

## DIN EN ISO 21587-2



ICS 81.080

Mit  
DIN EN ISO 21587-1:2007-12  
Ersatz für  
DIN EN 955-2:1995-06

**Chemische Analyse feuerfester Erzeugnisse aus Alumosilicat  
(Alternative zum Röntgenfluoreszenzverfahren) –  
Teil 2: Nasschemische Analyse (ISO 21587-2:2007);  
Deutsche Fassung EN ISO 21587-2:2007**

Chemical analysis of aluminosilicate refractory products  
(alternative to the X-ray fluorescence method) –  
Part 2: Wet chemical analysis (ISO 21587-2:2007);  
German version EN ISO 21587-2:2007

Analyse chimique des produits réfractaires d'aluminosilicates  
(méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) –  
Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide (ISO 21587-2:2007);  
Version allemande EN ISO 21587-2:2007

Gesamtumfang 25 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

## Nationales Vorwort

Der Text von ISO 21587-2:2007 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 21587-2:2007 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 21587-1 | siehe DIN EN ISO 21587-1 |
| ISO 26845   | siehe DIN EN ISO 26845   |

## Änderungen

Gegenüber DIN EN 955-2:1995-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Norm in drei Teile gegliedert und somit Titel geändert;
- b) Inhalt vollständig unter Berücksichtigung des neuesten Standes der chemischen Analytik und von Umweltaspekten überarbeitet.

## Frühere Ausgaben

|                      |                       |
|----------------------|-----------------------|
| DIN 51070: 1957-04   | DIN 51070-8: 1966-02  |
| DIN 51070-1: 1966-02 | DIN 51070-9: 1966-02  |
| DIN 51070-2: 1966-02 | DIN 51071: 1957-05    |
| DIN 51070-3: 1966-02 | DIN 51077-1: 1972-04  |
| DIN 51070-4: 1966-02 | DIN 51077-2: 1972-04  |
| DIN 51070-5: 1966-02 | DIN 51077-3: 1972-04  |
| DIN 51070-6: 1966-02 | DIN 51081: 1979-07    |
| DIN 51070-7: 1966-02 | DIN EN 955-2: 1995-06 |

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Literaturhinweise

DIN EN ISO 21587-1, *Chemische Analyse feuerfester Erzeugnisse aus Alumosilicat (Alternative zum Röntgenfluoreszenzverfahren) — Teil 1: Geräte, Reagenzien, Aufschluss und gravimetrische Bestimmung von Silicium(IV)-oxid*

DIN EN ISO 26845, *Chemische Analyse feuerfester Erzeugnisse — Allgemeine Anforderungen an die nass-chemische Analyse, AAS- und ICP-Verfahren*

Deutsche Fassung

Chemische Analyse feuerfester Erzeugnisse aus Alumosilicat  
(Alternative zum Röntgenfluoreszenzverfahren) - Teil 2:  
Nasschemische Analyse (ISO 21587-2:2007)

Chemical analysis of aluminosilicate refractory products  
(alternative to the X-ray fluorescence method) - Part 2: Wet  
chemical analysis (ISO 21587-2:2007)

Analyse chimique des produits réfractaires  
d'aluminosilicates (méthode alternative à la méthode par  
fluorescence de rayons X) - Partie 2: Méthodes d'analyse  
chimique par voie humide (ISO 21587-2:2007)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 13. September 2007 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     |
|-------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Vorwort .....</b>                                                                      | <b>3</b>  |
| <b>1 Anwendungsbereich .....</b>                                                          | <b>4</b>  |
| <b>2 Normative Verweisungen .....</b>                                                     | <b>4</b>  |
| <b>3 Bestimmung von restlichem Silicium(IV)-oxid in Lösung .....</b>                      | <b>5</b>  |
| <b>4 Bestimmung von Aluminiumoxid .....</b>                                               | <b>6</b>  |
| <b>5 Bestimmung von Eisen(III)-oxid .....</b>                                             | <b>9</b>  |
| <b>6 Bestimmung von Titan(IV)-oxid .....</b>                                              | <b>10</b> |
| <b>7 Absorptionsspektrometrische Bestimmung von Mangan(II)-oxid mit Permanganat .....</b> | <b>13</b> |
| <b>8 Bestimmung von Calciumoxid .....</b>                                                 | <b>14</b> |
| <b>9 Bestimmung von Magnesiumoxid .....</b>                                               | <b>15</b> |
| <b>10 Bestimmung von Natriumoxid mittels Flammenphotometrie .....</b>                     | <b>16</b> |
| <b>11 Bestimmung von Kaliumoxid mittels Flammenphotometrie .....</b>                      | <b>18</b> |
| <b>12 Bestimmung von Chrom(III)-oxid nach dem Diphenylcarbazid-Verfahren .....</b>        | <b>19</b> |
| <b>13 Bestimmung von Zirkoniumoxid mit Xylenolorange .....</b>                            | <b>20</b> |
| <b>14 Bestimmung von Phosphor(V)-oxid nach dem Molybdänblau-Verfahren .....</b>           | <b>22</b> |
| <b>15 Prüfbericht .....</b>                                                               | <b>23</b> |

## Vorwort

Der Text von ISO 21587-2:2007 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 33 „Refractories“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 21587-2:2007 durch das Technische Komitee CEN/TC 187 „Feuerfeste Erzeugnisse und Werkstoffe“ übernommen, 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 März 2008, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis März 2008 zurückgezogen werden.

