DIN EN ISO 21068-3

DIN

ICS 81.080

Einsprüche bis 2023-08-02
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 21068-3:2008-12

Entwurf

Chemische Analyse von Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen, die Siliziumcarbid, Siliziumnitrid, Siliziumoxynitrid und Sialon enthalten – Teil 3: Bestimmung des Gehaltes an Stickstoff, Sauerstoff sowie metallischen und oxidischen Bestandteilen (ISO/DIS 21068-3:2023); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 21068-3:2023

Chemical analysis of raw materials and refractory products containing silicon-carbide, silicon-nitride, silicon-oxynitride and sialon –
Part 3: Determination of nitrogen, oxygen and metallic and oxidic constituents (ISO/DIS 21068-3:2023);
German and English version prEN ISO 21068-3:2023

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 3: Dosage de l'azote, de l'oxygène et des constituants métalliques et oxydés (ISO/DIS 21068-3:2023);
Version allemande et anglaise prEN ISO 21068-3:2023

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 63 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21068-3:2023) 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 beigefügt. 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 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 10058-1	siehe	DIN EN ISO 10058-1
ISO 10058-2	siehe	DIN EN ISO 10058-2
ISO 10058-3	siehe	DIN EN ISO 10058-3
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 21068-3:2008-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) Bild 1 überarbeitet;

b) Bild 2 und Bild 3 gelöscht und die Abschnitte entsprechend überarbeitet;

c) Dokument umfassend aktualisiert;

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

d) Dokument redaktionell überarbeitet.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

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

DIN EN ISO 10058-1, *Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen aus Magnesit und Dolomit (Alternative zur Röntgenfluoreszenzanalyse) — Teil 1: Geräte, Reagenzien, Aufschluss und gravimetrische Bestimmung von Silicium(IV)-oxid*

DIN EN ISO 10058-2, *Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen aus Magnesit und Dolomit (Alternative zur Röntgenfluoreszenzanalyse) — Teil 2: Nasschemische Analyse*

DIN EN ISO 10058-3, *Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen aus Magnesit und Dolomit (Alternative zur Röntgenfluoreszenzanalyse) — Teil 3: Flammenatomabsorptionsspektrophotometrie (FAAS) und Atomemissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES)*

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*

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

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

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

– Leerseite –

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

– Entwurf –

Juni 2023

prEN ISO 21068-3

Chemische Analyse von Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen, die Siliziumcarbid, Siliziumnitrid, Siliziumoxynitrid und Sialon enthalten – Teil 3: Bestimmung des Gehaltes an Stickstoff, Sauerstoff sowie metallischen und oxidischen Bestandteilen (ISO/DIS 21068-3:2023)

Chemical analysis of raw materials and refractory products containing silicon-carbide, silicon-nitride, silicon-oxynitride and sialon – Part 3: Determination of nitrogen, oxygen and metallic and oxidic constituents (ISO/DIS 21068-3:2023)

