüfgerätes ergänzt;
- j) Inhalt redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 51075-1: 1966-02, 1982-10

DIN 51075-2: 1966-02, 1982-10, 1983-04, 1984-03

DIN 51075-3: 1966-02, 1982-10

DIN 51075-4: 1966-02, 1982-10

DIN 51075-5: 1982-10

DIN 51076-1: 1970-08, 1991-04

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 10081-1, *Klassifizierung dichter geformter feuerfester Erzeugnisse — Teil 1: Alumina-Silika*

DIN EN ISO 10081-2, *Klassifizierung dichter geformter feuerfester Erzeugnisse — Teil 2: Basische Erzeugnisse mit einem Massenanteil an Restkohlenstoff kleiner 7 %*

DIN EN ISO 10081-3, *Klassifizierung dichter geformter feuerfester Erzeugnisse — Teil 3: Basische Erzeugnisse mit einem Massenanteil an Restkohlenstoff von 7 % bis 50 %*

DIN EN ISO 21068-1, *Chemische Analyse von Siliciumcarbid enthaltenden Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen — Teil 1: Allgemeine Angaben und Probenvorbereitung*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 9286, *Schleifmittelkörnungen und Rohstoffe — Chemische Analyse von Siliciumcarbid*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

**Chemische Analyse von Siliciumcarbid enthaltenden Rohstoffen
und feuerfesten Erzeugnissen —
Teil 2: Bestimmung des Glühverlustes und Gehaltes an
Gesamtkohlenstoff, freiem Kohlenstoff und Siliciumcarbid, des
Gehaltes an gesamtem und freiem Silicium(IV)-oxid sowie an
gesamtem und freiem Silicium
(ISO 21068-2:2008)**

Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw
materials and refractory products —
Part 2: Determination of loss on ignition, total carbon, free
carbon and silicon carbide, total and free silica and total and
free silicon
(ISO 21068-2:2008)

Analyse chimique des matières premières et des produits
réfractaires contenant du carbure de silicium —
Partie 2: Détermination de la perte au feu, du carbone total,
du carbone libre et du carbure de silicium, de la silice totale
et libre, et du silicium total et libre
(ISO 21068-2:2008)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 11. Juli 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	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen.....	6
3 Begriffe	6
4 Bestimmung der Massenänderung.....	6
4.1 Allgemeines.....	6
4.2 Bestimmung des Trocknungsverlustes bei 250 °C (<i>LOD</i> ₂₅₀), gravimetrisches Verfahren	7
4.3 Bestimmung des Verlustes bei Kalzinierung in Argon (<i>LOI</i> _{Ar})	8
4.4 Bestimmung der Massenänderung durch Wärmeverbehandlung in Luft	10
4.5 Bestimmung der Massenänderung bei 750 °C (<i>LOI</i> ₇₅₀).....	11
4.6 Bestimmung des Glühverlustes bei 850 °C (<i>LOI</i> ₈₅₀).....	12
4.7 Bestimmung des Glühverlustes bei 1 050 °C (<i>LOI</i> _{1 050}).....	12
5 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff.....	13
5.1 Allgemeines.....	13
5.2 Verbrennungsverfahren	14
5.3 Messverfahren.....	18
5.4 Messverfahren.....	23
6 Bestimmung des freien Kohlenstoffs.....	31
6.1 Allgemeines.....	31
6.2 Probenaufschluss durch Verbrennung	31
6.3 Nachweisverfahren.....	31
6.4 Direkte Nachweisverfahren.....	31
6.5 Indirekte Nachweisverfahren.....	36
6.6 Direkte Bestimmung des freien Kohlenstoffs durch nasschemische Oxidation.....	41
7 Bestimmung des Gehaltes an Siliciumcarbid, SiC.....	41
7.1 Allgemeines.....	41
7.2 Bestimmung des Siliciumcarbids, SiC, durch indirektes quantitatives Verfahren.....	41
7.3 Bestimmung des Siliciumcarbids, SiC, durch direktes quantitatives Verfahren.....	42
7.4 Bestimmung des Siliciumcarbids, SiC, durch Glühen bei 750 °C	43
7.5 Bestimmung des Siliciumcarbids, SiC, durch ein chemisches Verfahren	44
8 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtsilicium aus Silicium(IV)-oxid	46
8.1 Kurzbeschreibung	46
8.2 Reagenzien.....	46
8.3 Geräte.....	46
8.4 Durchführung.....	46
8.5 Blindwertbestimmung	47
8.6 Berechnung	48
9 Bestimmung des freien Siliciumgehaltes	48
9.1 Kurzbeschreibung	48
9.2 Vorbehandlung mit Salzsäure	48
9.3 Bestimmung des Siliciums durch Wasserstoffentwicklung	48
9.4 Bestimmung des Siliciums durch Silberverdrängung.....	51