Dieses Dokument ersetzt EN 955-2:1995.

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 21587-2:2007 wurde vom CEN als EN ISO 21587-2:2007 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

## 1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 21587 legt die traditionellen nasschemischen Verfahren für die chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen und Rohstoffen aus Alumosilicat fest.

Die Verfahren gelten für die folgenden Bestimmungen:

- Silicium(IV)-oxid ( $\text{SiO}_2$ );
- Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ );
- Eisen(III)-oxid (Gesamteisengehalt, berechnet als  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ );
- Titan(IV)-oxid ( $\text{TiO}_2$ );
- Mangan(II)-oxid ( $\text{MnO}$ );
- Calciumoxid ( $\text{CaO}$ );
- Magnesiumoxid ( $\text{MgO}$ );
- Natriumoxid ( $\text{Na}_2\text{O}$ );
- Kaliumoxid ( $\text{K}_2\text{O}$ );
- Chrom(III)-oxid ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ );
- Zirkoniumoxid ( $\text{ZrO}_2$ );
- Phosphor(V)-oxid ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ).

Dieser Teil von ISO 21587 gibt Alternativen zur Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA), die in ISO 12677:2003, *Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen durch RFA — Schmelzaufschluss-Verfahren*, festgelegt ist.

## 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 21587-1:2007, *Chemical analysis of aluminosilicate refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 1: Apparatus, reagents, dissolution and gravimetric silica*

ISO 26845, *Chemical analysis of refractories — General requirements for wet chemical analysis, atomic absorption spectrometry and inductively coupled plasma methods*

### 3 Bestimmung von restlichem Silicium(IV)-oxid in Lösung

#### 3.1 Kurzbeschreibung

Eine aliquote Menge der Stammlösung (S1) oder (S'1) 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 ( $m_1 - m_2$ ) des nach ISO 21587-1:2007, 4.2.2.3 oder 4.2.3.3, bestimmten Silicium(IV)-oxids ergibt den Gesamtgehalt an Silicium(IV)-oxid.

#### 3.2 Durchführung

Mit dieser Bestimmung sollte rasch nach Herstellung der Stammlösung (S1) oder (S'1) begonnen werden, da nach längerem Stehen der Lösung eine Polymerisation des Siliciumdioxids auftreten kann, die zu niedrigeren Ergebnissen führt.

10 ml der nach ISO 21587-1:2007, 4.2.2.3 oder 4.2.3.3, erhaltenen Stammlösung (S1) oder (S'1) sind in einen 100-ml-Becher aus Kunststoff zu überführen, es sind 2 ml Fluorwasserstoffsäure (1 + 9) hinzuzufügen, dann ist mit einem Kunststoffstab zu mischen; die Lösung ist 10 min stehen zu lassen. Danach sind 50 ml Borsäurelösung hinzuzufügen. 2 ml Ammoniummolybdat-Lösung sind unter Schütteln bei einer Temperatur von 25 °C zuzugeben, und die Lösung ist wieder 10 min stehen zu lassen. Unter Rühren sind 5 ml L(+)-Tartarsäure-Lösung und nach 1 min 2 ml L(+)-Ascorbinsäure-Lösung 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.

#### 3.3 Aufstellen der Kalibrierkurve

10 ml aliquote Mengen (0 mg bis 0,4 mg, als Silicium(IV)-oxid) der verdünnten Silicium(IV)-oxid-Standardlösung ( $\text{SiO}_2$ : 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 in ISO 21587-1:2007, 4.2.2.4 oder 4.2.3.4, erhaltenen Blindwertlösung (B1) oder (B'1) zu geben. Für jede einzelne Lösung ist für die Durchführung und Messung des Absorptionsvermögens nach 3.2 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.

#### 3.4 Berechnung

Der Massenanteil an Silicium(IV)-oxid  $w_{\text{SiO}_2}$ , angegeben in Prozent, ist nach der folgenden Gleichung mit den Werten für das Absorptionsvermögen zu berechnen, die nach 3.2 sowie mit Hilfe der nach 3.3 aufgestellten Kalibrierkurve ermittelt wurden.