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 3: Dosage de l'azote, de l'oxygène et des constituants métalliques et oxydés (ISO/DIS 21068-3:2023)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 4
Vorwort 5
Einleitung 6
1 Anwendungsbereich 7
2 Normative Verweisungen 7
3 Begriffe 8
4 Bestimmung von Stickstoff und Sauerstoff 8
4.1 Allgemeines 8
4.2 Kombinierte Bestimmung von Stickstoff und Sauerstoff mittels Analysengerät mit Wärmeleitfähigkeits-(TC-) und Infrarot-(IR)-absorptions-Nachweis 8
4.2.1 Kurzbeschreibung 8
4.2.2 Reagenzien 8
4.2.3 Prüfgerät 9
4.2.4 Nickel-Vorbehandlung 9
4.2.5 Kalibrierung 9
4.2.6 Durchführung 10
4.2.7 Präzision 10
4.3 Bestimmung des Gesamtstickstoffgehaltes durch Schmelzaufschluss 11
4.3.1 Allgemeines 11
4.3.2 Kurzbeschreibung 11
4.3.3 Reagenzien 11
4.3.4 Prüfgerät 11
4.3.5 Probenvorbereitung 12
4.3.6 Durchführung 13
4.3.7 Berechnung und Angabe der Ergebnisse 13
4.3.8 Präzision 14
4.4 Bestimmung des Gesamtstickstoffgehaltes mittels Kjeldahl-Destillation 14
4.4.1 Kurzbeschreibung 14
4.4.2 Reagenzien 14
4.4.3 Prüfgerät 15
4.4.4 Probenvorbereitung 15
4.4.5 Durchführung 15
4.4.6 Berechnung und Angabe der Ergebnisse 16
4.4.7 Präzision 16
4.5 Berechnung des Si_3N_4-Gehaltes unter Verwendung des Gesamtstickstoffgehaltes 16
4.5.1 Berechnung 16
5 Bestimmung von löslichem Eisen durch Extraktion mit Salzsäure, gefolgt von Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) 16
5.1 Allgemeines 16
5.2 Anwendungsbereich 17
5.3 Kurzbeschreibung 17
5.4 Prüfgerät 17
5.5 Reagenzien 17
5.6 Probenvorbereitung 17
5.7 Durchführung 17
5.8 Messung 18
5.9 Berechnung 18
6 Bestimmung von metallischem (freiem) Aluminium durch das Verfahren mit Wasserstofferzeugung 18
6.1 Kurzbeschreibung 18
6.2 Reagenzien 18

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

6.3 Prüfgerät . . . 19
6.4 Probenvorbereitung . . . 19
6.5 Durchführung . . . 19
6.6 Berechnung und Angabe der Ergebnisse . . . 19
7 Bestimmung von säurelöslichem Aluminium und Magnesium . . . 20
7.1 Allgemeines . . . 20
7.2 Reagenzien . . . 20
7.3 Durchführung . . . 20
7.4 Messung . . . 20
7.5 Präzision . . . 20
8 Bestimmung elementarer Verunreinigungen in SiC-Rohstoffen . . . 20
8.1 Allgemeines . . . 21
8.1.1 Alkalischer Schmelzaufschluss . . . 21
8.1.2 Säuredruckaufschluss . . . 23
8.2 Bestimmung von Verunreinigungen mittels Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) (Schmelzaufschlussverfahren) . . . 24
8.3 Bestimmung von Verunreinigungen mittels optischer Emissionsspektrometrie im Gleichstrombogen (DCArc-OES) (direktes Feststoff-Probenahmeverfahren) . . . 24
9 Angabe der Ergebnisse . . . 24
10 Prüfbericht . . . 24
Anhang A (informativ) Präzisionsdaten . . . 25
A.1 Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs und des Gesamtsauerstoffs durch Inertgas-Heißextraktion (4.2) in einer Siliciumcarbidpulverprobe . . . 25
A.1.1 Präzisionsdaten für Gesamtstickstoff . . . 25
A.1.2 Einzelwerte für Gesamtstickstoff, mg/kg . . . 25
A.1.3 Präzisionsdaten für Gesamtsauerstoff . . . 26
A.1.4 Einzelwerte für Gesamtsauerstoff, mg/kg . . . 26
A.2 Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs durch Schmelzaufschluss (4.3) in einer Siliciumnitridpulverprobe . . . 27
A.2.1 Präzisionsdaten für Gesamtstickstoff . . . 27
A.2.2 Einzelwerte für Gesamtstickstoff, % Massenanteil . . . 27
A.3 Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs durch Kjeldahl-Destillation (4.4) in einer Siliciumnitridpulverprobe . . . 27
A.3.1 Präzisionsdaten für Gesamtstickstoff . . . 27
A.3.2 Einzelwerte für Gesamtstickstoff, % Massenanteil . . . 28
A.4 Präzisionsdaten für die Bestimmung von säurelöslichem (freien) Aluminium und säurelöslichem (freien) Magnesium mittels Säureaufschluss/ICP-OES (Abschnitt 7) in feuerfesten Erzeugnissen, die Kohlenstoff enthalten . . . 28
A.4.1 Präzisionsdaten für säurelösliches (freies) Aluminium und säurelösliches (freies) Magnesium . . . 29
A.4.2 Einzelwerte für säurelösliches (freies) Aluminium und säurelösliches (freies) Magnesium, % Massenanteil . . . 29
Literaturhinweise . . . 30

Bilder

Bild 1 — Prüfgerät zur Bestimmung des Stickstoffgehaltes mittels Schmelzaufschluss . . . 12

Tabellen

Tabelle 1 — Auswahl des Bestimmungsverfahrens nach Werkstoffen . . . 21

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21068-3:2023) 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 21068-3:2008 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 21068-3:2023 wurde von CEN als prEN ISO 21068-3:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

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 21068-3 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*

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

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 ursprünglich durch die Kombination der Japanischen Norm JIS R 2011 [1] und Normungsvorhaben, die von CEN bearbeitet wurden, entwickelt. Da eine breite Vielfalt an Laborausrüstung gebräuchlich ist, sind die am häufigsten angewendeten Verfahren beschrieben.

Der neue Teil 4 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.

Dieser Teil von ISO 21068 ist auch für die Analyse von SiC-Rohstoffen anwendbar.

Außer dem in Teil 4 festgelegten XRD-Verfahren sind alle in dieser Norm festgelegten chemischen Verfahren nur für SiC-Rohstoffe validiert. Für feuerfeste Erzeugnisse, die nach ISO 10081-1 bis ISO 10081-4 [2] bis [5] (geformte Erzeugnisse) und ISO 1927-1 [6] (ungeformte Erzeugnisse) klassifiziert sind, sowie Rohstoffe, die Kohlenstoff und/oder Siliciumcarbid enthalten, gilt diese Norm nach einer angemessenen Verifizierung für jede Matrixzusammensetzung.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 21068 legt Analysenverfahren für die Bestimmung von Gesamtstickstoff und als Siliciumnitrid berechnetem Stickstoff, Gesamtsauerstoff sowie metallischen und sauerstoffhaltigen Bestandteilen in Siliciumcarbid 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 10058-1, *Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 1: Apparatus, reagents, dissolution and gravimetric silica*

ISO 10058-2, *Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 2: Wet chemical analysis*

ISO 10058-3, *Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 3: Flame atomic absorption spectrometry (FAAS) and inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-OES)*

ISO 12677, *Chemical analysis of refractory products by XRF — Fused cast bead method*

ISO 16169, *Preparation of silicon carbide and similar materials for analysis by ISO 12677*

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 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 emission spectrometry (ICP-OES)*

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 21068-2, *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 21079-1, *Chemical analysis of refractories containing alumina, zirconia and silica — Refractories containing 5 percent to 45 percent of ZrO_2 (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 ZrO_2 (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 ZrO_2 (alternative to the X-ray fluorescence method) — Part 3: Flame atomic absorption spectrometry (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*

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

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*

EN 15979, *Prüfung keramischer Roh- und Werkstoffe — Direkte Bestimmung der Massenanteile an Verunreinigungen in pulver- und kornförmigem Siliciumcarbid mittels OES und Anregung im Gleichstrombogen*

3 Begriffe

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

4 Bestimmung von Stickstoff und Sauerstoff

4.1 Allgemeines

Für Sauerstoff ist nur das Inertgas-Heißextraktionsverfahren angegeben; für Stickstoff, der üblicherweise als Si_3N_4 berechnet wird, sind mehrere unterschiedliche Verfahren beschrieben.

ANMERKUNG Die Berechnung des Stickstoffs als Si_3N_4 gilt nur für den Fall, wenn andere Nitridarten nicht oder nur in so geringem Maße vorhanden sind, dass sie mittels XRD-Verfahren nicht nachweisbar sind, siehe ISO 21068-1. Anderenfalls wird Stickstoff als Gesamtstickstoff angegeben.

4.2 Kombinierte Bestimmung von Stickstoff und Sauerstoff mittels Analysengerät mit Wärmeleitfähigkeits-(TC-) und Infrarot-(IR)-absorptions-Nachweis

4.2.1 Kurzbeschreibung

Bei der Analyse wird das Inertgas-Heißextraktionsverfahren angewendet. Eine vorher gewogene Probe wird in einen Graphittiegel gegeben, der zwischen den Elektroden eines Impulsofens gehalten wird. Üblicherweise wird an den Tiegel eine Leistung von 5 kW angelegt, wodurch eine Temperatur von etwa 2 800 °C erzeugt wird.

ANMERKUNG Die Ofentemperaturen können durch Erhöhen und Absenken von Strom/Spannung variiert werden.

Die Probe wird unter Freigabe des gesamten vorhandenen Sauerstoffs und Stickstoffs zersetzt. Der freigesetzte Stickstoff bleibt als elementarer Stickstoff erhalten, während sich der Sauerstoff mit dem Kohlenstoff des Graphittiegels zu Kohlenstoffmonoxid verbindet. Die Probengase werden mit einem Helium-Trägergas entweder über einen Kupferoxid-Katalysator, der Kohlenstoffmonoxid in Kohlenstoffdioxid umwandelt, und anschließend zu einer Infrarotabsorptions-Messzelle geleitet, in der das vorliegende Kohlenstoffdioxid gemessen wird, oder direkt ohne Katalysator als Kohlenstoffmonoxid gemessen. Der Gasstrom wird danach durch Natriumhydroxid geleitet, um das Kohlenstoffdioxid zu entfernen, sowie durch Magnesiumperchlorat, um sämtliche enthaltende Feuchte zu entfernen, und schließlich durch eine Wärmeleitfähigkeits-Messzelle, um den Stickstoffgehalt zu quantifizieren.

Weil die Probe ausnahmslos als Pulver vorliegt, sollte sie vor dem Einsetzen in den Graphittiegel in einer kleinen Zinnkapsel eingeschlossen werden, um einen Verlust von Probenmaterial während der Analyse zu verhindern.

Bei Stoffen, die schwer zu zersetzen sind, muss der Probe ein Flussmittel zugegeben werden. Ein geeignetes Flussmittel ist eine sauerstofffreie Nickelkapsel oder ein Nickeldraht-Körbchen.

4.2.2 Reagenzien

Es dürfen nur Chemikalien verwendet werden, deren analytische Reinheit bekannt ist und für den Analysezweck ausreicht, sowie ausschließlich destilliertes Wasser oder Wasser, das mittels eines Ionenaustauschprozesses vollständig demineralisiert wurde.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

4.2.2.1 **Zinnkapsel** mit geeigneten Abmessungen und frei von Sauerstoff und Stickstoff.

4.2.2.2 **Hochtemperatur-Graphittiegel** von geeigneter Größe, wie vom Gerätehersteller empfohlen.

4.2.2.3 **Nickelkapseln oder -korb** mit geeigneten Abmessungen und frei von Sauerstoff und Stickstoff.

4.2.2.4 **Essigsäure**, 96 % Massenanteil.

4.2.2.5 **Salpetersäure**, 65 % Massenanteil.

4.2.2.6 **Salzsäure**, 32 % Massenanteil.

4.2.2.7 **Aceton.**

4.2.2.8 **Kohlenstoffdioxid** mit einer Reinheit von 99,998 %.

4.2.2.9 **Stickstoff** mit einer Reinheit von 99,998 %.

4.2.2.10 **Helium** mit einer Reinheit von 99,998 %.

4.2.3 Prüfgerät

Herkömmliches Laborgerät sowie Folgendes.

4.2.3.1 **Kombinierter Stickstoff/Sauerstoff-Analysator**, handelsübliche Qualität.

ANMERKUNG Ist kein kombinierter Analysator für Stickstoff und Sauerstoff verfügbar, kann ein separater Stickstoff- und/oder Sauerstoff-Analysator verwendet werden.

4.2.3.2 **Analysenwaage**, mit einer Auflösung von mindestens 0,01 mg.