	Seite
10	Bestimmung des Gehaltes an Silicium(IV)-oxid, SiO₂ 53
10.1	Allgemeines 53
10.2	Bestimmung des Gehaltes an freiem und/oder kombiniertem Silicium(IV)-oxid, SiO₂ 53
10.3	Bestimmung des Gehaltes an freiem Siliciumdioxid, SiO₂ 54
10.4	Bestimmung des Gehaltes an anhaftendem Siliciumdioxid, SiO₂surf..... 54
11	Angabe der Ergebnisse 54
12	Prüfbericht 54
Anhang A (informativ)	Beispiele von ZRMs zur Kalibrierung eines Kohlenstoff-Prüfgerätes 55
Literaturhinweise	 56

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 21068-2:2008) 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 Februar 2009, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 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.

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 21068 „*Chemische Analyse von Siliciumcarbid enthaltenden Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen*“ besteht aus den folgenden Teilen:

- *Teil 1: Allgemeine Angaben und Probenvorbereitung*
- *Teil 2: Bestimmung des Glühverlustes und Gehaltes an Gesamtkohlenstoff, freiem Kohlenstoff und Siliciumcarbid, des Gehaltes an gesamtem und freiem Silicium(IV)-oxid sowie an gesamtem und freiem Silicium*
- *Teil 3: Bestimmung des Gehaltes an Stickstoff, Sauerstoff sowie metallischen und oxidischen Bestandteilen*

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 21068-2:2008 wurde vom CEN als EN ISO 21068-2:2008 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

ISO 21068-1 bis ISO 21068-3 sind durch Kombination der Japanischen Norm JIS 2011 [6] und Normungsvorhaben, die ursprünglich vom CEN bearbeitet wurden, entwickelt worden. Da eine breite Vielfalt an Laborausstattung gebräuchlich ist, sind die am häufigsten angewendeten Verfahren beschrieben.

Dieser Teil von ISO 21068 gilt für die Analyse aller nach ISO 10081 ([2] bis [5]) (geformte Erzeugnisse) und ISO 1927 [1] (ungeformte Erzeugnisse) klassifizierten feuerfesten Erzeugnisse sowie von Rohstoffen, die Kohlenstoff und/oder Siliciumcarbid enthalten. Daher umfasst dieser Teil von ISO 21068 den gesamten Bestimmungsbereich von reinem Siliciumcarbid bis hin zu sauerstoffhaltigen feuerfesten Verbindungen mit geringem Gehalt an Siliciumcarbid und/oder Nitriden. Dieser Teil von ISO 21068 bietet hauptsächlich Verfahren zur Unterscheidung zwischen verschiedenen kohlenstoffgebundenen Arten wie Gesamtkohlenstoff (C_{gesamt}) und freiem Kohlenstoff (C_{frei}) an und leitet aus diesen beiden Werten den Gehalt an Siliciumcarbid ab.

Im Fall des Vorhandenseins von freiem Kohlenstoff bietet dieser Teil von ISO 21068 verschiedene Arten von Wärmebehandlung zur gravimetrischen Bestimmung von Massenänderungen an. Der verbleibende Rückstand wird häufig für andere Bestimmungsverfahren verwendet.

Die in diesem Teil von ISO 21068 beschriebene Bestimmung anderer Gruppen von Analysengrößen umfasst freie Metalle, freies Silicium (Si_{frei}), freies Aluminium (Al_{frei}), freies Magnesium (Mg_{frei}), freies Eisen (Fe_{frei}) sowie die Gruppe von Oxiden von Hauptbestandteilen bis hin zu Spuren.

