

Schleifmittelkörnungen und Rohstoffe
Chemische Analyse von Siliciumcarbid
(ISO 9286 : 1997)

DIN
ISO 9286

ICS 25.100.70

Deskriptoren: Schleifmittel, chemische Analyse, Siliciumcarbid, Körnung

Abrasive grains and crude –
Chemical analysis of silicon carbide
(ISO 9286 : 1997)

Abrasifs en grains ou en roche –
Analyse chimique du carbure de silicium
(ISO 9286 : 1997)

Die Internationale Norm ISO 9286 : 1997 "Abrasive grains and crude – Chemical analysis of silicon carbide" ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 9286 : 1997 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 29/SC 5, "Grinding wheels and abrasives" unter Beteiligung deutscher Fachleute erarbeitet. Die für die Erarbeitung zuständige Arbeitsgruppe 7 von ISO/TC 29/SC 5 entwickelt Normen für Körnungen aus Elektrokorund und Siliciumcarbid für Schleifkörper aus gebundenem Schleifmittel, Schleifmittel auf Unterlagen und zum Spanen mit losem Korn. Hierzu gehören Normen zur Bezeichnung, Korngrößenverteilung, Probenahme, Analyse, Prüfung oder der Bestimmung physikalischer Eigenschaften.

Die in ISO 9286 niedergeschriebenen Arbeitsergebnisse enthalten die für die chemische Analyse von Siliciumcarbid genormten Reagenzien, Geräte, Verfahren, Prüfbedingungen und Auswertungen der Ergebnisse.

Fortsetzung Seite 2 bis 24

Normenausschuß Werkzeuge und Spannzeuge (FWS) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Deutsche Übersetzung

Schleifmittelkörnungen und Rohstoffe Chemische Analyse von Siliciumcarbid

Inhalt

	Seite		Seite
1 Anwendungsbereich	3	3.12 Bestimmung des anhaftenden Calciumoxids (CaO_{surf}) und anhaftenden Magnesiumoxids (MgO_{surf})	17
2 Normative Verweisungen	3	3.13 Bestimmung des anhaftenden Magnesiumoxids (MgO_{surf}) und des anhaftenden Calciumoxids (CaO_{surf}) durch Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)	19
3 Analyse der Oberflächenverunreinigungen	3	4 Bestimmung des Siliciumcarbidgehaltes (SiC) von zerkleinertem Siliciumcarbid	19
3.1 Probenahme	3	4.1 Grundlage	19
3.2 Vorbereitung der Probe	3	4.2 Vorbereitung der Probe	20
3.3 Bestimmung des anhaftenden Siliciums (Si_{surf})	3	4.3 Bestimmung des Gesamtkohlenstoffes (C_{total})	21
3.4 Bestimmung des anhaftenden Kohlenstoffes (C_{surf})	6	4.4 Bestimmung des freien Kohlenstoffes (C_{free})	22
3.5 Bestimmung des Abrauchverlustes (LAT)	11	4.5 Berechnung des Gehaltes an Siliciumcarbid (SiC)	23
3.6 Bestimmung des anhaftenden Siliciumdioxids ($\text{SiO}_{2\text{surf}}$)	12	5 Prüfbericht	23
3.7 Berechnung des Gehaltes an Rückstand-SiC (SiC_R)	14	Anhang A Weitere Analyseverfahren	24
3.8 Bestimmung des anhaftenden Eisens (Fe_{surf})	14	Anhang B Zulässige Abweichung als Ergebnis von unterschiedlichen Meßtechniken für die chemische Analyse von Siliciumcarbid	24
3.9 Bestimmung des anhaftenden Eisens durch Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)	15		
3.10 Bestimmung des anhaftenden Aluminiumoxids ($\text{Al}_2\text{O}_{3\text{surf}}$)	15		
3.11 Bestimmung des anhaftenden Aluminiumoxids durch Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)	17		

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitglieds Körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds Körperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitglieds Körperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitglieds Körperschaften.

Die Internationale Norm ISO 9286 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 29 "Kleinwerkzeuge", Subkomitee SC 5 "Schleifscheiben und Schleifmittel" erarbeitet.