4.2.4 Nickel-Vorbehandlung

Falls Nickelkapseln oder -körbe verwendet werden, muss der anhaftende Sauerstoff durch das folgende Reinigungsverfahren entfernt werden:

Es wird eine Lösung vorbereitet, die etwa 75 ml Essigsäure (4.2.2.4), 25 ml Salpetersäure (4.2.2.5) und (1),5 ml Salzsäure (4.2.2.6) enthält. Die Lösung wird in einem gut belüfteten Abzug auf eine Temperatur von (55 ± 5) °C erwärmt, die Nickelkapsel oder der Nickelkorb wird für 30 s bis 60 s in die erwärmte Lösung eingetaucht, die Nickelkapsel oder der Nickelkorb wird aus der Lösung entnommen und sofort unter fließendem Wasser abgespült. Die Nickelkapsel oder der Nickelkorb wird in chemisch reines Aceton (4.2.2.7) getaucht, anschließend gründlich getrocknet, und die gereinigten Nickelkapseln oder der gereinigte Nickelkorb werden in einen Exsikkator gesetzt.

4.2.5 Kalibrierung

Bezugnehmend auf die Betriebsanleitung des Gerätes kann die Kalibrierung nach zwei Verfahren vorgenommen werden:

a) Verwendung von Primärnormalen oder zertifizierten Referenzmaterialien;

b) durch Zudosierung bekannter Volumina von reinem Kohlenstoffdioxid (4.2.2.8) und Stickstoff (4.2.2.9) in das Nachweissystem.

Bei Anwendung von b) wird empfohlen, zusätzlich ein zertifiziertes Referenzmaterial zu analysieren, um die Leistungsfähigkeit des Elektrodenofens, der zugehörigen Chemikalien und des Messsystems zu verifizieren.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

4.2.6 Durchführung

4.2.6.1 Allgemeines

Das Analysengerät wird nach der Betriebsanleitung des Gerätes betrieben.

4.2.6.2 Bestimmung

Die Probe wird nach ISO 21068-1, Abschnitt 4 vorbereitet und getrocknet. Die Probe wird auf 0,01 mg in die Kapsel (4.2.2.1) eingewogen, die danach verschlossen wird, wobei darauf zu achten ist, dass sämtliche enthaltene Luft entfernt wurde.

ANMERKUNG Eine übliche Probenmasse ist etwa 50 mg. In der Praxis wird die Probenmasse jedoch durch Verknüpfung des dynamischen Bereiches des Analysengerätes und der höchsten Konzentration des vorliegenden Sauerstoffs und Stickstoffs bestimmt.

Die Zinnkapsel einschließlich der Probe wird in die Probenaufnahme-Einrichtung des Analysengeräts eingeführt. Falls Nickel verwendet wird, wird die Zinnkapsel zunächst in die Nickelkapsel oder den Nickelkorb gegeben.

Die Analyse wird in zwei Stufen durchgeführt:

a) den Graphittiegel für eine Zeitspanne, bei der sämtlicher enthaltener Sauerstoff und Stickstoff entweichen kann, auf eine Temperatur erwärmen, die mindestens so hoch ist wie die Analysentemperatur;

b) die Probe in den Graphittiegel füllen und die Analyse durchführen.

Es müssen mindestens drei Bestimmungen je Probe durchgeführt werden.

4.2.6.3 Blindwertbestimmungen

Der Blindwert muss der Mittelwert aus mindestens drei Bestimmungen sein.

4.2.6.4 Berechnung

Der Massenanteil an Stickstoff oder Sauerstoff, w_a, angegeben in Prozent, wird nach Gleichung (1) berechnet.

$$w_a = w_m - b \tag{1}$$

Dabei ist

w_m der in der Probe gemessene Massenanteil an Stickstoff beziehungsweise Sauerstoff, angegeben in Prozent;

b der Mittelwert der Blindwertbestimmung von Stickstoff beziehungsweise Sauerstoff, angegeben in Prozent Massenanteil.

Die Ergebnisse werden als Mittelwert von drei Bestimmungen im Prüfbericht angegeben.