In diesem Teil von ISO 21068 werden ebenfalls die Bestimmung von SiO_2 , des Gehaltes an gesamtem Si, Sauerstoff und Stickstoff sowie anderen oxidisch gebundenen Metallen, die gewöhnlich in den Werkstoffen vorhanden sind, beschrieben.

Dieser Teil von ISO 21068 enthält eine nach Werkstoffzusammensetzung grob geordnete Auflistung von Analysenverfahren. Die Nachweisführung der Anwendbarkeit eines Verfahrens in Abhängigkeit vom Werkstoff und von den Analysenanforderungen obliegt jedoch weiterhin dem Anwender.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 21068 legt die Analysenverfahren für die Bestimmung der Massenänderung durch Wärmebehandlung bei festgelegten Temperaturen sowie Verfahren für die Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff, freiem Kohlenstoff und Siliciumcarbid, des Gehaltes an gesamtem und freiem Silicium(IV)-oxid sowie an gesamtem und freiem Silicium von Siliciumcarbid enthaltenden Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen fest.

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 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*

ISO 9286:1997, *Abrasive grains and crude — Chemical analysis of silicon carbide*

ISO 10060, *Dense shaped refractory products — Test methods for products containing carbon*

ISO 21068-1:2008, *Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and refractory products — Part 1: General information and sample preparation*

EN 12698-1:2007, *Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen aus nitridgebundenem Siliciumcarbid — Teil 1: Chemische Verfahren*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 21068-1.

4 Bestimmung der Massenänderung

4.1 Allgemeines

Die Bestimmung der Massenänderung wird als Verlust oder Zunahme der Masse durch Wärmebehandlung definiert. Verschiedene Verfahren werden nach Probenwerkstoff, Temperatur und Atmosphäre unterschieden. Die Bestimmung der Massenänderung erfolgt gravimetrisch. Wärmebehandlungen in Luft führen zu einem Verlust an flüchtigen Bestandteilen und Kohlenstoff sowie zu einer Massenzunahme durch Oxidation, während eine Wärmebehandlung in Argon nur zu einem Verlust an flüchtigen Bestandteilen führt.

Gewöhnlich wird der Rückstand für andere Bestimmungen verwendet. Daher wird die Massenänderung bei der Berechnung der Analysenergebnisse berücksichtigt. Das für den Rückstand angewendete Analysenverfahren ist von der Matrix und den Parametern, die zu bestimmen sind, abhängig. Die Auswahl des geeigneten Analysenverfahrens obliegt dem Anwender.

Tabelle 1 gibt einen Überblick über Bestimmungsverfahren der Massenänderung durch Wärmeverhandlungen und ihre unterschiedlichen Anwendungen.

Tabelle 1 — Verfahren und Anwendungszweck der Bestimmung der Massenänderung

Kurztitel des Verfahrens	Temperatur °C	Abschnitt	Anwendung
Trocknungsverlust (LOD_{250})	250	4.2	Zugesetztes Wasser und chemisch gebundenes Wasser werden entfernt, z. B. in Ton enthaltenen plastischen Formulierungen.
Verlust bei Kalzinierung in Argon (LOI_{Ar})	750	4.3	Alle flüchtigen Bestandteile aus pech- oder harzgebundenen Formulierungen werden entfernt.
Massenänderung in Luft	200	4.4	Flüchtige Bestandteile aus harzgebundenen Formulierungen werden entfernt.
	400	4.4	Flüchtige Bestandteile aus pechgebundenen Formulierungen werden entfernt.
Massenänderung (LOI_{750})	750	4.5	Beide Verfahren sind geeignet, um Kohlenstoff (z. B. Graphit) aus feuerfesten Formulierungen zu entfernen. Ist fein gemahlenes SiC vorhanden, sollte umsichtig vorgegangen werden, da SiC oxidiert werden kann.
Glühverlust (LOI_{850})	850	4.6	
Glühverlust (LOI_{1050})	1 050	4.7	Verlust oder Zunahme von Masse; zugesetztes Wasser, chemisch gebundenes Wasser, kohlenstoffhaltige organische Bestandteile (z. B. Pech, Harz), Siliciumcarbid und Metalle werden entfernt.