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{(m_1 - m_2) + (m_3 - m_4) \times \frac{500}{10}}{m} \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

$m_1$  die Masse nach ISO 21587-1:2007, 4.2.2.3 oder 4.2.3.3, in g;

$m_2$  die Masse nach ISO 21587-1:2007, 4.2.2.3 oder 4.2.3.3, in g;

- $m_3$  die Masse des Silicium(IV)-oxids im aliquoten Anteil der Stammlösung (S1) oder (S'1), sofern zutreffend, in g;
- $m_4$  die Masse des Silicium(IV)-oxids im aliquoten Anteil der Blindwertlösung (B1) oder (B'1), sofern zutreffend, in g;
- $m$  die Proben-Einwaage nach ISO 21587-1:2007, 4.2.2.2 oder 4.2.3.2, in g.

## 4 Bestimmung von Aluminiumoxid

### 4.1 Allgemeines

Die Bestimmung von Aluminiumoxid erfolgt nach einem der folgenden Verfahren:

- Verfahren mit Trennung durch Kupferron-Extraktion und Rücktitration mit Zink-CyDTA;
- Rücktitrationsverfahren mit Zink-CyDTA (ohne Trennung).

### 4.2 Verfahren mit Trennung durch Kupferron-Extraktion und Rücktitration mit Zink-CyDTA

#### 4.2.1 Kurzbeschreibung

Zu einer aliquoten Menge der nach ISO 21587-1:2007, 4.2.2.3 oder 4.2.3.3, hergestellten Stammlösung (S1) oder (S'1) wird Salzsäure hinzugefügt, um die Azidität einzustellen. Eisen, Titan, Mangan und Zirkonium werden aus der Lösung durch Kupferron-Extraktion abgetrennt, und der Niederschlag wird durch Lösen in Chloroform entfernt. Die organische Phase wird verworfen. Der wässrigen Lösung wird ein Überschuss an CyDTA-Maßlösung hinzugefügt, nachdem der pH-Wert mit Ammoniaklösung unter Bildung einer Chelatverbindung aus Aluminium-CyDTA eingestellt wurde. Durch Zugabe von Ammoniumacetat-Pufferlösung wird der pH-Wert weiterhin eingestellt, und ein äquivalentes Volumen Ethanol wird der Lösung zugegeben. Die Menge der überschüssigen CyDTA-Lösung wird durch Rücktitration mit Zink-Maßlösung unter Verwendung von Dithizon als Indikator bestimmt und der Gehalt des Aluminiumoxids berechnet.

#### 4.2.2 Durchführung

Eine 100 ml aliquote Menge der nach ISO 21587-1:2007, 4.2.2.3 oder 4.2.3.3, hergestellten Stammlösung (S1) oder (S'1) ist in einen 500-ml-Scheidetrichter zu überführen, dem 20 ml Salzsäure (konzentriert) zugegeben sind, dann sind 20 ml Chloroform und 10 ml Kupferron-Lösung hinzuzufügen. Der Scheidetrichter ist zu verschließen und kräftig zu schütteln. Der Stopfen ist vorsichtig zu entfernen, um den Überdruck im Trichter auszugleichen, Stopfen und Trichterhals sind mit etwas Wasser abzuspülen. Nach der Phasentrennung ist die Chloroformphase abzuziehen. Die Vollständigkeit der Extraktion ist dadurch zu überprüfen, dass durch Zugabe einiger Tropfen Kupferron-Lösung zu der wässrigen Lösung keine bleibende Färbung des Niederschlags erzeugt wird. Chloroform ist nun in Anteilen von 10 ml hinzuzufügen, und die Extraktion ist zu wiederholen, bis die Chloroformphase farblos ist. Mit einer Polyethylen-Waschflasche ist der Trichterstiel innen und außen mit Chloroform zu waschen. Die Chloroformextrakte sind zu verwerfen, wobei zu beachten ist, dass das Chloroform nicht trocknen darf, weil dadurch ein Explosionsrisiko entstehen kann. Die wässrige Phase und das Waschwasser sind aus dem Scheidetrichter in einen 1-l-Erlenmeyerkolben auslaufen zu lassen. Es sind einige Tropfen des Bromphenolblau-Indikators hinzuzufügen und danach so viel Ammoniaklösung (konzentriert), dass die Lösung gerade alkalisch reagiert. Die Lösung ist mit Salzsäure (konzentriert), die in einem Überschuss von fünf bis sechs Tropfen hinzuzufügen ist, erneut rasch anzusäuern. Die Lösung ist auf Raumtemperatur abzukühlen. Dann ist so viel CyDTA-Maßlösung [ $c(\text{CyDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$ ] hinzuzufügen, dass eine Verbindung mit dem vorhandenen Aluminiumoxid entsteht und ein Überschuss von einigen Millilitern erreicht wird.

ANMERKUNG 1 Für einen 100 ml aliquoten Anteil entspricht 1 ml der CyDTA-Maßlösung ( $c(\text{CyDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$ ) 1,275 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .