

DIN EN ISO 21587-3



ICS 81.080

Mit
DIN EN ISO 21587-1:2007-12
Ersatz für
DIN V ENV 955-4:1997-07

**Chemische Analyse feuerfester Erzeugnisse aus Alumosilicat
(Alternative zum Röntgenfluoreszenzverfahren) –
Teil 3: Verfahren mit induktiv gekoppeltem Plasma und
Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 21587-3:2007);
Deutsche Fassung EN ISO 21587-3:2007**

Chemical analysis of aluminosilicate refractory products
(alternative to the X-ray fluorescence method) –
Part 3: Inductively coupled plasma and atomic absorption spectrometry methods
(ISO 21587-3:2007);
German version EN ISO 21587-3:2007

Analyse chimique des produits réfractaires d'aluminosilicates
(méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) –
Partie 3: Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) et spectrométrie
d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)
(ISO 21587-3:2007);
Version allemande EN ISO 21587-3:2007

Gesamtumfang 28 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 21587-3:2007 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 21587-3:2007 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 21587-2	siehe DIN EN ISO 21587-2
ISO 26845	siehe DIN EN ISO 26845

Änderungen

Gegenüber DIN V ENV 955-4:1997-07 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 V ENV 955-4: 1997-07

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 21587-2, *Chemische Analyse feuerfester Erzeugnisse aus Alumosilicat (Alternative zum Röntgenfluoreszenzverfahren) — Teil 2: Nasschemische Analyse*

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 3:
Verfahren mit induktiv gekoppeltem Plasma und
Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 21587-3:2007)**

Chemical analysis of aluminosilicate refractory products
(alternative to the X-ray fluorescence method) - Part 3:
Inductively coupled plasma and atomic absorption
spectrometry methods (ISO 21587-3:2007)

Analyse chimique des produits réfractaires
d'aluminosilicates (méthode alternative à la méthode par
fluorescence de rayons X) - Partie 3: Méthodes par
spectrométrie d'absorption atomique (AAS) et spectrométrie
d'émission atomique avec plasma induit par haute
fréquence (ICP-AES) (ISO 21587-3:2007)

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
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	4
3 Bestimmung von restlichem Siliciumdioxid in Lösung mittels ICP-AES	5
4 Bestimmung von Eisen(III)-oxid mittels ICP-AES	7
5 Bestimmung von Titan(IV)-oxid mittels ICP-AES	9
6 Bestimmung von Mangan(II)-oxid mittels ICP-AES	10
7 Bestimmung von Calciumoxid mittels ICP-AES	10
8 Bestimmung von Magnesiumoxid mittels ICP-AES	12
9 Bestimmung von Natriumoxid mittels ICP-AES	13
10 Bestimmung von Kaliumoxid mittels ICP-AES	13
11 Bestimmung von Chrom(III)-oxid mittels ICP-AES	14
12 Bestimmung von Zirkoniumoxid mittels ICP-AES	15
13 Bestimmung von Phosphor(V)-oxid mittels ICP-AES	16
14 Bestimmung von Calcium mittels AAS	18
15 Bestimmung von Magnesiumoxid mittels AAS	20
16 Bestimmung von Natriumoxid mittels AAS	21
17 Bestimmung von Kaliumoxid mittels AAS	22
18 Bestimmung von Manganoxid mittels AAS	23
19 Bestimmung von Chrom(III)-oxid mittels AAS	25
20 Prüfbericht	26

Vorwort

Der Text von ISO 21587-3:2007 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 33 „Refractories“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 21587-3:2007 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 ENV 955-4:1997.

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 21587-3:2007 wurde vom CEN als EN ISO 21587-3:2007 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 21587 legt Verfahren der Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) und der Flammenatomabsorptionsspektrometrie (FAAS) für die chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen und Rohstoffen aus Alumosilicat fest.

Die Verfahren gelten für die folgenden Bestimmungen:

- Silicium(IV)-oxid (SiO_2);
- Aluminiumoxid (Al_2O_3);
- Eisen(III)-oxid (Gesamteisengehalt, berechnet als Fe_2O_3);
- Titan(IV)-oxid (TiO_2);
- Mangan(II)-oxid (MnO);
- Calciumoxid (CaO);
- Magnesiumoxid (MgO);
- Natriumoxid (Na_2O);
- Kaliumoxid (K_2O);
- Chrom(III)-oxid (Cr_2O_3);
- Zirkoniumoxid (ZrO_2);
- Phosphor(V)-oxid (P_2O_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 21587-2:2007, *Chemical analysis of aluminosilicate refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 2: Wet chemical analysis*

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

3 Bestimmung von restlichem Siliciumdioxid in Lösung mittels ICP-AES

3.1 Kurzbeschreibung

Das restliche, in den Stammlösungen (S1) oder (S'1) verbleibende Siliciumdioxid wird mittels ICP-AES bestimmt.