4.2 Bestimmung des Trocknungsverlustes bei 250 °C (LOD_{250}), gravimetrisches Verfahren

4.2.1 Kurzbeschreibung

Die Analysenprobe wird auf (250 ± 10) °C erhitzt und der Massenverlust von zugesetztem Wasser bestimmt.

4.2.2 Gerät

4.2.2.1 Wärmebeständiger Behälter aus nichtrostendem Stahl, z. B. mit den Maßen 200 mm × 150 mm × 30 mm.

4.2.3 Durchführung

Der wärmebeständige Behälter ist 30 min bei (250 ± 10) °C zu erhitzen. Er ist in einem Exsikkator abzukühlen, zu wägen und die Leermasse m_0 auf 0,01 g aufzuzeichnen.

Die Probe ist in den Behälter zu füllen und flach auszubreiten. Dann ist die Masse von Behälter und Probe, m_1 , auf 0,01 g zu bestimmen.

Der Behälter ist ohne Deckel in ein Luftbad einzubringen und 16 h auf (250 ± 10) °C zu erhitzen. Es ist in einem Exsikkator abkühlen zu lassen. Die Masse von Behälter und getrockneter Probe, m_2 , ist auf 0,01 g zu bestimmen und aufzuzeichnen.

4.2.4 Berechnung

Der Trocknungsverlust bei 250 °C, LOD_{250} , ist als Massenanteil in Prozent nach Gleichung (1) zu berechnen:

$$LOD_{250} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

- m_0 die Leermasse des Behälters, in Gramm;
- m_1 die Masse von Behälter und Probe vor dem Trocknen, in Gramm;
- m_2 die Masse von Behälter und Probe nach dem Trocknen, in Gramm.

4.3 Bestimmung des Verlustes bei Kalzinierung in Argon (LOI_{Ar})

4.3.1 Kurzbeschreibung

Es wird in Argon bei 750 °C vorbehandelt, um flüchtige Bestandteile zu entfernen. Der Verlust der flüchtigen Bestandteile wird mithilfe eines gravimetrischen Verfahrens bestimmt.

Der Rückstand (R_{Ar}) wird gewöhnlich für die Bestimmung von C_{gesamt} , SiC und C_{frei} verwendet (daher werden diese Parameter zusätzlich mit dem Index Ar bezeichnet), für die Berechnung der Ergebnisse muss die Massenänderung berücksichtigt werden.

4.3.2 Geräte

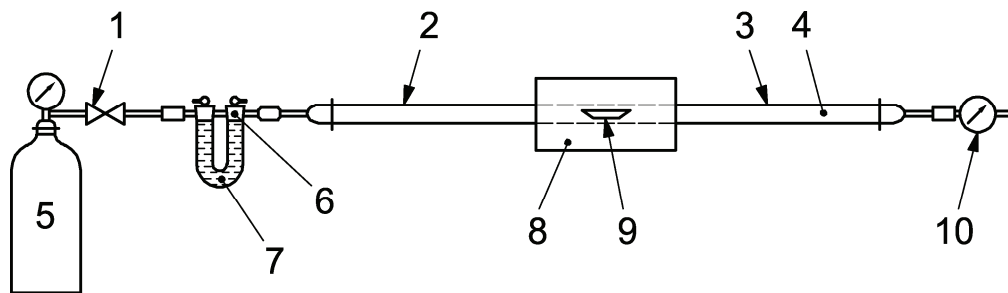
Herkömmliches Laborgerät sowie Folgendes:

- 4.3.2.1 U-Rohr** mit Schliffstopfen, gefüllt mit Magnesiumperchlorat.
- 4.3.2.2 Widerstandsofen**, heizbar und einstellbar auf (750 ± 25) °C in der Mitte der Heizzone.
- 4.3.2.3 Thermopaar mit Anzeigegerät** mit Messbereich bis einschließlich 1 200 °C.
- 4.3.2.4 Keramikrohr** mit Schliffkernen oder einer anderen gasdichten Verbindung, einem Innendurchmesser von ≥ 16 mm, bestehend aus Porzellan, Sillimanit, Quarz oder einem anderen geeigneten Werkstoff.
- 4.3.2.5 Offene Verbrennungsschiffchen** aus unglasiertem Keramikwerkstoff, deren Länge an den Ofenbereich mit konstanter Temperatur angepasst ist. Die Verbrennungsschiffchen müssen ausreichend breit für die Aufnahme der für die Bestimmung erforderlichen Probenmenge sein.
- 4.3.2.6 Gasdurchfluss-Messgerät** mit einem Skalenendwert von etwa 20 l/h.