4.2.7 Präzision

Die Präzisionsdaten für die Bestimmung des Gesamtstickstoffs und Gesamtsauerstoffs in einer Siliciumcarbidpulverprobe mittels Inertgas-Heißextraktion sind in Anhang A, Abschnitt A.1 angegeben.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

4.3 Bestimmung des Gesamtstickstoffgehaltes durch Schmelzaufschluss

4.3.1 Allgemeines

Dieses Verfahren wird angewendet, um den Stickstoff in Siliciumnitrid, Si_3N_4, und anderen Verbindungen in Form von Nitriden und Oxynitriden durch Schmelzaufschluss zu bestimmen. Analoge Verfahren dürfen angewendet werden, um Stickstoff in Werkstoffen zu bestimmen, die mindestens 5 % Massenanteil an Stickstoff enthalten, der in Form von Nitriden und Oxynitriden gebunden ist.

4.3.2 Kurzbeschreibung

Die Probe wird mit Lithiumhydroxid bei 700 °C geschmolzen, um den Stickstoff in Ammoniak umzuwandeln. Ein Inertgasstrom wird verwendet, um den Ammoniak in ein Absorptionsgefäß zu überführen, das Borsäurelösung enthält. Die Menge des absorbierten Ammoniaks wird durch Titration mit einer Säure mit bekannter Konzentration bestimmt.

4.3.3 Reagenzien

Es dürfen nur Chemikalien verwendet werden, deren analytische Reinheit bekannt ist und für den Analysezweck ausreicht.

4.3.3.1 **Wasser**, destilliert oder durch Ionenaustausch vollständig demineralisiert.

4.3.3.2 **Pulverförmiges Lithiumhydroxid**, LiOH.

4.3.3.3 **Schwefelsäure**, ρ = 1,84 g/ml.

4.3.3.4 **Titriersäure**, 0,1 mol/l Salz- oder Schwefelsäure mit bekannter Einstellung für die Titration.

4.3.3.5 **Borsäurelösung**, hergestellt durch Auflösen von 40 g Borsäure, H_3BO_3, in 1 l heißem Wasser.

4.3.3.6 **Inertgas**, Argon oder Stickstoff, mit einer Reinheit von 99,99 %.

4.3.3.7 **Natriumcarbonat**, Na_2CO_3, mit einer Reinheit von mindestens 99,95 %.

4.3.3.8 **Calciumchlorid**, $CaCl_2$, getrocknet.

4.3.4 Prüfgerät

4.3.4.1 **Analysenwaage**, mit einer Auflösung von mindestens 0,01 mg.

4.3.4.2 **Messgerät**, Gerät zum Freisetzen, Übertreiben und Absorbieren von Ammoniak (siehe Bild 1), bestehend aus:

a) Strömungsmesser;

b) Gaswaschflaschen;

c) Reaktionsrohr aus Kieselglas mit Schliffverbindungen, Stopfen und Gaszuführung;

d) Porzellanschiffchen, unglasiert;

e) Rohrofen, z. B. infrarotbeheizt, heiz- und regelbar auf (700 ± 10) °C;

f) Kieselglaswolle;

g) Gaseinleitungsrohr mit Schliffverbindung und Kapillarspitze oder Fritte.