Anhang A und B dieser Internationalen Norm dienen nur zur Information.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm behandelt die chemische Analyse von Schleifmittelkörnungen und Rohstoffen für Siliciumcarbid. Sie gilt für die Bestimmung von anhaftenden Verunreinigungen von Schleifmittelkörnungen und die Bestimmung des SiC-Gehalts von zerkleinerten Siliciumcarbid-Stücken mit einem Siliciumcarbidgehalt von mehr als 95 % (Massenanteile).

Ist die Korngröße des Siliciumcarbids größer oder gleich 15 µm, wird die Bestimmung des Abrauchverlustes mit dem in 3.5 angegebenen Verfahren durchgeführt, der Gehalt an Rückstands-SiC (SiC_R) wird nach dem in 3.7 angegebenen Verfahren bestimmt.

Ist die Korngröße des Siliciumcarbids kleiner als 15 µm, muß der Gehalt an SiC mit Hilfe der in 4.3 und 4.4.2.1 oder 4.4.2.3 und 4.5 beschriebenen Verfahren bestimmt werden, weil die in 4.2 und 3.7 angegebenen Verfahren wegen der Oxidation unweigerlich zu falschen Ergebnissen führen.

Ist der Gehalt an Kohlenstoff [$W(C_{\text{surf}})$] größer als 2 % (Massenanteile), ergibt eine coulometrische Bestimmung mit dem in 3.4.2.3 beschriebenen Verfahren korrekte Ergebnisse. Das in 3.4.2.1 beschriebene gravimetrische Verfahren ist nur anwendbar bei einem anhaftenden Kohlenstoffgehalt von mehr als 2 % (Massenanteilen) anwendbar, wenn der Glühvorgang bis zur Gewichtskonstanz oder einem Gewichtsanstieg weitergeführt wird. Das in 3.4.2.2 beschriebene coulometrische Verfahren kann bei über 2 % $W(C_{\text{surf}})$ nicht angewendet werden.

2 Normative Verweisungen

Die im folgenden angegebenen Normen enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text zu Festlegungen dieser Internationalen Norm werden. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung galten die angegebenen Ausgaben. Alle Normen unterliegen Überarbeitungen und die von den auf diese Internationale Norm gegründeten Vereinbarungen Betroffenen werden dazu angehalten, die Möglichkeit zu prüfen, die neuesten Ausgaben Internationaler Normen zu verwenden.

ISO 9138 : 1993
Abrasive grains – Sampling and splitting

3 Analyse der Oberflächenverunreinigungen

Dieser Abschnitt gilt für die Bestimmung der Oberflächenverunreinigungen von Schleifkörnern im Zustand ihrer ursprünglichen Teilchengröße.

3.1 Probenahme

Die Probe wird dem zu analysierenden Los von SiC-Körnern mit Hilfe eines Standard-Verfahrens, z. B. nach ISO 9138, entnommen.

3.2 Vorbereitung der Probe

Die chemische Oberflächenanalyse wird an unbehandelten Schleifmittelkörnungen durchgeführt. Die Probe wird lediglich bei (110±5) °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

3.3 Bestimmung des anhaftenden Siliciums (Si_{surf})

3.3.1 Grundlage

Volumetrisches Verfahren auf der Grundlage der Freisetzung von Wasserstoff durch die Einwirkung von kochender Natriumhydroxidlösung auf das Silicium.

3.3.2 Reagenzien

3.3.2.1 Natriumhydroxidlösung, etwa 25 % (Massenanteile)

3.3.2.2 Destilliertes oder entionisiertes Wasser, das als Sperrflüssigkeit verwendet wird und mit mehreren Tropfen Schwefelsäure angesäuert und mit Methylorange leicht gefärbt wurde.

3.3.3 Geräte

Standard-Laboraausstattung, sowie

3.3.3.1 Apparatur zur Siliciumbestimmung, wie in Bild 1 dargestellt, bestehend aus einer Heizplatte (1) mit einem Sandbad; einem 100 ml Erlenmeyerkolben; weithalsig (2), einem Kugelkühler mit einer Gesamtlänge von etwa 40 cm (3), einem angewinkelten Kapillarrohr (4), einer Gasbürette (5) mit einem zusätzlichen Speichervolumen von 180 ml bis 200 ml (6), einem Gummischlauch, der mit einer Niveauflasche (7) verbunden ist.

Der 100 ml Erlenmeyerkolben ist aufrecht auf das elektrisch beheizte Sandbad zu stellen. Er wird mit dem Kugelkühler mit Hilfe des Gummistopfens gasdicht verbunden. Das Thermometer (3.3.3.4) wird mittels eines T-Stücks in das Kühlwasser eingeführt. Der Kugelkühler wird mit dem oberen Ende der Gasbürette mit Hilfe eines Rohres, das durch den Gummistopfen geht, verbunden. Das Kapillarrohr am unteren Ende der Gasbürette wird mit der Niveauflasche verbunden, die die Sperrflüssigkeit enthält.

3.3.3.2 Barometer

3.3.3.3 Thermometer zur Messung der Umgebungstemperatur

3.3.3.4 Eintauchthermometer zur Prüfung der Temperatur der Kühlflüssigkeit

3.3.3.5 Thermostat

3.3.4 Durchführung

Der nach 3.2 vorbereiteten Probe wird eine Prüfmenge (m) von 5 g, auf $\pm 0,001$ g bestimmt, entnommen, die in den Erlenmeyerkolben eingebracht wird. Die Prüfmenge (m) muß auf weniger als 5 g reduziert werden, wenn das Volumen des entstehenden Wasserstoffes die Kapazität der Bürette wegen des hohen Gehalts an anhaftendem Silicium übersteigt.

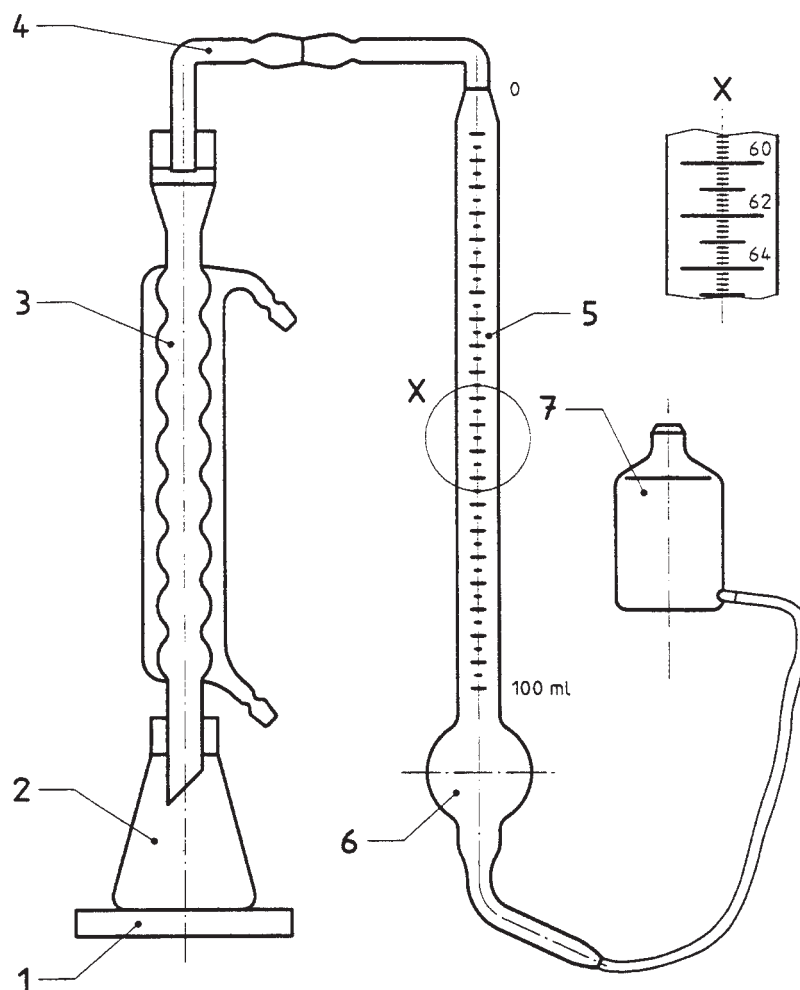
Vor der Einstellung des Ausgangsniveaus in der Gasbürette läßt man das Kühlwasser mindestens 10 Minuten lang im Kugelkühler zirkulieren bis die Temperatur bis auf ± 1 °C konstant bleibt.

Bei der Ablesung des Endniveaus in der Gasbürette muß die Temperatur des Kühlwassers bis auf ± 1 °C die Gleiche wie am Anfang sein.

Wenn Leitungswasser nicht die erforderliche Temperaturkonstanz bis auf ± 1 °C bietet, muß ein Thermostat in den Kühlwasserkreislauf eingefügt werden.

Die Raumtemperatur in der unmittelbaren Umgebung der Gasbürette ist auf 0,1 °C aufzuzeichnen. Wenn diese Temperatur nicht konstant ist, muß die Gasbürette mit einem Thermostatreger ausgestattet sein.

40 ml Natriumhydroxidlösung mit Raumtemperatur werden der zu analysierenden Prüfmenge im Erlenmeyerkolben zugegeben. Der Kolben wird sofort an den Kugelkühler angeschlossen, danach wird die Sperrflüssigkeit schnell auf den Nullpunkt der Gasbürette mit Hilfe der Niveauflasche eingestellt. Das Kapillarrohrchen wird ohne Veränderung der Position der Niveauflasche mit dem Kühler verbunden und das Ausgangsniveau der Sperrflüssigkeit in der Bürette wird auf 0,1 ml abgelesen, nachdem das Niveau in der Bürette und in der Niveauflasche genau eingestellt wurde. Der Inhalt des Erlenmeyerkolbens wird erhitzt und 90 Minuten am Sieden gehalten. Während des Erhitzens und Siedens wird die Gasbürette vor Wärmestrahlung geschützt. Nach Abschluß des Siedevorgangs werden Sandbad und Heizplatte entfernt.



Legende

- 1 Heizplatte
- 2 Erlenmeyerkolben
- 3 Kugelkühler
- 4 angewinkeltes Kapillarrohr

- 5 Gasbürette
- 6 zusätzlicher Speicher
- 7 Niveauflasche

Bild 1: Apparatur für die Bestimmung von Silicium

Der weiterhin mit dem Kühler verbundene Erlenmeyerkolben wird in einem mit kaltem Wasser gefüllten Behälter abgekühlt. Das Wasser wird so oft wie nötig ausgetauscht, um den Erlenmeyerkolben und seinen Inhalt auf die bei Beginn der Analyse festgehaltene Umgebungstemperatur zu bringen.

Es wird überprüft, ob die Temperatur im Erlenmeyerkolben und im Kühler gleich ist. Anschließend werden die Niveaus in der Niveauflasche und der Bürette eingestellt und das Flüssigkeitsniveau in der Bürette wird abgelesen. Dann werden die Raumtemperatur und der Luftdruck festgehalten. Die Differenz zwischen der Raumtemperatur zu Beginn und zum Abschluß der Analyse darf $\pm 3^\circ\text{C}$ nicht überschreiten.

3.3.5 Auswertung der Ergebnisse

Der Gehalt an anhaftendem Silicium, angegeben als Massenanteil in %, wird mit folgender Formel berechnet. Das Ergebnis wird auf zwei Dezimalstellen gerundet.

$$w(\text{Si}_{\text{surf}}) = \frac{0,000627 \times V \times f}{m} \times 100$$

Dabei ist:

V Volumen des in der Gasbürette aufgefangenen Wasserstoffes in ml;

m Gewicht der Prüfmenge in g nach 3.3.4;

0,000627 Umrechnungsfaktor von Volumen Wasserstoffgas in ml auf Masse Silicium in g;

f Korrekturfaktor für die Umrechnung des Wasserstoffgasvolumens auf Normaltemperatur und Normaldruck: 0 °C und 1 013 hPa.

f kann aus Gas-Korrektur-Tabellen unter Berücksichtigung der Temperatur und des Wasserdampfdruckes über der Sperrflüssigkeit entnommen werden.

3.4 Bestimmung des anhaftenden Kohlenstoffs (C_{surf})

3.4.1 Grundlage

Gravimetrische oder coulometrische Bestimmung des Kohlendioxids, das beim Erhitzen des anhaftenden Kohlenstoffes im Sauerstoffstrom in einem Verbrennungsofen entsteht.