Die Argon durchleitenden Teile, wie Rohre und Verbindungen, sollten aus einem Werkstoff hergestellt sein, der gegen Sauerstoffdiffusion beständig ist. Vorzuziehende Werkstoffe sind Glas und Kupfer. Silikon ist ungeeignet.

4.3.2.7 Prüfanordnung

Die Prüfanordnung ist nach Bild 1 aufgebaut.



Legende

- | | |
|--------------------|----------------------------|
| 1 Druckregelventil | 6 Glaswolle |
| 2 Kältezone B | 7 Magnesiumperchlorat |
| 3 Kältezone A | 8 Widerstandsofen |
| 4 Keramikrohr | 9 Verbrenungsschiffchen |
| 5 Argonflasche | 10 Gasdurchfluss-Messgerät |

Bild 1 — Prüfaufbau zur Bestimmung des Verlustes bei Kalzinierung in Argon

4.3.3 Reagenzien

4.3.3.1 Argon, 99,997 %.

4.3.4 Durchführung

4.3.4.1 Überprüfung der Prüfanordnung, Blindwertbestimmung

Für die Überprüfung einer neu aufgebauten Prüfanordnung oder für die Durchführung von wiederkehrenden Überprüfungen sind einige Proben mit bekanntem Gehalt an flüchtigen Bestandteilen vor Untersuchung der Analysenprobe, wie in 4.3.4.2 beschrieben, zu kalzinieren.

Die Differenz zwischen dem nach 4.3.4.2 erzielten Ergebnis und dem bekannten Gehalt an flüchtigen Bestandteilen ist als Blindwert anzusehen.

4.3.4.2 Bestimmung

Es sind mindestens zwei Bestimmungen durchzuführen.

Vor Gebrauch ist das Prüfgerät mindestens 15 min mit Argon zu spülen.

Das leere Verbrenungsschiffchen, das zuvor auf $(750 \pm 25)^\circ\text{C}$ vorgeheizt wurde, ist zu wägen und seine Masse m_0 aufzuzeichnen. Dann sind 2 g der Probe auf 0,001 g in das Verbrenungsschiffchen einzuwägen, und die Masse m_1 ist aufzuzeichnen.

Verbrenungsschiffchen und Probe sind in der Kältezone A des Prüfgerätes bei $\leq 200^\circ\text{C}$ einzubringen. Argon ist mit einer Durchflussrate durchzuleiten, die innerhalb von 15 min einen fünffachen Gasaustausch im Rohr sicherstellt.

Die Probe ist mittig in die Heizzone einzubringen und 20 min bei $(750 \pm 25)^\circ\text{C}$ ohne Unterbrechung des Argonstroms zu kalzinieren.

Das Verbrenungsschiffchen ist in die Kältezone B zu überführen und im Argonstrom bei $\leq 200^\circ\text{C}$ abkühlen zu lassen.

ANMERKUNG 20 min sind gewöhnlich für das Abkühlen der Probe erforderlich.

Das Schiffchen ist bei Raumtemperatur in einem Exsikkator abkühlen zu lassen, die Masse auf 0,001 g zu bestimmen und die Endmasse m_2 aufzuzeichnen.

Die Kalzinierung im Argonstrom bei $(750 \pm 25)^\circ\text{C}$ ist bis zur Massenkonzanz zu wiederholen, d. h. bis zwei Messungen innerhalb von 30 min um nicht mehr als 5 mg voneinander abweichen.

Wird der Rückstand für die Bestimmung anderer Bestandteile benötigt, ist er zu homogenisieren und in einer verschlossenen Wägeflasche in einem Exsikkator aufzubewahren.

4.3.5 Berechnung

Der Verlust bei Kalzinierung in Argon bei 750°C , LOI_{Ar} , ist als Massenanteil in Prozent nach Gleichung (2) zu berechnen.

$$LOI_{\text{Ar}} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (2)$$

Dabei ist

m_0 die Masse des leeren Verbrennungsschiffchens, in Gramm;

m_1 die Masse von Verbrennungsschiffchen und Probe vor dem Glühen, in Gramm;

m_2 die Masse von Verbrennungsschiffchen und Probe nach dem Glühen, in Gramm.