3.2 Reagenzien

Es sind die Reagenzien nach ISO 26845 und ISO 21587-1 sowie die folgenden Reagenzien herzustellen:

3.2.1 Aluminiumoxid-Lösung, Al_2O_3 , 5 mg/ml:

2,65 g Aluminium (Reinheit größer 99,5 % Massenanteil, mit Si kleiner 0,001 % Massenanteil) sind in eine Platinschale (z. B. 100 ml Nennvolumen) einzuwägen. Die Schale ist mit einem Uhrglas abzudecken, dann sind 100 ml Salzsäure (1 + 1) hinzuzufügen; in einem Dampfbad ist zu erhitzen, um das Metall zu lösen. Nach dem Abkühlen ist die Lösung in einem Messkolben mit Wasser auf 1 l zu verdünnen.

3.2.2 Matrixlösung 1:

Ein geeigneter aliquoter Anteil der Aluminiumoxid-Lösung (5 mg/ml) ist in einen 500-ml-Messkolben zu überführen und bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen. Diese Lösung ist frisch herzustellen, wenn sie benötigt wird.

ANMERKUNG Die Menge der zu verwendenden Aluminiumoxid-Lösung ist von der chemischen Zusammensetzung der Probe abhängig. Für eine Probe mit einem Massenanteil an Aluminiumoxid von 35 % sind z. B. 35 ml der Aluminiumoxid-Lösung zu verwenden.

3.2.3 Matrixlösung 2 oder 2':

Es ist das nach ISO 21587-1:2007, 4.2.2.3 oder 4.2.3.3 angegebene Verfahren ohne Probe durchzuführen, wobei aber das Erhitzen der Aufschlussmischung oder des wasserfreien Natriumcarbonats wegzulassen ist. Die Lösung, die der Stammlösung (S1) oder (S'1) entspricht, wird als Matrixlösung 2 oder 2' bezeichnet.

3.2.4 Kalibrierlösung, Reihe 2:

Geeignete, von der Zusammensetzung der Proben abhängige aliquote Mengen der verdünnten Silicium(IV)-oxid-Standardlösung (0,2 mg/ml) sind exakt in je einen 100-ml-Messkolben zu überführen. Jeweils 10 ml der Matrixlösung 1 und entweder der Matrixlösung 2 oder 2' sind jedem Messkolben hinzuzufügen, und die Lösung ist jeweils mit Wasser bis zur Marke zu verdünnen. Tabelle 1 zeigt ein Beispiel.

ANMERKUNG In Tabelle 1 ist ein typisches Beispiel für das Ansetzen der Lösungen angegeben. Eine geeignete Reihe von Kalibrierlösungen wird in Abhängigkeit von der Zusammensetzung der Proben sowie von der Ausführungsart und der Leistungsfähigkeit des verwendeten Gerätes hergestellt.

Tabelle 1 — Beispiel für Kalibrierlösungen, Reihe 2

Kalibrierlösung, Reihe 2	Matrixlösung 1	Matrixlösung 2 oder 2'	Verdünnte Silicium(IV)-oxid- Standardlösung	Konzentration der Lösung
Nr	ml	ml	ml	SiO ₂ mg/100 ml
1	10	10	0	0
2	10	10	1	0,2
3	10	10	2	0,4
4	10	10	5	1,0
5	10	10	10	2,0
6	10	10	15	3,0

3.3 Durchführung

Das verbliebene Silicium(IV)-oxid in der Lösung (S1) oder (S'1) (nach ISO 21587-1:2007, 4.2.2.3 oder 4.2.3.3, hergestellt), ist folgendermaßen zu bestimmen:

10 ml der Stammlösung (S1) oder (S'1) sind in einen 100-ml-Messkolben zu überführen und mit Wasser bis zur Marke zu verdünnen. Diese Lösung für die Bestimmung des gelösten Silicium(IV)-oxids wird als verdünnte Stammlösung (S1d) oder (S'1'd) bezeichnet.

Ein Anteil der verdünnten Stammlösung (S1d) oder (S'1'd) ist in die Argon-Plasmaflamme des ICP-AE-Spektrometers zu sprühen, die Emissionsintensität ist z. B. bei einer Wellenlänge von 251,61 nm zu messen.