3.4.2 Prüfverfahren

3.4.2.1 Gravimetrisches Verfahren

3.4.2.1.1 Geräte

3.4.2.1.1.1 Verbrennungseinrichtung wie in Bild 2 dargestellt.

3.4.2.1.2 Durchführung

Vor dem Beginn der Messungen wird die Verbrennungsapparatur 10 Minuten bis 15 Minuten mit einem Sauerstoffstrom gespült. Der nach 3.2 vorbereiteten Probe wird eine Prüfmenge (m_0) von 2 g, auf $\pm 0,0001$ g bestimmt, entnommen und in ein vorher geglühtes und gewogenes Glüschiffchen eingewogen. Die Absorptionsröhre wird gewogen und in die Verbrennungsapparatur eingebaut. Das Glüschiffchen mit der Probe wird in den heißen Bereich des Röhrenofens bei (900 bis 915) °C eingeschoben. Der Sauerstoffstrom wird 30 Minuten mit einer Durchflußgeschwindigkeit von 100 ml je Minute durch die Apparatur geleitet, danach wird das Absorptionsgefäß entnommen und gewogen. Der Gewichtsanstieg entspricht dem Gewicht des Kohlendioxids (m_2). Schließlich wird das Gewicht des im Glüschiffchen verbliebenen Rückstands (m_1) bis auf $\pm 0,0001$ g bestimmt.

3.4.2.1.3 Auswertung der Ergebnisse

Die Menge an anhaftendem Kohlenstoff, angegeben als Massenanteil in %, wird mit folgender Formel berechnet:

$$w(C_{\text{surf}}) = \frac{(0,2729 \times m_2) - (0,3754 \times m_3)}{m_0} \times 100$$

Dabei ist:

m_0 Gewicht der Probe in g vor der Verbrennung (= Gewicht der Probe wie nach 3.4.2.1.2 gewogen);

m_1 Gewicht der Probe in g nach der Verbrennung;

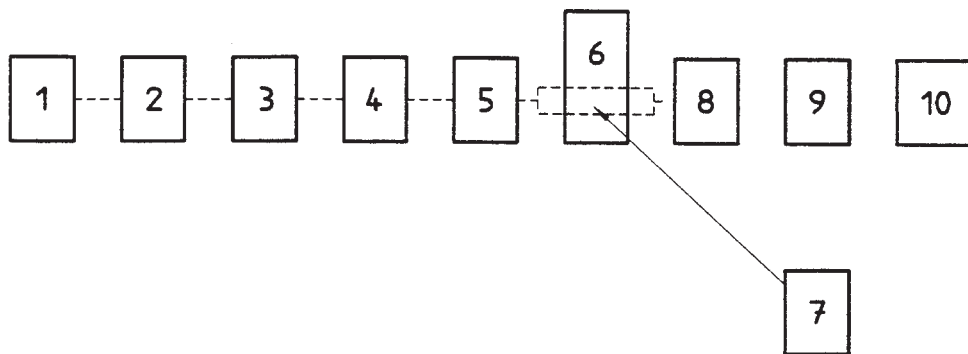
m_2 Gewicht des Kohlendioxids in g.

$$m_3 = m_1 - m_0 + 0,2729 m_2$$

$$0,2729 = \frac{M_r(C)}{M_r(CO_2)}$$

$$0,3754 = \frac{M_r(C)}{M_r(O_2)}$$

Das Bestimmungs- und Berechnungsverfahren berücksichtigt die mögliche Oxidation des Siliciumcarbids.



Legende

- 1 Sauerstoffquelle
- 2 Ventil zur Regelung des Durchflusses
- 3 Durchflußmesser
- 4 Säule für die Absorption von CO_2
- 5 Trockensäule mit nicht-wäßrigem $Mg(ClO_4)_2$
- 6 Verbrennungsofen
- 7 Verbrennungsgefäß (Auslaß mit eisenhaltiger Glaswolle gefüllt)
- 8 Säule mit Zinkgranulaten von 1 mm Größe
- 9 Gaswaschflasche mit H_2SO_4 (Dichte 1,84 g/ml)
- 10 Absorptionsrohr mit einem Absorptionsmittel für CO_2 , an beiden Enden mit Glaswolle verschlossen eine Schicht $Mg(ClO_4)_2$ von etwa 10 mm bis 15 mm Dicke, deckt das Absorptionsmittel für CO_2 ab.

Bild 2: Verbrennungseinrichtung zur Bestimmung des Kohlenstoffs (Widerstandsofen)

3.4.2.2 Allgemeines coulometrisches Verfahren

3.4.2.2.1 Reagenzien

3.4.2.2.1.1 Bariumperchlorat-Lösung

Etwa 200 g Bariumperchlorat [$Ba(ClO_4)_2$] werden in destilliertem oder entionisiertem Wasser gelöst und auf 1 Liter aufgefüllt.

3.4.2.2.1.2 Bariumcarbonat ($BaCO_3$)

3.4.2.2.1.3 Wasserstoffperoxid auf Harnstoff absorbiert [$H_2O_2-CO(NH_2)_2$], z. B. Perhydrittabletten

3.4.2.2.1.4 2-Propylalkohol (Isopropylalkohol) $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$

3.4.2.2.1.5 granulierter Natronkalk

3.4.2.2.1.6 Pufferlösungen zur Eichung des pH-Meßgeräts entsprechend den Herstellerangaben

3.4.2.2.1.7 Sauerstoff, 99,99 % (Volumenanteil)

3.4.2.2.2 Geräte

Standard-LaboraAusstattung, sowie

3.4.2.2.2.1 Verbrennungsapparatur wie in Bild 3 dargestellt

Der Verbrennungsofen muß bei $(1\ 100 \pm 30)^\circ\text{C}$ arbeiten können.

3.4.2.2.2.2 Thermoelement mit Anzeige zur Messung der Ofentemperatur

3.4.2.2.2.3 Strömungsmesser

Aufbau und Betrieb sind den Anweisungen des Geräteherstellers zu entnehmen. Zur Inbetriebnahme einer neuen Apparatur oder für gelegentliche Inspektionen werden mehrere Bestimmungen an einer Referenzprobe mit bekanntem Gehalt an anhaftendem Kohlenstoff wie in 3.4.2.2.3 angegeben durchgeführt, bevor die gewünschte Probe geprüft wird. Der ermittelte Kohlenstoffgehalt muß innerhalb zulässiger Grenzen dem Kohlenstoffgehalt der Referenzprobe entsprechen.

3.4.2.2.3 Durchführung

Der nach 3.2 vorbereiteten Probe wird eine Prüfmenge (m_0) von 0,2 g, auf $\pm 0,0001$ g bestimmt, entnommen und in ein Glühschiffchen eingebracht, das kurz vorher geglüht wurde, um den Kohlenstoff zu entfernen. Der Verbrennungsofen wird auf $(850 \pm 20)^\circ\text{C}$ erhitzt, das Schiffchen wird eingeschoben. Die Innentemperatur wird abgelesen und die Ofentemperatur wird entsprechend eingestellt. Es ist üblich, das Gas zu fraktionieren, d. h., daß nur ein Teil (normalerweise ein Zehntel) des zu analysierenden Gases verwendet wird; dies gilt nicht bei sehr niedrigem Gehalt an anhaftendem Kohlenstoff; hier wird keine Gasteilung durchgeführt.

Der Sauerstoffstrom wird so eingestellt, daß die Umgebungsluft nicht eindringen kann. Bei der oben angegebenen Temperatur dauert die Bestimmung des anhaftenden Kohlenstoffes 10 Minuten. Jeder Analysenreihe muß eine Blindwertbestimmung vorausgehen, bei der ein vorgeglühtes Schiffchen (ohne Gasteilung) verwendet wird. Der Mittelwert ($\bar{l}$) aus drei voneinander unabhängigen Bestimmungen wird berechnet.

In der Regel ergibt der Blindversuch einen Kohlenstoffgehalt, der zwischen 0,01 % (Massenanteile) und 0,02 % (Massenanteile) variiert.

3.4.2.2.4 Auswertung der Ergebnisse

Der Gehalt an anhaftendem Kohlenstoff (C_{surf}), angegeben als Massenanteil in %, wird nach der folgenden Formel berechnet; das Ergebnis wird auf die zweite Dezimalstelle gerundet:

$$w(C_{\text{surf}}) = \frac{(l \times f) - (l' \times f') \times x}{m_0 \times 1\ 000} \times 100$$