ANMERKUNG Der Massenverlust wird durch ein Minuszeichen angezeigt.

4.4 Bestimmung der Massenänderung durch Wärmeverbehandlung in Luft

Bei harz- oder pechgebundenen Werkstoffen ist eine Vorbehandlung der Probe nach ISO 10060 durchzuführen, oder es ist nach folgendem Verfahren vorzugehen:

Gewöhnlich ist eine Probe von etwa 1 kg vor dem Brechen und Zermahlen einer Wärmebehandlung wie folgt zu unterziehen:

- a) mit Harz gebundene Werkstoffe: 200°C für die Dauer von 18 h in Luft;
- b) mit Pech gebundene Werkstoffe: 400°C für die Dauer von 18 h in Luft.

Die Massenänderung D bei $200^\circ\text{C}/400^\circ\text{C}$ ist als Massenanteil in Prozent nach Gleichung (3) zu berechnen:

$$D = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (3)$$

Dabei ist

m_0 die Masse des leeren Behälters, in Gramm;

m_1 die Masse von Behälter und Probe vor der Wärmeverbehandlung, in Gramm;

m_2 die Masse von Behälter und Probe nach dem Glühen, in Gramm.

Das Prüfergebnis ist auf 0,1 % aufzuzeichnen.

Wenn die Art des freien Kohlenstoffs unbekannt ist, ist zuerst eine thermogravimetrische Analyse durchzuführen, um die Temperatur für die Wärmebehandlung zu bestimmen.

4.5 Bestimmung der Massenänderung bei 750 °C (LOI_{750})

4.5.1 Kurzbeschreibung

Es wird die Massenänderung als Funktion der Zeit durch Glühung bei 750 °C in einem elektrischen Muffelofen bestimmt. Massenverlust oder -zunahme wird gravimetrisch ermittelt.

4.5.2 Geräte

4.5.2.1 Muffelofen mit einer Temperaturregelung zwischen 100 °C und 1 000 °C.

4.5.2.2 Siliciumdioxid-Schmelzschale aus Porzellan oder Platin und mit etwa 60 mm Länge und 35 mm Breite.

4.5.2.3 Waage, in der Lage, auf 0,1 mg zu wägen.

4.5.3 Durchführung

Die leere Schmelzschale, die zuvor auf (750 ± 25) °C vorgeheizt wurde, ist zu wägen und ihre Masse m_0 aufzuzeichnen. Dann sind 2,5 g bis 3,5 g der bei 110 °C getrockneten Probe auf 0,001 g in das Verbrennungsschiffchen einzuwägen, und die Masse m_1 ist aufzuzeichnen.

Schale und Probe sind 20 min in einen Muffelofen bei 500 °C einzubringen.

Die Ofentemperatur ist auf 750 °C zu erhöhen und die Probe für weitere 90 min zu glühen, nachdem der Ofen die Prüftemperatur erreicht hat.

Die Schale ist aus dem Ofen zu entnehmen und in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abkühlen zu lassen.

Die Masse von Schale und Probe ist zu bestimmen. Die Masse m_2 ist aufzuzeichnen.

Schale und Probe sind weitere 30 min erneut in den Ofen einzubringen, und es ist zu überprüfen, ob ein weiterer Massenverlust eintritt. Sollte dies zutreffen, ist das gesamte Verfahren zu wiederholen.

ANMERKUNG Wird eine Massenzunahme nach dem zweiten Glühen festgestellt, kann kein weiteres Glühen durchgeführt werden, da dies ein Anzeichen für eine mögliche Oxidation einiger Elemente ist.

4.5.4 Berechnung

Der Glühverlust bei 750 °C, LOI_{750} , ist als Massenanteil in Prozent nach Gleichung (4) zu berechnen.

$$LOI_{750} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (4)$$

Dabei ist

m_0 die Masse der leeren Schale, in Gramm;

m_1 die Masse von Schale und Probe vor dem Glühen, in Gramm;

m_2 die Masse von Schale und Probe nach dem Glühen, in Gramm.

ANMERKUNG Das so erzielte Ergebnis kann nicht als Gehalt an freiem Kohlenstoff betrachtet werden.

4.6 Bestimmung des Glühverlustes bei 850 °C (LOI_{850})

4.6.1 Gerät

4.6.1.1 Platinschale aus Platin oder Porzellan (z. B. Typ B 20 ml).

4.6.2 Durchführung

Die Platinschale ist 15 min bei (850 ± 25) °C zu erhitzen, in einem Exsikkator abzukühlen, und danach ist ihre Masse zu bestimmen. Die Masse m_0 der leeren Schale ist aufzuzeichnen.

5,0 g der Probe sind auf 0,1 g in die Platinschale einzuwägen und dann großflächig und dünn zu verteilen. Die Masse von Schale und Probe, m_1 , ist aufzuzeichnen.

Die Platinschale ist mit der Probe ohne Deckel in einen elektrischen Ofen einzubringen, die Temperatur ist von Raumtemperatur auf (850 ± 25) °C zu erhöhen und 3 h aufrechtzuerhalten. Die Platinschale ist mit ihrem Deckel zu versehen, in einem Exsikkator abzukühlen, zu wägen und m_2 aufzuzeichnen.

Bei Aufschmelzen der Probe, die Siliciumcarbid, Siliciumnitrid und metallisches Silicium enthält, sollten mehrere Stunden für das Erhöhen der Temperatur auf einen Bereich von 700 °C bis 850 °C aufgewendet werden. Es besteht das Risiko einer Erosion der Platinschale bei einem schnellen Temperaturanstieg auf über 850 °C.

4.6.3 Berechnung

Der Glühverlust R bei (850 ± 25) °C ist als Massenanteil in Prozent nach Gleichung (5) zu berechnen.

$$R = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (5)$$

Dabei ist

m_0 die Masse der leeren Schale, in Gramm;

m_1 die Masse von Schale und Probe vor dem Glühen, in Gramm;

m_2 die Masse von Schale und Probe nach dem Glühen, in Gramm.

Der Rückstand ist nach der Messung auf einen Achatmörser zu übertragen, zu zermahlen und leicht zu vermischen, um sie homogen zu machen, in eine flache Wägeflasche (50 mm × 30 mm) umzufüllen und in einem Exsikkator aufzubewahren. Er ist für die Bestimmung aller Bestandteile zu verwenden.

4.7 Bestimmung des Glühverlustes bei 1 050 °C (LOI_{1050})

4.7.1 Kurzbeschreibung

Eine Probe wird auf $(1\,050 \pm 25)$ °C erhitzt und Massenverlust oder -zunahme mit einem gravimetrischen Verfahren aus dem Massenverlust von hinzugefügtem Wasser, Kristallisationswasser, Kohlenstoff, organischen Bestandteilen, Siliciumcarbid und Metallen bestimmt.

4.7.2 Gerät

4.7.2.1 Tiegel aus Platin oder Porzellan (z. B. Typ B 20 ml).

4.7.3 Durchführung

Der Tiegel ist in einer festgelegten Zeitdauer auf $(1\,050 \pm 25)^\circ\text{C}$ zu erhitzen, in einem Exsikkator abzukühlen, die Masse m_0 des leeren Tiegels zu bestimmen und aufzuzeichnen.

Ein Platintiegel sollte etwa 15 min und ein Porzellantiegel etwa 60 min erhitzt werden.

1,0 g der trockenen Probe sind auf 0,1 mg in den Tiegel aus Platin oder Porzellan einzuwägen; die Probe ist dünn zu verteilen, die Masse von Tiegel und Probe, m_1 , zu bestimmen und aufzuzeichnen.

Der Tiegel ist ohne Deckel in einen elektrischen Muffelofen einzubringen, die Temperatur ist langsam von Raumtemperatur auf $(1\,050 \pm 25)^\circ\text{C}$ zu erhöhen. Diese Temperatur ist etwa 60 min aufrechtzuerhalten und der Tiegel mit Deckel abkühlen zu lassen. Es ist die Masse von Tiegel und geglühter Probe, m_2 , zu bestimmen und aufzuzeichnen.

