

DIN EN ISO 21068-2



ICS 81.080

Entwurf

Einsprüche bis 2023-08-02
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 21068-2:2008-12

Chemische Analyse von Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen, die Siliciumcarbid, Siliciumnitrid, Siliciumoxinitrid und Sialon enthalten –**Teil 2: Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen Bestandteilen, Gesamtkohlenstoff, freiem Kohlenstoff, Siliziumcarbid, gesamtem und freiem Silizium, freiem und anhaltendem Siliziumdioxid (ISO/DIS 21068-2:2023);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 21068-2:2023**

Chemical analysis of raw materials and refractory products containing silicon-carbide, silicon-nitride, silicon-oxynitride and sialon –

Part 2: Determination of volatile components, total carbon, free carbon, silicon carbide, total and free silicon, free and surface silica (ISO/DIS 21068-2:2023);

German and English version prEN ISO 21068-2:2023

Analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires contenant du carbure de silicium, du nitrure de silicium, de l'oxynitride de silicium et du sialon –

Partie 2: Détermination des composants volatiles, du carbone total, du carbone libre, du carbure de silicium, de la silice totale et libre, du silicium libre et de surface (ISO/DIS 21068-2:2023);

Version allemande et anglaise prEN ISO 21068-2:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-06-02 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 92 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21068-2:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 33 „Refractories“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 187 „Feuerfeste Erzeugnisse und Werkstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-02-66 AA „Chemische Analyse von Keramik- und Glaswerkstoffen“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 1927-1	siehe	DIN EN ISO 1927-1
ISO 3310-1	siehe	DIN ISO 3310-1
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 10081-4	siehe	DIN EN ISO 10081-4
ISO 12677	siehe	DIN EN ISO 12677
ISO 20565-1	siehe	DIN EN ISO 20565-1
ISO 20565-2	siehe	DIN EN ISO 20565-2
ISO 20565-3	siehe	DIN EN ISO 20565-3
ISO 21068-1:2008	siehe	DIN EN ISO 21068-1:2008-12
ISO 21068-2:2008	siehe	DIN EN ISO 21068-2:2008-12
ISO 21068-3:2008	siehe	DIN EN ISO 21068-3:2008-12
ISO 21079-1	siehe	DIN EN ISO 21079-1
ISO 21079-2	siehe	DIN EN ISO 21079-2
ISO 21079-3	siehe	DIN EN ISO 21079-3
ISO 21587-1	siehe	DIN EN ISO 21587-1
ISO 21587-2	siehe	DIN EN ISO 21587-2
ISO 21587-3	siehe	DIN EN ISO 21587-3
ISO 26845	siehe	DIN EN ISO 26845

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 21068-2:2008-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- der Anwendungsbereich wurde erweitert für die Bestimmung von Siliciumcarbid, Siliciumnitrid, Siliciumoxynitrid und Sialon;
- das Dokument wurde umfassend redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 1927-1, *Ungeformte (monolithische) feuerfeste Erzeugnisse — Teil 1: Einführung und Klassifizierung*

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

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 10081-4, *Klassifizierung dichter geformter feuerfester Erzeugnisse — Teil 4: Sondererzeugnisse*

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

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

DIN EN ISO 20565-2, *Chemische Analyse von chromhaltigen feuerfesten Erzeugnissen und chromhaltigen Rohstoffen (Alternative zum Röntgenfluoreszenzverfahren) — Teil 2: Nasschemische Verfahren*

DIN EN ISO 20565-3, *Chemische Analyse von chromhaltigen feuerfesten Erzeugnissen und chromhaltigen Rohstoffen (Alternative zum Röntgenfluoreszenzverfahren) — Teil 3: Flammenatomabsorptionsspektrometrie (FAAS) und Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES)*

DIN EN ISO 21068-1:2008-12, *Chemische Analyse von Siliciumcarbid enthaltenden Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen — Teil 1: Allgemeine Angaben und Probenvorbereitung (ISO 21068-1:2008); Deutsche Fassung EN ISO 21068-1:2008*

DIN EN ISO 21068-2:2008-12, *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*

DIN EN ISO 21068-3:2008-12, *Chemische Analyse von Siliciumcarbid enthaltenden Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen — Teil 3: Bestimmung des Gehaltes an Stickstoff, Sauerstoff sowie metallischen und oxidischen Bestandteilen (ISO 21068-3:2008); Deutsche Fassung EN ISO 21068-3:2008*

DIN EN ISO 21079-1, *Chemische Analyse von aluminiumoxid-, zirkoniumoxid- und silicium(IV)-oxidhaltigen feuerfesten Erzeugnissen — Feuerfeste Erzeugnisse mit einem Massenanteil an ZrO_2 von 5 % bis 45 % (Alternative zum Röntgenfluoreszenzverfahren) — Teil 1: Geräte, Reagenzien und Aufschluss*

DIN EN ISO 21079-2, *Chemische Analyse von aluminiumoxid-, zirkoniumoxid- und silicium(IV)-oxidhaltigen feuerfesten Erzeugnissen — Feuerfeste Erzeugnisse mit einem Massenanteil an ZrO_2 von 5 % bis 45 % (Alternative zum Röntgenfluoreszenzverfahren) — Teil 2: Nasschemische Analyse*

DIN EN ISO 21079-3, *Chemische Analyse von aluminiumoxid-, zirkoniumoxid- und silicium(IV)-oxidhaltigen feuerfesten Erzeugnissen — Feuerfeste Erzeugnisse mit einem Massenanteil an ZrO_2 von 5 % bis 45 % (Alternative zum Röntgenfluoreszenzverfahren) — Teil 3: Flammenatomabsorptionsspektrophotometrie (FAAS) und Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES)*

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 21587-3, *Chemische Analyse feuerfester Erzeugnisse aus Alumosilicat (Alternative zum Röntgenfluoreszenzverfahren) — Teil 3: Verfahren mit induktiv gekoppeltem Plasma und Atomabsorptionsspektrometrie*

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)*

DIN ISO 3310-1, *Analysensiebe — Technische Anforderungen und Prüfung — Teil 1: Analysensiebe mit Metaldrahtgewebe*

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

Chemische Analyse von Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen, die Siliciumcarbid, Siliciumnitrid, Siliciumoxinitrid und Sialon enthalten – Teil 2: Bestimmung des Gehaltes an flüchtigen Bestandteilen, Gesamtkohlenstoff, freiem Kohlenstoff, Siliziumcarbid, gesamtem und freiem Silizium, freiem und anhaltendem Siliziumdioxid (ISO/DIS 21068-2:2023)

Chemical analysis of raw materials and refractory products containing silicon-carbide, silicon-nitride, silicon-oxynitride and sialon – Part 2: Determination of volatile components, total carbon, free carbon, silicon carbide, total and free silicon, free and surface silica (ISO/DIS 21068-2:2023)

Analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires contenant du carbure de silicium, du nitrure de silicium, de l'oxynitrure de silicium et du sialon – Partie 2: Détermination des composants volatiles, du carbone total, du carbone libre, du carbure de silicium, de la silice totale et libre, du silicium libre et de surface (ISO/DIS 21068-2:2023)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	5
Vorwort	6
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	9
2 Normative Verweisungen	9
3 Begriffe	10
4 Bestimmung flüchtiger Bestandteile durch gravimetrische Verfahren	10
4.1 Allgemeines	10
4.2 Bestimmung des Trocknungsverlustes bei 250 °C (LOD ₂₅₀)	10
4.2.1 Kurzbeschreibung	10
4.2.2 Prüfgerät	10
4.2.3 Durchführung	10
4.2.4 Berechnung	10
4.3 Bestimmung des Glühverlustes in Argon (LOI _{Ar})	11
4.3.1 Kurzbeschreibung	11
4.3.2 Prüfgerät	11
4.3.3 Prüfanordnung	11
4.3.4 Reagenzien	12
4.3.5 Durchführung	12
4.3.6 Berechnung	13
5 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff	13
5.1 Anwendungsbereich	13
5.2 Verbrennungsverfahren	13
5.2.1 Verbrennung in einem Widerstandsofen mit Bleiborat oder Zinn als Aufschlussmittel	13
5.2.2 Verbrennung in einem Induktionsofen (IF) mit Metallpulver als Aufschlussmittel	15
5.3 Messverfahren	15
5.3.1 Coulometrie	16
5.3.2 Bestimmung des freigesetzten Kohlenstoffdioxids, CO ₂ , durch Infrarot-Absorption (IR)	16
5.3.3 Wärmeleitfähigkeitsverfahren (TC, en: thermal conductivity)	16
5.4 Angabe der Ergebnisse	16
6 Bestimmung des Gehalts an freiem Kohlenstoff	17
6.1 Allgemeines	17
6.1.1 Direkte Verfahren	17
6.1.2 Indirekte Verfahren	22
7 Bestimmung des Gehaltes an Siliciumcarbid	25
7.1 Allgemeines	25
7.2 Bestimmung des Siliciumcarbids, SiC, durch das indirekte Verfahren	25
7.2.1 Kurzbeschreibung	25
7.2.2 Berechnung	25
7.2.3 Präzision	26
7.3 Bestimmung des Siliciumcarbids, SiC, durch Verbrennungsverfahren	26
7.3.1 Durchführung	26
7.3.2 Berechnung	26
7.4 Bestimmung des Siliciumcarbids, SiC, durch Verbrennung bei 750 °C	26
7.4.1 Kurzbeschreibung	26
7.4.2 Erzeugung des Rückstands	27
7.4.3 Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts im Rückstand	27
7.4.4 Berechnung	27
8 Bestimmung des Gesamtsiliciumgehaltes	28
9 Bestimmung des freien Siliciumgehaltes	28
9.1 Kurzbeschreibung	28