3.4 Blindwertversuch

Das in 3.3 beschriebene Verfahren ist mit der Blindwertlösung (B1) oder (B'1) durchzuführen. Die Lösung, die der verdünnten Stammlösung (S1d) oder (S'1'd) entspricht, wird als verdünnte Blindwertlösung (B1d) oder (B'1'd) bezeichnet.

3.5 Aufstellen der Kalibrierkurve

Unter Verwendung der Kalibrierlösungen der Reihe 2 ist das nach 3.3 beschriebene Emissionsverfahren durchzuführen. Der Zusammenhang zwischen der Emissionsintensität und der Masse des Oxids ist graphisch darzustellen und die Kalibrierkurve zu erstellen, indem die Kurve so verschoben wird, dass sie durch den Ursprung verläuft.

Für jede Reihe von Bestimmungen sollte eine neue Kalibrierung durchgeführt werden, indem der gesamte Bereich der Kalibrier- und die Blindwertlösungen angewendet wird.

3.6 Berechnung

Der Massenanteil an Silicium(IV)-oxid w_{SiO_2} , angegeben in Prozent, ist nach der folgenden Gleichung aus der Masse des Silicium(IV)-oxids zu berechnen, die aus den nach 3.3 und 3.4 bestimmten Werten sowie mit Hilfe der nach 3.5 aufgestellten Kalibrierkurve ermittelt wird:

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

Dabei ist

- m die Proben-Einwaage (nach ISO 21587-1:2007, 4.2.2.2 oder 4.2.3.2), in g;
- m_1, m_2 die Differenz der Massen nach ISO 21587-1:2007, 4.2.2.3 oder 4.2.3.3, in g;
- m_3 die Masse des Silicium(IV)-oxids in der nach 3.3 beschriebenen verdünnten Stammlösung (S1d oder S'1d), in g;
- m_4 die Masse des Silicium(IV)-oxids in der nach 3.4 beschriebenen verdünnten Blindwertlösung (B1d oder B'1d), in g.

4 Bestimmung von Eisen(III)-oxid mittels ICP-AES

4.1 Kurzbeschreibung

Die Emissionsintensität von Eisen wird in den nach ISO 21587-1:2007, 4.2.2.3 oder 4.2.3.3, erhaltenen Stammlösungen (S1) oder (S'1) mit dem ICP-AE-Spektrometer gemessen.

4.2 Reagenzien

Alle Reagenzien nach ISO 21587-1:2007, 4.1, 4.2 und 4.3, sowie die folgenden Reagenzien werden benötigt:

4.2.1 Aluminiumoxid-Lösung, Al_2O_3 , 2 mg/ml:

Die Aluminiumoxid-Lösung (10 mg/ml) ist mit Wasser auf ein Fünftel zu verdünnen.

4.2.2 Misch-Standardlösung 2, mit Konzentrationen an Fe_2O_3 von 0,04 mg/ml, TiO_2 von 0,04 mg/ml, MnO von 0,01 mg/ml, Cr_2O_3 von 0,01 mg/ml und an ZrO_2 von 0,01 mg/ml:

Jeweils 40 ml der Eisen(III)-oxid-Standardlösung (1 mg/ml), und der Titan(IV)-oxid-Standardlösung (1 mg/ml) und jeweils 10 ml der Mangan(II)-oxid-Standardlösung (1 mg/ml), der Chrom(III)-oxid-Standardlösung (1 mg/ml) und der Zirkoniumoxid-Standardlösung (1 mg/ml) sind in einen 1 000-ml-Messkolben zu überführen und bis zur Marke mit Wasser zu verdünnen.

4.2.3 Matrixlösung 2 oder 2':

Siehe 3.2.3.

4.2.4 Kalibrierlösungen, Reihe 3:

Geeignete aliquote Mengen der Misch-Standardlösung 2 sind in je einen 100-ml-Messkolben zu überführen. 10 ml der Matrixlösung 2 oder der Matrixlösung 2' und 5 ml der internen Standardlösung (Sc 0,1 mg/ml, Y 0,1 mg/ml) und eine bestimmte Menge Aluminiumoxid-Lösung (2 mg/ml) sind jedem Messkolben hinzuzufügen und jeweils mit Wasser bis zur Marke zu verdünnen.

ANMERKUNG In Tabelle 2 ist ein Beispiel für das Ansetzen der Lösungen angegeben. Eine geeignete Reihe von Kalibrierlösungen ist in Abhängigkeit von der Zusammensetzung der Proben, der Ausführungsart und der Leistungsfähigkeit des verwendeten Gerätes herzustellen.