4.7.4 Berechnung

Der Glühverlust $LOI_{1\,050}$ ist als Massenanteil in Prozent nach Gleichung (6) zu berechnen.

$$LOI_{1\,050} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (6)$$

Dabei ist

m_0 die Masse des leeren Tiegels, in Gramm;

m_1 die Masse von Tiegel und Probe vor dem Glühen, in Gramm;

m_2 die Masse von Tiegel und Probe nach dem Glühen, in Gramm.

Wird eine Massenzunahme beim Glühen festgestellt, sollte der Zahlenwert mit einem Minuszeichen versehen werden.

5 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff

ANMERKUNG Geeignete zertifizierte Referenzmaterialien (ZRMs) zwecks Kalibrierung eines Gerätes zur Bestimmung von Kohlenstoff sind im Anhang A angegeben.

5.1 Allgemeines

Der Massenanteil an Gesamtkohlenstoff, $w(\text{C}_{\text{gesamt}})$, kann unter Anwendung folgender Verfahren bestimmt werden:

- Verbrennung mit Sauerstoff, unter Verwendung entweder
 - eines Widerstandsofens (RF), mit Bleiboratschmelze oder Zinnpulver als Beschleuniger/Aufschlussmittel, oder
 - eines Induktionsofens (IF), mit Metallschmelze als Beschleuniger;

— Nachweisverfahren mithilfe von

- Coulometrie,
- Gravimetrie,
- Konduktometrie,
- Infrarot-Absorption,
- Wärmeleitfähigkeit.

Übliche Kombinationen der verfügbaren Prüfeinrichtung sind in Tabelle 2 angegeben.

Tabelle 2 — Übliche Kombinationen der Prüfeinrichtung zur Kohlenstoffbestimmung

Gerät	Coulometrie	Konduktometrie	Gravimetrie	Infrarot-Absorption	Wärmeleitfähigkeit
Widerstandsofen	+	+	+	+	
Induktionsofen			+	+	+

Die Verfahren zur Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff sind daher in Verbrennungsverfahren und Nachweisverfahren unterteilt; die Nachweisverfahren stellen das Laborverfahren dar.

5.2 Verbrennungsverfahren

5.2.1 Allgemeines

Es können zwei verschiedene Verbrennungsverfahren mit verschiedenen Aufschlussmitteln/Beschleunigern angewendet werden.

5.2.2 Widerstandsofen in Sauerstoff mit Bleiborat als Aufschlussmittel

5.2.2.1 Kurzbeschreibung

Die Probe wird gemeinsam mit Bleiborat in einem Sauerstoffstrom in einem Widerstandsrohröfen erhitzt, um den Kohlenstoff durch Verbrennung in Kohlenstoffdioxid umzuwandeln. Masse der Probe und Einzelheiten der Verbrennung sind vom angewendeten Bestimmungsverfahren abhängig. Die Verbrennungsgase werden durch ein Rohr geleitet, das Percarbamid enthält, um die Oxidationsprodukte des in der Probe enthaltenen Schwefels zu absorbieren. Das Kohlenstoffdioxid wird in einem basischen Medium absorbiert und entweder coulometrisch, gravimetrisch, konduktometrisch oder durch Infrarot-Absorption bestimmt.

5.2.2.2 Reagenzien

Es sind ausschließlich Reagenzien mit analytischer Reinheit zu verwenden.

5.2.2.2.1 Sauerstoff, 99,99 % oder 99,5 %.

ANMERKUNG Sauerstoff mit 99,99 % Reinheit wird verwendet, sofern das Gerät nicht in der Lage ist, Sauerstoff zu veredeln. Anderenfalls wird Sauerstoff mit 99,5 % Reinheit verwendet.

5.2.2.2.2 Bleiborat, $2 \text{ PbO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3$, hergestellt durch Aufschmelzen von 45 g Bleioxid, PbO , mit analytischer Reinheit, gemeinsam mit 7 g Bortrioxid, B_2O_3 , mit analytischer Reinheit für die Dauer von 10 min bei $(950 \pm 25)^\circ\text{C}$; die Schmelzmasse wird abgekühlt, indem sie auf eine saubere Aluminiumplatte gegossen wird; danach wird die Probe pulverisiert.