9.2	Vorbehandlung mit Salzsäure	28
9.3	Bestimmung des freien Siliciums durch Wasserstoffentwicklung	28
9.3.1	Reagenzien	28
9.3.2	Prüfgerät	29
9.3.3	Masse der Analysenprobe	29
9.3.4	Durchführung	30
9.3.5	Blindwertbestimmung	31
9.3.6	Berechnung	31
10	Bestimmung des Gehaltes an freiem Silicium(IV)-oxid	32
10.1	Kurzbeschreibung	32
10.2	Reagenzien	32
10.3	Prüfgerät	32
10.4	Probenvorbereitung	32
10.5	Durchführung	33
10.5.1	Bestimmung	34
10.5.2	Berechnung und Angabe des SiO ₂ -Gehalts	34
11	Bestimmung des Gehaltes an anhaftendem Silicium(IV)-oxid	34
12	Angabe der Ergebnisse	34
13	Prüfbericht	35
Anhang A	(informativ) Präzisionsdaten	36
A.1	Präzisionsdaten, die bei der Analyse von feuerfesten Erzeugnissen erhalten wurden, die Kohlenstoff und/oder Siliciumcarbid enthalten	36
A.1.1	Proben	36
A.1.2	Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts	36
A.1.3	Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffgehalts	37
A.1.4	Präzisionsdaten für die Bestimmung des Siliciumcarbidgehalts	39
A.1.5	Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Siliciumgehalts	40
A.2	Präzisionsdaten, die in einem Ringversuch für die Zertifizierung des zertifizierten Referenzmaterials BAM-S008 Siliciumcarbidpulver erhalten wurden	41
A.2.1	Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts	41
Anhang B	(informativ) Beispiele für zertifizierte Referenzmaterialien zur Kalibrierung eines Kohlenstoff-Prüfgerätes	43
Anhang C	(informativ) Korrektur des freien Kohlenstoffgehalts im Falle der Oxidation von SiC	44
Literaturhinweise		45

Bilder

Bild 1	— Prüfaufbau zur Bestimmung des Verlustes bei Kalzinierung in Argon	12
Bild 2	— Beispiel für ein Reaktionsgefäß	20
Bild 3	— Beurteilung der CO ₂ -Freisetzungskurve	21
Bild 4	— Prüfgerät für die Bestimmung des freien Siliciums	30
Bild 5	— Prüfgerät für die Bestimmung von freiem Silicium(IV)-oxid	33

Tabellen

Tabelle 1	— Verfahren zur Bestimmung flüchtiger Bestandteile	10
Tabelle 2	— Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffs	22
Tabelle 3	— Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffs	24
Tabelle 4	— Masse der Analysenprobe	29
Tabelle 5	— Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Silicium(IV)-oxids	34
Tabelle A.1.2.1	— Präzisionsdaten für Gesamtkohlenstoff	36
Tabelle A.1.2.2	— Einzelwerte für Gesamtkohlenstoff, % Massenanteil	37
Tabelle A.1.3.1	— Präzisionsdaten für freien Kohlenstoff	38

Tabelle A.1.3.2 — Einzelwerte für freien Kohlenstoff, % Massenanteil	38
Tabelle A.1.4.1 — Präzisionsdaten für Siliciumcarbid	39
Tabelle A.1.4.2 — Einzelwerte für Siliciumcarbid, % Massenanteil	39
Tabelle A.1.5.1 — Präzisionsdaten für freies Silicium	40
Tabelle A.1.5.2 — Einzelwerte für freies Silicium, % Massenanteil	40
Tabelle A.2.1.1 — Präzisionsdaten für Gesamtkohlenstoff	41
Tabelle A.2.1.2 — Einzelwerte für Gesamtkohlenstoff, % Massenanteil	41
Tabelle 2 — Beispiele für feuerfeste CRMs, die Kohlenstoff und Siliciumcarbid enthalten	43

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21068-2:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 33 „Refractories“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 187 „Feuerfeste Erzeugnisse und Werkstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat von BSI gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 21068-2:2008 ersetzen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 21068-2:2023 wurde von CEN als prEN ISO 21068-2:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Internationale Normen werden in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Directives, Teil 2 erarbeitet.

Die Hauptaufgabe der Technischen Komitees besteht in dem Erarbeiten von Internationalen Normen. Die von den Technischen Komitees angenommenen Norm-Entwürfe werden den Mitgliedsorganisationen zur Umfrage zur Verfügung gestellt. Für eine Veröffentlichung als Internationale Norm wird eine Zustimmung von mindestens 75 % der Mitgliedsländer, die abgestimmt haben, benötigt.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

ISO 21068-2 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 33, *Refractories* erarbeitet.

ISO 21068 besteht unter dem allgemeinen Titel *Chemical analysis of raw materials and refractory products containing silicon-carbide, silicon-nitride, silicon-oxynitride and sialon* aus den folgenden Teilen:

- *Part 1: General information and sample preparation*
- *Part 2: Determination of volatile components, total carbon, free carbon, silicon carbide, total and free silicon, free and surface silica*
- *Part 3: Determination of nitrogen, oxygen and metallic and oxidic constituents*
- *Part 4: XRD methods*

Einleitung

ISO 21068-1 bis ISO 21068-4 wurden durch die Kombination von EN 12698-1:2007 [8] und EN 12698-2:2007 [9] mit ISO 21068-1:2008 bis ISO 21068-3:2008 [10] bis [12] erstellt. Letztere Norm wurde durch die Kombination der Japanischen Norm JIS R 2011:2007 [1] und Normungsvorhaben, die von CEN bearbeitet wurden, entwickelt. Da eine breite Vielfalt an Laborausstattung gebräuchlich ist, sind die am häufigsten angewendeten Verfahren beschrieben.

Der neue Teil 4 von ISO 21068 ist aus der Europäischen Norm EN 12698-2:2007 [9] abgeleitet, die XRD-Verfahren zur Bestimmung von mineralogischen Phasen, die gewöhnlich in feuerfesten Erzeugnissen aus nitrid- und oxynitridgebundenem Siliciumcarbid vorkommen, mittels Bragg-Brentano-Diffraktometer enthält.

ISO 21068-1 bis ISO 21068-4 gelten für die Analyse aller nach ISO 10081, Teil 1 bis Teil 4 [2] bis [5] (geformte Erzeugnisse), und ISO 1927-1 [6] (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 einem geringen 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}) und leitet aus diesen beiden Werten den Gehalt an Siliciumcarbid ab. Der neue Teil 4 enthält Einzelheiten zur Probenvorbereitung und zu allgemeinen Grundsätzen für die qualitative und quantitative Analyse der mineralogischen Phasenzusammensetzung. Die quantitative Bestimmung von $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$, $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$, Si_2ON_2 , AlN und SiAlON wird behandelt.

Im Fall des Vorhandenseins von freiem Kohlenstoff enthält die Norm unterschiedliche Wärmebehandlungen zur gravimetrischen Bestimmung von Massenänderungen. Der verbleibende Rückstand wird häufig für andere Bestimmungen verwendet.

Die in ISO 21068-1 bis ISO 21068-4 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 ISO 21068-1 bis ISO 21068-4 wird auch die Bestimmung von Siliciumdioxid, des Gehaltes an gesamtem Silicium, Sauerstoff und Stickstoff sowie anderen oxidisch gebundenen Metallen, die gewöhnlich in den Werkstoffen vorhanden sind, beschrieben.

Die Norm enthält eine nach Werkstoffzusammensetzung allgemein geordnete Auflistung von Analyseverfahren. Die Nachweisführung der Anwendbarkeit eines Verfahrens in Abhängigkeit vom Werkstoff und von den Analysenanforderungen sollte jedoch weiterhin durch den Anwender erfolgen.

Die am weitesten verbreiteten Analyseverfahren wie zum Beispiel Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) und optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES, en: inductively coupled plasma-optical emission spectrometry) haben den Nachteil, dass die Analyseergebnisse unabhängig von der chemischen Spezies sind. Für kohlenstoffhaltige keramische Rohstoffe und Zusammensetzungen bieten ISO 21068-1 bis ISO 21068-4 Analyseverfahren für die Bestimmung von freiem Kohlenstoff sowie von SiC bei Vorhandensein sauerstoffhaltiger Bestandteile, insbesondere von SiO_2 .

Aufgrund der Verschiedenheit der Laborgeräte sind in den vier Teilen von ISO 21068 weit verbreitete Analyseverfahren, die äquivalente Ergebnisse erzielen, zusammengefasst. Beispielsweise beruht die Bestimmung von Kohlenstoff in allen beschriebenen Verfahren auf der Reaktion von Kohlenstoff mit Sauerstoff bei erhöhten Temperaturen zu CO_2 . Somit wird Kohlenstoff als CO_2 analysiert.

Ebenso wie Kohlenstoff- und Carbidverbindungen werden metallisches Silicium, Aluminium und Magnesium betrachtet. Während metallisches Silicium hauptsächlich ein Vormaterial ist, das nach dem Herstellungsprozess von SiC im Rohstoff verbleibt, wird metallisches Aluminium als Antioxidationsmittel in kohlenstoffhaltigen feuerfesten Formulierungen zugegeben.

Hauptsächlich sauerstoffgebundene Bestandteile, wie Al_2O_3 , CaO , MgO , TiO_2 , Cr_2O_3 , ZrO_2 und basische Bestandteile können durch RFA, ICP-OES oder nasschemische Verfahren bestimmt werden (siehe ISO 12677, ISO 26845, ISO 21587, Teil 1 bis Teil 3). Diese Ergebnisse können durch Gleichungen, die in ISO 21068-1 bis ISO 21068-4 enthalten sind, unter Berücksichtigung der Werte, die bei der Bestimmung von Kohlenstoff, SiC und metallischen Bestandteilen erzielt wurden, berichtigt werden.

ISO 21068-1 bis ISO 21068-4 bieten ebenfalls Verfahren für qualitative und quantitative Bestimmungen des Stickstoffgehaltes und die Bestimmung von Sauerstoff. Dabei wird nur der Gesamtgehalt an Stickstoff und Sauerstoff angegeben; eine genaue Bestimmung von Nichtcarbid-Bestandteilen (Oxide und Nitride) ist auf diese Weise nicht möglich.

ISO 21068-1 bis ISO 21068-4 stellen auch Verfahren zur quantitativen Unterscheidung zwischen verschiedenen Arten von Nitriden wie Siliciumnitrid, Siliciumoxynitrid und Sialon bereit.

1 Anwendungsbereich

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

2 Normative Verweisungen

Die folgenden in Bezug genommenen 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 3310-1, *Test sieves — Technical requirements and testing — Part 1: Test sieves of metal wire cloth*

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

ISO 12677, *Chemical analysis of refractory products by X-ray fluorescence (XRF) — Fused cast-bead method*

ISO 20565-1, *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 20565-2, *Chemical analysis of chrome-bearing refractory products and chrome-bearing raw materials (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 2: Wet chemical analysis*

ISO 20565-3, *Chemical analysis of chrome-bearing refractory products and chrome-bearing raw materials (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 3: Flame atomic absorption spectrometry (FAAS) and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES)*

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

ISO 21079-1, *Chemical analysis of refractories containing alumina, zirconia and silica — Refractories containing 5 percent to 45 percent of ZrO₂ (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 1: Apparatus, reagents and dissolution*

ISO 21079-2, *Chemical analysis of refractories containing alumina, zirconia, and silica — Refractories containing 5 percent to 45 percent of ZrO₂ (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 2: Wet chemical analysis*

ISO 21079-3, *Chemical analysis of refractories containing alumina, zirconia, and silica — Refractories containing 5 percent to 45 percent of ZrO₂ (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 3: Flame atomic absorption spectrophotometry (FAAS) and inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-AES)*

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

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

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

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

3 Begriffe

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

4 Bestimmung flüchtiger Bestandteile durch gravimetrische Verfahren

4.1 Allgemeines

Die Bestimmung flüchtiger Bestandteile ist als Massenänderung festgelegt, die durch Wärmebehandlung der Probe bei einer festgelegten Temperatur verursacht wird. Die Änderung der Masse wird durch Wägen ermittelt.

Tabelle 1 gibt einen Überblick über Verfahren zur Bestimmung flüchtiger Bestandteile.

Tabelle 1 — Verfahren zur Bestimmung flüchtiger Bestandteile

Titel des Verfahrens	Temperatur	Unterabschnitt	Anwendung
Trocknungsverlust (LOD_{250})	250 °C	4.2	Zugesetztes Wasser und chemisch gebundenes Wasser werden entfernt, zum Beispiel in Ton enthaltenden plastischen Formulierungen
Glühverlust in Argon (LOI_{Ar})	750 °C	4.3	Alle flüchtigen Bestandteile aus pech- oder harzgebundenen Formulierungen werden entfernt

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

4.2.1 Kurzbeschreibung

Die Analysenprobe wird auf (250 ± 10) °C erwärmt, und die Massenänderung wird gravimetrisch bestimmt.

4.2.2 Prüfgerät

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

4.2.3 Durchführung

Der wärmebeständige Behälter wird 30 min bei (250 ± 10) °C erwärmt. Er wird in einem Exsikkator abgekühlt, gewogen, und seine Leermasse m_0 wird auf 0,01 g aufgezeichnet.

100 g bis 600 g der Probe werden in den Behälter gefüllt und glattgestrichen. Dann wird die Masse des Behälters und der Probe, m_1 , auf 0,01 g bestimmt und aufgezeichnet.

Der Behälter wird ohne Deckel der Luft ausgesetzt und 16 h auf (250 ± 10) °C erwärmt. Er wird in einem Exsikkator abkühlen gelassen. Die Masse des Behälters zuzüglich der getrockneten Probe, m_2 , wird auf 0,01 g bestimmt und aufgezeichnet.

4.2.4 Berechnung

Der Trocknungsverlust bei 250 °C, LOD_{250} , wird als Massenanteil in Prozent nach Gleichung (1) berechnet.

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

Dabei ist

m_0 die Leermasse des Behälters, in Gramm;

m_1 die Masse von Behälter und Probe vor dem Erwärmen, in Gramm;

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

4.3 Bestimmung des Glühverlustes in Argon (LOI_{Ar})

4.3.1 Kurzbeschreibung

Die Probe wird in einer Argonatmosphäre bei 750 °C erwärmt, um flüchtige Bestandteile zu entfernen. Die Änderung der Masse wird gravimetrisch bestimmt.

ANMERKUNG Der Rückstand kann für die Bestimmung von C_{gesamt} , SiC und C_{frei} in Werkstoffen, die organische Bestandteile enthalten, verwendet werden. Die Änderung der Masse während der Erwärmung in Argon ist für die Berechnung von C_{gesamt} , SiC und C_{frei} zu berücksichtigen.

4.3.2 Prüfgerät

Herkömmliches Laborgerät sowie Folgendes.

4.3.2.1 U-Rohr mit Schliffstopfen, gefüllt mit Magnesiumperchlorat.

4.3.2.2 Widerstandsofen, der in der Lage ist, in der Mitte der Heizzone (750 ± 25) °C zu erreichen.

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 mit einem geeigneten Durchmesser, bestehend aus Porzellan, Sillimanit, Quarz oder einem anderen geeigneten Werkstoff.

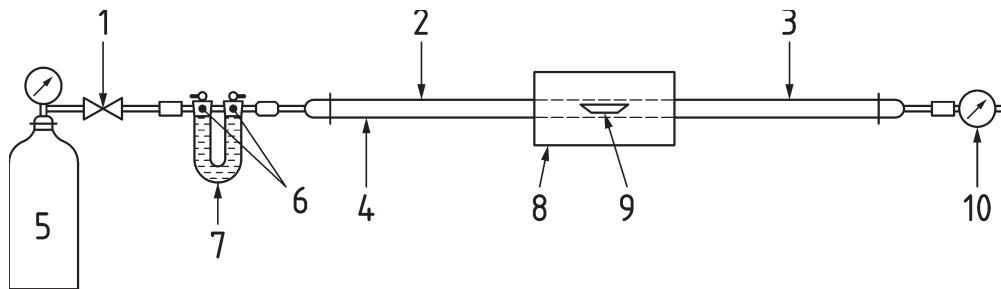
4.3.2.5 Offene Verbrennungsschiffchen aus unglasiertem Keramikwerkstoff, deren Länge für den Ofenbereich mit konstanter Temperatur passend ist. Die Verbrennungsschiffchen müssen ausreichend breit für die Aufnahme der für die Bestimmung erforderlichen Probenmenge sein.

4.3.2.6 Gasdurchfluss-Messgerät mit einem Skalenendwert von etwa 20 l/h.

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

4.3.3 Prüfanordnung

Die Prüfanordnung ist nach Bild 1 aufgebaut.



Legende

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

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

4.3.4 Reagenzien

4.3.4.1 Argon, 99,997 %.

4.3.5 Durchführung

4.3.5.1 Überprüfung der Prüfanordnung, Blindwertbestimmung

Für die Überprüfung einer neu aufgebauten Prüfanordnung oder für die Durchführung von wiederkehrenden Überprüfungen sind mindestens 2 Proben mit bekanntem Gehalt an flüchtigen Bestandteilen vor der Bestimmung der Analysenprobe wie in 4.3.5.2 beschrieben zu kalzinieren.

Die Differenz zwischen dem nach 4.3.5.2 erzielten Ergebnis und dem bekannten Gehalt an flüchtigen Bestandteilen muss als Blindwert betrachtet werden.

4.3.5.2 Bestimmung

Es werden mindestens zwei Bestimmungen durchgeführt.

Vor Gebrauch wird das Prüfgerät mindestens 15 min mit Argon gespült (4.3.4.1).

Das leere Verbrennungsschiffchen, das zuvor auf $(750 \pm 25)^\circ\text{C}$ erwärmt wurde, wird gewogen, und die Masse m_0 wird aufgezeichnet. Dann werden etwa 2 g der Probe auf 0,001 g in das Verbrennungsschiffchen eingewogen, und die Masse m_1 wird aufgezeichnet.

Das Verbrennungsschiffchen und die Probe werden in der Kältezone A des Prüfgerätes bei 200°C eingebracht. Argon wird mit einer Durchflussrate hindurchgeleitet, die innerhalb von 15 min mindestens einen fünffachen Gasaustausch im Rohr sicherstellt.

ANMERKUNG 1 Die erforderliche Argon-Durchflussrate kann wie folgt abgeschätzt werden:

$$FR(\text{Ar}) = \frac{\pi \times ID^2 \times l}{200\,000}$$

Dabei ist

$FR(\text{Ar})$ die Argon-Durchflussrate, l/h;

ID der Innendurchmesser des Rohres, mm;

l die Länge des Rohres, mm.

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

Das Verbrennungsschiffchen wird in die Kältezone B überführt und im Argonstrom bei 200°C abgekühlt.

ANMERKUNG 2 Eine Dauer von 20 min ist gewöhnlich für das Abkühlen der Probe erforderlich.

Das Schiffchen wird in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abkühlen gelassen, die Masse wird auf 0,001 g bestimmt, und die Endmasse m_2 wird aufgezeichnet.

Die Kalzinierung im Argonstrom bei $(750 \pm 25)^\circ\text{C}$ wird bis zur Massenkonstanz wiederholt, 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, wird er homogenisiert und in einer verschlossenen Wägeflasche in einem Exsikkator aufbewahrt.

4.3.6 Berechnung

Der Glühverlust in Argon bei 750°C , LOI_{Ar} , wird als Massenanteil in Prozent nach Gleichung (2) berechnet.

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

Dabei ist

m_0 die Masse des leeren Verbrennungsschiffchens, in Gramm;

m_1 die Masse des Verbrennungsschiffchens und der Probe vor dem Erwärmen, in Gramm;

m_2 die Masse des Verbrennungsschiffchens und der Probe nach dem Erwärmen, in Gramm.

5 Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff

5.1 Anwendungsbereich

Dieser Abschnitt beschreibt die quantitative Analyse des Gesamtkohlenstoffgehaltes mittels Verbrennung in einem Widerstands- oder Induktionsofen. In beiden Fällen wird die Probe in einem Sauerstoffstrom verbrannt, wobei sich CO_2 und CO bilden. Das verbleibende CO wird vor der Messung katalytisch zu CO_2 oxidiert. Danach wird das CO_2 mittels coulometrischer, Infrarot-Absorptions- oder Wärmeleitfähigkeitsverfahren gemessen.

5.2 Verbrennungsverfahren

Für die Verbrennung der Probe mit Sauerstoff muss eines der aufgeführten Verfahren angewendet werden:

- ein Widerstandsofen (RF), mit Bleiborat- oder Zinnschmelze als Beschleuniger/Aufschlussmittel;
- ein Induktionsofen (IF), mit Metallschmelze als Beschleuniger.

5.2.1 Verbrennung in einem Widerstandsofen mit Bleiborat oder Zinn als Aufschlussmittel

5.2.1.1 Kurzbeschreibung

Die Probe wird gemeinsam mit Bleiborat oder Zinn in einem Sauerstoffstrom in einem Widerstandsrohröfen erwärmt, um den Kohlenstoff durch Verbrennung in Kohlenstoffdioxid umzuwandeln. Die Masse der Probe und die Einzelheiten der Verbrennung sind vom angewendeten Bestimmungsverfahren abhängig.

5.2.1.2 Reagenzien

Es werden nur Reagenzien mit analytischer Reinheit eingesetzt.

5.2.1.2.1 Sauerstoff, 99,99 %.

5.2.1.2.2 Bleiborat, $2 \text{ PbO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3$.

ANMERKUNG Sofern nicht im Handel erhältlich, wird Bleiborat durch Aufschmelzen von 45 g Bleioxid, PbO , mit analytischer Reinheit, gemeinsam mit 7 g Bortrioxid, B_2O_3 , mit analytischer Reinheit für 10 min bei $(950 \text{ °C} \pm 25) \text{ °C}$, Abkühlen der Schmelzmasse, indem sie auf eine saubere Aluminiumplatte gegossen wird, und anschließende Pulverisierung hergestellt.

5.2.1.2.3 Zinnpulver, Korngröße $< 100 \text{ }\mu\text{m}$.

5.2.1.3 Prüfgerät

Herkömmliches Laborgerät sowie Folgendes.

5.2.1.3.1 Widerstandsofen mit Keramikrohr, der in der Lage ist, in der Mitte der Heizzone eine Temperatur von $(1\,050 \pm 25) \text{ °C}$ aufrechtzuerhalten, falls Bleiborat als Beschleuniger verwendet wird, oder von $(1\,350 \pm 25) \text{ °C}$, falls Zinn als Beschleuniger verwendet wird. Der Ofen muss mit einem Thermopaar ausgestattet sein, das an ein Gerät zur Messung der Ofentemperatur angeschlossen ist.

5.2.1.3.2 Offene Verbrennungsschiffchen aus unglasiertem Keramikwerkstoff, deren Länge passend zur Heizzone des Ofens gewählt wird, und deren Breite für die Aufnahme der für die Bestimmung erforderlichen Probenmenge ausreichend ist. Vor Gebrauch müssen die Verbrennungsschiffchen 1 h in einem Laborofen bei $1\,000 \text{ °C}$ erwärmt und nach dem Abkühlen in einem Exsikkator gelagert werden.

5.2.1.4 Aufbau der Prüfanordnung

Die Prüfanordnung wird nach den Herstelleranweisungen aufgebaut.

5.2.1.5 Verfahren für RF-Verbrennung mit Bleiborat oder Zinn

Der Sauerstoffdurchfluss (5.2.1.2.1) wird so eingestellt, dass das Risiko eines Einziehens von Luft nach innen verhindert wird. Der Ofen wird auf eine Temperatur von $(1\,050 \pm 25) \text{ °C}$ vorgewärmt, falls Bleiborat als Beschleuniger verwendet wird, oder von $(1\,350 \pm 25) \text{ °C}$, falls Zinn als Beschleuniger verwendet wird.

Die erforderliche Probenmasse wird in das Verbrennungsschiffchen eingewogen und gleichmäßig in diesem ausgebreitet. Die Probe wird mit 1,5 g Bleiborat (5.2.1.2.2) oder alternativ mit 2,0 g Zinnpulver (5.2.1.2.3) bedeckt, und das Verbrennungsschiffchen wird in der Mitte der Heizzone angeordnet.

ANMERKUNG Die Verbrennung ist gewöhnlich nach 5 min abgeschlossen.

Das gebildete Kohlenstoffdioxidgas wird vom Sauerstoff-Trärgas zur Messeinheit (5.3) geleitet.

5.2.1.6 Präzision

Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehaltes durch Verbrennung in einem Widerstandsofen mit Zinn als Aufschlussmittel und Nachweis mittels Infrarot-Absorption sind in Anhang A, A.1.2, angegeben.

5.2.2 Verbrennung in einem Induktionsofen (IF) mit Metallpulver als Aufschlussmittel

5.2.2.1 Kurzbeschreibung

Die Probe wird gemeinsam mit einem Metall-Zuschlagstoff in einem Sauerstoffstrom unter Verwendung eines Hochfrequenz-Induktionsofens erwärmt. Das freigesetzte Kohlenstoffdioxid wird vom Trägergas zur Messeinheit geleitet.

5.2.2.2 Reagenzien

Es werden ausschließlich Reagenzien mit mindestens analytischer Reinheit verwendet.

5.2.2.2.1 Eisengranulat-Beschleuniger, z. B. wie vom Ofenlieferanten mitgeliefert.

5.2.2.2.2 Wolframgranulat-Beschleuniger, z. B. wie vom Ofenlieferanten mitgeliefert.

5.2.2.2.3 Kupfergranulat-Beschleuniger, z. B. wie vom Ofenlieferanten mitgeliefert.

5.2.2.2.4 Sauerstoff, 99,99 %

5.2.2.3 Prüfgerät

5.2.2.3.1 Verbrennungstiegel aus Keramikwerkstoff mit Deckeln und Halteeinrichtungen wie vom Lieferer des Gerätes empfohlen.

Vor Gebrauch sollten die Verbrennungstiegel und Deckel bei einer Mindesttemperatur von 1 000 °C befeuert werden.

5.2.2.4 Durchführung

Die Probe wird in den Verbrennungstiegel überführt und Metall-Beschleuniger hinzugegeben. Geeignete Beschleuniger schließen folgende ein: Kupfer/Eisen (jeweils 1 g), Kupfer/Wolfram (jeweils 1 g), Eisen/Wolfram (1 g/2 g). Dann wird der Tiegel mit dem Keramikdeckel verschlossen. Der Tiegel wird in den Ofen eingebracht.

Die Verbrennung der Probe wird nach den Betriebsanweisungen des Analysesystems durchgeführt.

Das während der Verbrennung gebildete Kohlenstoffdioxidgas wird vom Sauerstoff-Trägergas zur Messeinheit (5.3) geleitet.

5.2.2.5 Präzision

Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehaltes durch Verbrennung in einem Induktionsofen mit Metall-Zuschlagstoffen als Aufschlussmittel und Nachweis mittels Infrarot-Absorption sind in Anhang A, Abschnitt A.2 angegeben.

5.3 Messverfahren

Gewöhnlich sind im Handel Verbrennungs- und Nachweisverfahren in Form kombinierter Systeme erhältlich.

Für quantitative Messungen muss der mit Sauerstoff zu CO₂ oxidierte Kohlenstoff gemessen werden durch Anwendung von entweder:

- Coulometrie (5.3.1);
- Infrarot-Absorption (IR) (5.3.2); oder
- des Wärmeleitfähigkeitsverfahrens (TC) (5.3.3).

5.3.1 Coulometrie

Der in der Probe vorhandene Kohlenstoff wird in einem Ofen in einem Sauerstoffstrom verbrannt, um Kohlenstoffdioxid zu erzeugen. Gemeinsam mit dem Sauerstoff werden die Verbrennungsgase mittels einer Pumpe durch ein Rohr mit Percarbamid $[\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2]$ abgesaugt, das die Oxidationsprodukte des in der Probe vorhandenen Schwefels absorbiert. Das Kohlenstoffdioxid wird zu einer Titrationszelle geleitet, die mit einer alkalischen Bariumperchlorat-Lösung, $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$, gefüllt ist, worin es bei konsequenter Verringerung der Alkalität der Lösung absorbiert wird. Eine automatische Rücktitration auf den anfänglichen pH-Wert der Lösung wird unter Verwendung von elektrolytisch erzeugtem Bariumhydroxid durchgeführt. Die Ladung Q , die während der Rücktitration geflossen ist, ist direkt proportional zu der absorbierten Kohlenstoffdioxidmenge und somit zum Gesamtkohlenstoffgehalt der Probe.

Die Prüfanordnung wird nach den Herstelleranweisungen aufgebaut und betrieben.

Zur Verifizierung der Messunsicherheit des Verfahrens müssen Referenzmaterialien mit bekanntem Gesamtkohlenstoffgehalt verwendet werden.

ANMERKUNG Geeignete zertifizierte Referenzmaterialien (CRM, en: certified reference materials) für die Verifizierung des Verfahrens sind in Anhang B angegeben.

5.3.2 Bestimmung des freigesetzten Kohlenstoffdioxids, CO_2 , durch Infrarot-Absorption (IR)

Das Probengas wird in ein Infrarot-Analysegerät geleitet. Die Änderung der Infrarot-Absorption wird gemessen. Das Analysegerät muss mit mindestens zwei Referenzmaterialien mit bekanntem Gesamtkohlenstoffgehalt kalibriert werden.

ANMERKUNG Geeignete zertifizierte Referenzmaterialien (CRM, en: certified reference materials) für die Kalibrierung des Analysegerätes sind in Anhang B angegeben.

Die Prüfanordnung wird nach den Herstelleranweisungen aufgebaut und betrieben.

5.3.3 Wärmeleitfähigkeitsverfahren (TC, en: thermal conductivity)

Das Probengas wird in eine Wärmeleitfähigkeits-Messzelle geleitet. Die Änderung der Wärmeleitfähigkeit wird gemessen.

Das Analysegerät muss mit mindestens zwei Referenzmaterialien mit bekanntem Gesamtkohlenstoffgehalt kalibriert werden.

ANMERKUNG Geeignete zertifizierte Referenzmaterialien (CRM, en: certified reference materials) für die Kalibrierung des Analysegerätes sind in Anhang B angegeben.

Die Prüfanordnung wird nach den Herstelleranweisungen aufgebaut und betrieben.

5.4 Angabe der Ergebnisse

Die gemessene Masse des CO_2 wird unter Anwendung von Gleichung (3) in den Massenanteil des Gesamtkohlenstoffs in der Probe rückberechnet und als w_{Cgesamt} angegeben. Die Ergebnisse sollten auf mindestens 1 Dezimalstelle angegeben werden.

$$w_{\text{Cgesamt}} = \frac{0,2729 \times m_{\text{CO}_2}}{m_{\text{E}}} \times 100 \quad (3)$$

Dabei ist

w_{Cgesamt} der Gehalt des Gesamtkohlenstoffs in der Probe, als Massenanteil in Prozent;

- m_{CO_2} die Masse des Kohlenstoffdioxids, das während der Verbrennung der Probe freigesetzt wurde, in Milligramm;
- m_E die anfängliche Probenmasse, in Milligramm;
- 0,272 9 ein stöchiometrischer Faktor für die Umrechnung von CO_2 in Kohlenstoff.

6 Bestimmung des Gehalts an freiem Kohlenstoff

6.1 Allgemeines

Für die Bestimmung des freien Kohlenstoffs werden direkte und indirekte Verfahren angewendet.

Direkte Verfahren:

- Verbrennung von freiem Kohlenstoff bei 850 °C, gefolgt von einer coulometrischen, Infrarot-Absorptions- oder Wärmeleitfähigkeits-Bestimmung.
- nasschemische Oxidation von freiem Kohlenstoff (Verfahren mit heißer Chromschwefelsäure-Iodsäure), gefolgt von einer coulometrischen Bestimmung.

Indirekte Verfahren:

- Bestimmung des freien Kohlenstoffs durch Massenänderung während einer Kalzinierung in Luft;
- Bestimmung des freien Kohlenstoffs durch Berechnung.

ANMERKUNG Geeignete zertifizierte Referenzmaterialien (CRM, en: certified reference materials) für die Verifizierung der Verfahren sind in Anhang B angegeben.

6.1.1 Direkte Verfahren

6.1.1.1 Verbrennung von freiem Kohlenstoff bei 850 °C, gefolgt von einer coulometrischen, Infrarot-Absorptions- oder Wärmeleitfähigkeits-Bestimmung

6.1.1.1.1 Kurzbeschreibung

Für die direkte Bestimmung von freiem Kohlenstoff wird die Verbrennung in einem Widerstandsofen wie in 5.2.1 beschrieben bei 850 °C durchgeführt, ohne Bleiborat oder Zinn als Aufschlussmittel zuzugeben. Unter diesen Bedingungen kann die Oxidation von Siliciumcarbid vernachlässigt werden, und nur freier Kohlenstoff wird zu Kohlenstoffdioxid oxidiert. Die quantitative Bestimmung des freigesetzten Kohlenstoffdioxids muss wahlweise unter Anwendung von Coulometrie, Infrarot-Absorption oder des Wärmeleitfähigkeitsverfahrens durchgeführt werden.

ANMERKUNG 1 Dieses direkte Verfahren für die Bestimmung von freiem Kohlenstoff ist nur dann anwendbar, wenn die Oxidation von Siliciumcarbid vernachlässigt werden kann. Dies ist beispielsweise der Fall bei α -SiC mit einem Anteil an Siliciumcarbid, SiC, von mindestens 95 % und an freiem Kohlenstoff, C, von höchstens 2 %.

ANMERKUNG 2 Wenn eine partielle Oxidation von SiC während der Verbrennung nicht ausgeschlossen werden kann, ist eine Berichtigung des gemessenen freien Kohlenstoffgehaltes in Übereinstimmung mit Anhang C anzuwenden.

6.1.1.1.2 Prüfgerät

Herkömmliches Laborgerät sowie die Prüfanordnung zur Bestimmung des Gehaltes an Gesamtkohlenstoff nach 5.2.1. Der Ofen muss in der Lage sein, in der Mitte der Heizzone eine Temperatur von (850 ± 20) °C aufrechtzuerhalten.

6.1.1.1.3 Coulometrische Bestimmung

Es wird das in 5.3.1 beschriebene Verfahren angewendet.

6.1.1.1.4 Bestimmung mittels Infrarot-Absorption

Es wird das in 5.3.2 beschriebene Verfahren angewendet.

6.1.1.1.5 Bestimmung mittels Wärmeleitfähigkeit

Es wird das in 5.3.3 beschriebene Verfahren angewendet.

6.1.1.1.6 Ergebnisse

Der Gehalt an freiem Kohlenstoff w_{Cfrei} wird als Massenanteil in Prozent auf 0,01 % angegeben.

6.1.1.1.7 Präzision

Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffs durch Verbrennung bei 850 °C und Infrarot-Absorptions- oder Wärmeleitfähigkeitsbestimmung sind in Anhang A, A.1.3, angegeben.

6.1.1.2 Direkte Bestimmung des freien Kohlenstoffs durch nasschemische Oxidation (Verfahren mit heißer Chromschwefelsäure-Iodsäure)

6.1.1.2.1 Kurzbeschreibung

Dieses Verfahren legt das nasschemische Verfahren für die Oxidation von freiem Kohlenstoff zu Kohlenstoffdioxid (CO₂) fest. Es sind keine Verfahren zur Messung des freigesetzten CO₂ festgelegt.

Der freie Kohlenstoff der Probe oxidiert bei 120 °C durch Chromschwefelsäure-Iodsäure zu Kohlenstoffdioxid. Das gebildete CO₂ wird in einem inerten Trägergasstrom zu einem gewählten Messsystem transportiert.

Dieses Verfahren ist für freie Kohlenstoffgehalte von 0,01 % Massenanteil bis 5 % Massenanteil anwendbar. Bei höheren Konzentrationen ist ein unvollständiger Aufschluss möglich.

Dieses Verfahren betrachtet auch die mögliche Oxidation von Siliciumcarbid, die stattfinden kann, wenn die Siliciumcarbidpulverprobe feinkörniges Siliciumcarbid (Korngröße von weniger als 10 µm) enthält.

Bei dem Verfahren werden auch organisch gebundener Kohlenstoff und Carbonatkohlenstoff als CO₂ freigesetzt.

Sofern nicht anders festgelegt, sind die Lösungen wässrige Lösungen.

ANMERKUNG Für die CO₂-Messung können coulometrische Messsysteme, konduktometrische Messsysteme oder Systeme mit Infrarot-Absorption verwendet werden.

6.1.1.2.2 Reagenzien

Sofern nicht anders festgelegt, werden während der Analyse ausschließlich Reagenzien mit anerkanntem analytischen Gehalt und mit bekannter analytischer Reinheit verwendet.

6.1.1.2.2.1 Destilliertes Wasser oder durch Ionenaustauschverfahren vollentsalztes (entionisiertes) Wasser.

6.1.1.2.2.2 Trocknungsmittel, z. B. Phosphorpentoxid, P₂O₅.

6.1.1.2.2.3 Natriumdichromat, Na₂Cr₂O₇ · 2H₂O.

6.1.1.2.2.4 Kaliumiodat, KIO_3 .

6.1.1.2.2.5 Calciumcarbonat, CaCO_3 .

6.1.1.2.2.6 Schwefelsäure H_2SO_4 , $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$.

6.1.1.2.2.7 Argon Ar oder Stickstoff N_2 , jeweils mit einer Reinheit von 99,998 %.

6.1.1.2.2.8 Chromschwefelsäure-Iodsäure-Lösung, hergestellt durch Lösen von 22 g Natriumdichromat (siehe 6.1.1.2.2.3) in 300 ml H_2O , und Zugabe von 700 ml Schwefelsäure (siehe 6.1.1.2.2.6). Die Lösung wird 30 min bei $(150 \pm 10)^\circ\text{C}$ erwärmt, anschließend werden 10 g Kaliumiodat zugegeben (siehe 6.1.1.2.2.4). Nach dem Abkühlen wird die Lösung in einer Glasflasche aufbewahrt.

WARNUNG — Beim Umgang mit Chromschwefelsäure-Iodsäure sollten die örtlichen Sicherheitsvorschriften gewissenhaft eingehalten werden.

6.1.1.2.3 Prüfgerät

Herkömmliches Laborgerät sowie Folgendes:

6.1.1.2.3.1 Wärmeschränk, heiz- und regelbar auf $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$.

6.1.1.2.3.2 Geeignetes Zerkleinerungsgerät, z. B. Hartstoffmörser oder Mühle mit Hartmetall-Mahlkörper wie beispielsweise Wolframcarbid.

6.1.1.2.3.3 Analysenwaage, in der Lage, auf 0,05 mg zu wägen.

6.1.1.2.3.4 Aluminium-Heizblock, regelbar auf $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$.

6.1.1.2.3.5 Aluminium-Kapseln, z. B. Durchmesser 6 mm, Länge 15 mm, hergestellt aus Aluminiumfolie.

6.1.1.2.3.6 Analysensieb, Maschenweite 32 μm , entsprechend den Anforderungen von ISO 3310-1.

6.1.1.2.3.7 Reaktionsgefäß, mit Kühler und Trockenfalle (siehe Bild 2).

6.1.1.2.4 Probenvorbereitung

Für die nasschemische Oxidation von Sintermaterial ist Probengut mit Korngrößen kleiner 32 μm erforderlich. Zerkleinerungsgeräte, die aus Werkstoffen mit hohem freien Kohlenstoffgehalt bestehen, dürfen nicht verwendet werden. Ein Stück des Sinterkörpers wird in dem Zerkleinerungsgerät (siehe 6.1.1.2.3.2) zerkleinert. Die zerkleinerte Probe wird durch das Analysensieb (siehe 6.1.1.2.3.6) gesiebt. Die Analysenprobe (Probenahme wie in ISO 21068-1 beschrieben) wird bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ mindestens 2 h vor der Analyse im Wärmeschränk (6.1.1.2.3.1) bis zur Massenkonzanz getrocknet.

6.1.1.2.5 Durchführung

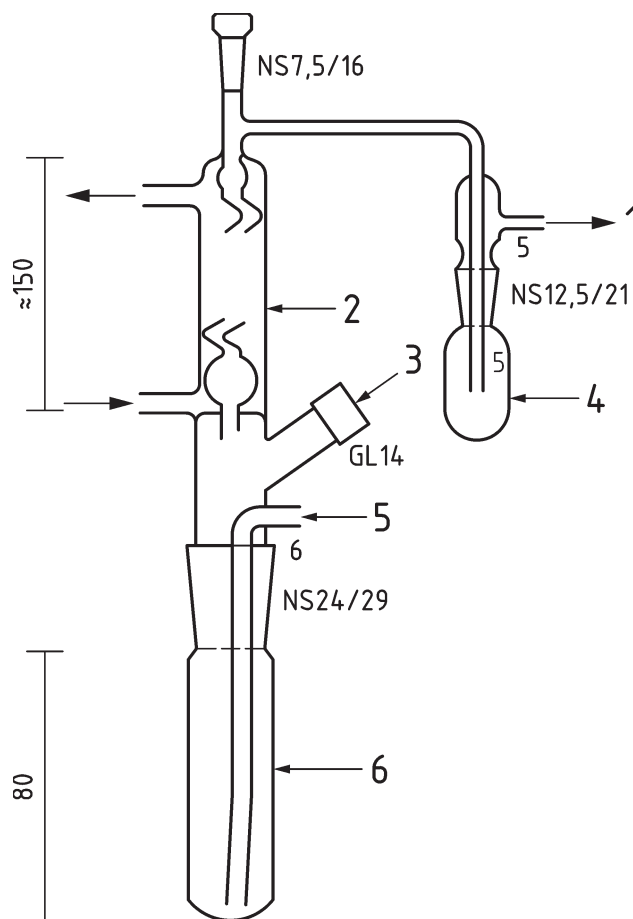
Das Reaktionsgefäß wird in den Heizblock (siehe 6.1.1.2.3.4) eingesetzt und über einen Kühler und eine Trockenfalle an das ausgewählte Messsystem angeschlossen. Der Trägergasstrom wird entsprechend dem angewendeten Messsystem eingestellt. Bei Systemen, die mit Pumpe ansaugen, wird üblicherweise mit Trägergasüberschuss und Druckausgleich gearbeitet. Der Gasstrom wird so optimiert, dass keine Luft in das System angesaugt wird.

Die Temperatur des Heizblocks wird auf $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$ eingestellt.

30 ml der Chromschwefelsäure-Iodsäure (6.1.1.2.2.8) werden in das Reaktionsgefäß pipettiert. Zur Überwachung der Dichtheit des Systems wird nach einer Aufheizzeit von 20 min über eine Dauer von 5 min bis 10 min eine Blindwertmessung durchgeführt. In Abhängigkeit vom Probenmaterial und dem erwarteten freien Kohlenstoffgehalt werden 20 mg bis 200 mg der getrockneten Probe (6.1.1.2.4) auf 0,1 mg in eine Aluminium-Kap-

sel (6.1.1.2.3.5) eingewogen. Die Kapsel wird mit einer Pinzette verschlossen. Die Kapsel wird durch die Probeneingabeschleuse in das Reaktionsgefäß eingeführt und in die heiße Chromschwefelsäure-Iodsäure fallen gelassen. Zum Zeitpunkt des Eintauchens der Probe in die Säure wird das Messsystem auf Messmodus geschaltet.

Die Messung muss so lange durchgeführt werden, bis der gesamte freie Kohlenstoff als CO₂ nachgewiesen wurde.



Legende

- 1 zum Messsystem
- 2 Kühler
- 3 Probeneingabeschleuse
- 4 Trockenfalle
- 5 Trärgaseinleitung
- 6 Reaktionsgefäß

Alle Maße in Millimeter

Bild 2 — Beispiel für ein Reaktionsgefäß

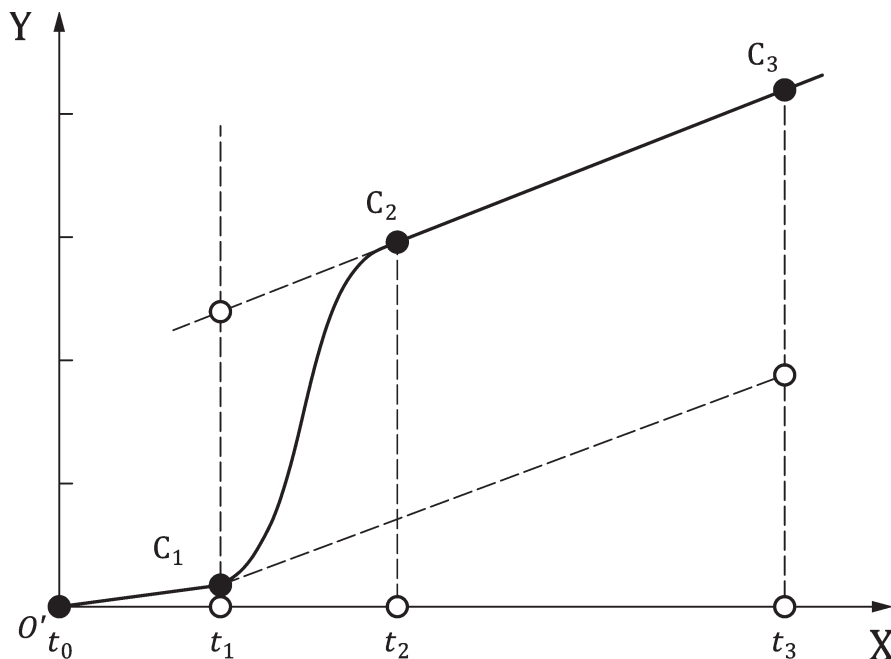


Bild 3 — Beurteilung der CO₂-Freisetzungskurve

6.1.1.2.6 Berechnung und Angabe der Ergebnisse

In Bild 3 ist die typische Entwicklung der CO₂-Freisetzung, dargestellt als gemessene Kohlenstoffmasse (Y-Achse) über der Zeit (X-Achse), während der nasschemischen Oxidation angegeben. Der leichte Anstieg zwischen t_0 (Beginn der Messung) und t_1 (Beginn der Reaktion des freien Kohlenstoffs) wird durch den CO₂-Rückstand im Trägergas verursacht. Bei t_2 hat der gesamte freie Kohlenstoff zu CO₂ reagiert. Die zwischen t_1 und t_2 gemessene Kohlenstoffmasse enthält jedoch auch Kohlenstoff, der aus dem Trägergas und der möglichen Oxidation von Siliciumcarbid stammt. Um diesen Beitrag auszugleichen, wird der Anstieg der Kohlenstoffmasse zwischen t_2 (Ende der Reaktion des freien Kohlenstoffs) und t_3 (Ende der Messung) gemessen und für die Berechnung der sogenannten mittleren Driftrate C_{Drift} verwendet. Unter der Annahme, dass die Beitragsrate des Kohlenstoffs, der aus dem Trägergas und der Oxidation von Siliciumcarbid stammt, zwischen t_1 und t_3 konstant ist, wird der korrekte freie Kohlenstoffgehalt der Probe nach Gleichung (4) und Gleichung (5) berechnet:

$$C_{\text{Drift}} = \frac{C_3 - C_2}{t_3 - t_2} \quad (4)$$

$$m(C_{\text{frei}}) = (C_2 - C_1) - C_{\text{Drift}} \times (t_2 - t_1) \quad (5)$$

Dabei ist

- C_{Drift} die mittlere Kohlenstoff-Driftrate, mg/min;
- C_1 die Kohlenstoffmasse zu Beginn der Reaktion des freien Kohlenstoffs, mg;
- C_2 die Kohlenstoffmasse am Ende der Reaktion des freien Kohlenstoffs, mg;
- C_3 die Kohlenstoffmasse am Ende der Messung, mg;
- t_1 die Zeit zu Beginn der Reaktion des freien Kohlenstoffs, min;
- t_2 die Zeit am Ende der Reaktion des freien Kohlenstoffs, min;

t_3 die Zeit am Ende der Messung, min;

$m(C_{\text{frei}})$ die um die Driftrate korrigierte Masse des freien Kohlenstoffs, mg.

Der freie Kohlenstoffgehalt $w(C_{\text{frei}})$ der Probe muss unter Berücksichtigung der Probenmasse nach Gleichung (6) berechnet werden. Der freie Kohlenstoffgehalt muss in Massenanteilen in % angegeben und entsprechend der Messunsicherheit gerundet werden.

$$w(C_{\text{frei}}) = \frac{100 \times m(C_{\text{frei}})}{m_E} \quad (6)$$

Dabei ist

$w(C_{\text{frei}})$ der Gehalt des freien Kohlenstoffs in der Probe, Massenanteil in Prozent;

$m(C_{\text{frei}})$ die um die Driftrate korrigierte Masse des freien Kohlenstoffs, mg;

m_E die Probenmasse, mg.

Das Ergebnis wird auf 0,01 % angegeben.

ANMERKUNG Um Präzisionsdaten für dieses Verfahren zu erhalten, wurden Siliciumcarbidpulverproben mit einem Gehalt an freiem Kohlenstoff von 0,05 % Massenanteil bis 0,5 % Massenanteil in einem Ringversuch analysiert. Die Ergebnisse für die Wiederholstandardabweichung s_r , die Wiederholgrenze r , die Vergleichstandardabweichung S_R und die Vergleichgrenze R , wie in ISO 5725-2 [7] festgelegt, sind in Tabelle 2 als Massenanteil in % angegeben:

Tabelle 2 — Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffs

Wiederholpräzision		Vergleichpräzision	
s_r	r	S_R	R
0,004	0,01	0,011	0,03

6.1.2 Indirekte Verfahren

- a) Indirekte Bestimmung des freien Kohlenstoffs durch Messung des Gesamtkohlenstoffs und der Massenänderung während der Kalzinierung in Luft bei $(750 \pm 25)^\circ\text{C}$, (6.1.2.1).

Die folgenden Bestimmungen müssen durchgeführt werden:

- Massenanteil an Gesamtkohlenstoff w_{Cgesamt} des getrockneten Ausgangswerkstoffs durch eines der in Abschnitt 5 beschriebenen Verfahren;
- Massenänderung m_v nach Kalzinierung in Luft;
- Massenanteil an Gesamtkohlenstoff im Rückstand nach Kalzinierung in Luft, w_{CR} , durch das gleiche Verfahren wie für w_{Cgesamt} angewendet.

- b) Indirekte Bestimmung des freien Kohlenstoffs durch Berechnung (6.1.2.2).

Die folgenden Bestimmungen müssen durchgeführt werden:

- Massenanteil an Gesamtkohlenstoff w_{Cgesamt} der getrockneten Probe durch eines der in Abschnitt 5 beschriebenen Verfahren;
- Siliciumcarbid-Gehalt w_{SiC} der getrockneten Probe wie in 7.3 und 7.4 beschrieben.

6.1.2.1 Bestimmung des freien Kohlenstoffs durch Massenänderung während Kalzinierung in Luft

6.1.2.1.1 Kurzbeschreibung

Dieses Verfahren der indirekten Bestimmung des Gehalts an freiem Kohlenstoff berücksichtigt die Oxidation des Siliciumcarbids während des Glühens bei $(750 \pm 25)^\circ\text{C}$ in Luft.

Bestehen Zweifel hinsichtlich der Anwendung dieses Verfahrens, weil der zu analysierende Stoff flüchtige Bestandteile, Carbonate und/oder andere reaktive Zuschlagstoffe (Fe, Si, Al) enthält, müssen die Mengen dieser Bestandteile bestimmt und für die Korrektur des freien Kohlenstoffgehaltes zugelassen werden.

Dieses indirekte Verfahren der Bestimmung von freiem Kohlenstoff gilt nicht für Proben, die mehr als 0,6 % Vanadiumpentoxid V_2O_5 oder Borsäure H_3BO_3 enthalten.

Nicht als Siliciumcarbid SiC gebundener Kohlenstoff darf höchstens 5 % betragen. Übersteigt der Gehalt an freiem Kohlenstoff, C_{frei} , 5 %, muss 6.1.2.2 angewendet werden. Alkalioxide oder Alkalicarbonat, die als Flussmittel wirken, beeinträchtigen die Bestimmung.

6.1.2.1.2 Bestimmung des Gesamtkohlenstoffs

6.1.2.1.2.1 Reagenzien und Prüfgerät

Es werden die Reagenzien und Prüfgeräte nach Abschnitt 5 entsprechend dem gewählten Verfahren verwendet.

6.1.2.1.3 Prüfgerät für die Kalzinierung in Luft

Herkömmliches Laborgerät sowie Folgendes.

6.1.2.1.3.1 Laborofen, der in der Lage ist, eine Temperatur von $(750 \pm 25)^\circ\text{C}$ aufrechtzuerhalten.

6.1.2.1.3.2 Achatmörser.

6.1.2.1.3.3 Tiegel aus unglasiertem Keramikwerkstoff.

6.1.2.1.4 Durchführung

6.1.2.1.4.1 Bestimmung der Massenänderung nach Kalzinierung in Luft

Etwa 1 g der nach ISO 21068-1 hergestellten und getrockneten Probe werden auf 0,1 mg in einen vorher kalzinierten Tiegel eingewogen, kalziniert wird im Laborofen 60 min bei $(750 \pm 25)^\circ\text{C}$, und dann wird in einem Exsikkator abgekühlt. Die Masse wird auf 0,1 g bestimmt. Die Kalzinierung wird mindestens einmal für 30 min wiederholt, und die Masse des abgekühlten Tiegels mit dem Rückstand erneut auf 0,1 mg bestimmt.

ANMERKUNG Eine leichte Massenzunahme während der zweiten Kalzinierung ist zulässig, bei einer Massenabnahme ist es jedoch erforderlich, die Kalzinierung bis zur Massekonstanz oder -zunahme weiterzuführen.

Die nach der abschließenden Kalzinierung bestimmte Probenmasse wird für die Berechnung der Massenänderung m_v nach Gleichung (7) verwendet.

6.1.2.1.4.2 Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehaltes im Rückstand nach Glühen

Nach der Kalzinierung nach 6.1.2.1.4.1 wird der Werkstoff in den Achatmörser gegeben und ohne weitere Verringerung der Korngröße homogenisiert. Der Gesamtkohlenstoffgehalt im Rückstand nach dem Glühen, w_{CR} , wird entsprechend einem der in Abschnitt 5 beschriebenen Verfahren bestimmt.

6.1.2.1.4.3 Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehaltes im Ausgangswerkstoff

Der Gesamtkohlenstoffgehalt, w_{Cgesamt} , der nach ISO 21068-1 hergestellten und getrockneten Probe wird entsprechend einem der in Abschnitt 5 beschriebenen Verfahren bestimmt.

6.1.2.1.4.4 Berechnung

Die Massenänderung m_V nach Kalzinierung wird als Massenanteil in Prozent nach Gleichung (7) auf 0,01 % berechnet.

$$m_V = \frac{m_A - m_E}{m_E} \times 100 \quad (7)$$

Dabei ist

m_A die Masse des Rückstands nach Kalzinierung bei 750 °C, in Gramm;

m_E die Ausgangsmasse der Probe, in Gramm.

Ein Massenverlust muss in der nachstehenden Gleichung mit einem negativen und eine Massenzunahme mit einem positiven Vorzeichen versehen werden.

Der Massenanteil an freiem Kohlenstoff, w_{Cfrei} , angegeben als prozentualer Anteil, wird nach Gleichung (8) bis Gleichung (10) auf 0,01 % berechnet.

$$w_{\text{Cfrei}} = \frac{w_{\text{Cgesamt}} - w_{\text{CR}}}{f_1} - \frac{m_V \times w_{\text{CR}}}{100 \times f_1} - \frac{m_V}{f_2} \quad (8)$$

Dabei ist

w_{Cgesamt} der Gesamtkohlenstoffgehalt (6.1.2.1.4.3), Massenanteil in %;

w_{CR} der Gesamtkohlenstoffgehalt des Rückstands nach dem Glühen (6.1.2.1.4.2), Massenanteil in %;

m_V die Massenänderung nach Kalzinierung (6.1.2.1.4.4), Massenanteil in %.

Die in Gleichung (8) verwendeten Faktoren f_1 und f_2 werden unter Verwendung der relativen molaren Massen von Siliciumdioxid, M_{SiO_2} (60,08 g/mol), Siliciumcarbid, M_{SiC} (40,10 g/mol) und Kohlenstoff, M_{C} (12,01 g/mol) wie folgt berechnet:

$$f_1 = \frac{\frac{M_{\text{SiO}_2} - M_{\text{SiC}}}{M_{\text{C}}} + 1}{\frac{M_{\text{SiO}_2} - M_{\text{SiC}}}{M_{\text{C}}}} = 1,601 \, 1 \quad (9)$$

$$f_2 = \frac{M_{\text{SiO}_2} - M_{\text{SiC}}}{M_{\text{C}}} + 1 = 2,663 \, 6 \quad (10)$$

ANMERKUNG Um Präzisionsdaten für dieses Verfahren zu erhalten, wurden Siliciumcarbidpulverproben mit einem Gehalt an freiem Kohlenstoff von < 5 % Massenanteil in einem Ringversuch analysiert. Die Ergebnisse für die Wiederholstandardabweichung s_r , die Wiederholgrenze r , die Vergleichstandardabweichung S_R und die Vergleichgrenze R , wie in ISO 5725-2 [7] festgelegt, sind in Tabelle 3 als Massenanteil in % angegeben:

Tabelle 3 — Präzisionsdaten für die Bestimmung des freien Kohlenstoffs

Wiederholpräzision		Vergleichpräzision	
s_r	r	S_R	R
0,07	0,20	0,21	0,59