AVA Documents
Document Sharing Hub

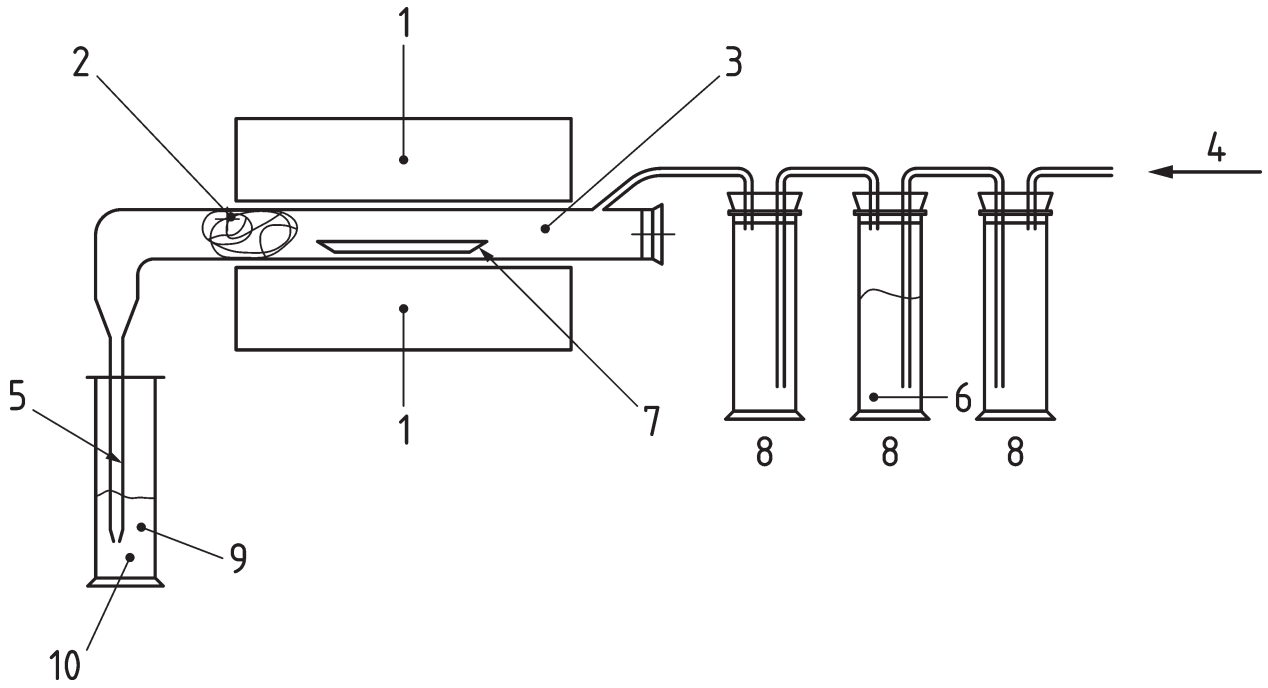
Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

Das einer Druckgasflasche entnommene Inertgas wird durch eine mit Schwefelsäure (4.3.3.3) gefüllte Gaswaschflasche geleitet, der zur Sicherheit je eine leere Waschflasche vor- und nachgeschaltet ist.

ANMERKUNG 1 Eine Gasreinigung ist nicht erforderlich, wenn der Ammoniakgehalt des Inertgases 0,005 % Volumenanteil nicht überschreitet.

Das Inertgas wird dann über einen Strömungsmesser seitlich in das Reaktionsrohr aus Kieselglas eingeleitet. An dieser Stelle befindet sich auch die Schliffverbindung, durch die die Probe eingeführt wird. Das andere Ende des Reaktionsrohres ist über eine Schliffverbindung mit einem Gaseinleitungsrohr mit Kapillarspitze oder Fritte verbunden, die in das schlanke Absorptionsgefäß hineinragt und bis fast zum Boden des Absorptionsgefäßes reicht.

Das Reaktionsrohr muss in einem auf (700 ± 10) °C regelbaren Rohrofen erwärmt werden. In den noch heißen Teil des Rohres, der sich außerhalb des Rohrofens neben dem Absorptionsgefäß befindet, wird lose Kieselglaswolle gepackt, an der abdampfendes Lithiumhydroxid kondensieren kann.



Legende

1 Rohrofen	5 Gaseinleitungsrohr mit Kapillarspitze oder Fritte	8 Waschflaschen
2 Kieselglaswolle		9 Borsäure-Lösung
3 Kieselglasrohr mit Anschlüssen	6 Schwefelsäure	10 Absorptionsgefäß
4 Inertgas (Ar oder N_2)	7 Porzellanschiffchen	

Bild 1 — Prüfgerät zur Bestimmung des Stickstoffgehaltes mittels Schmelzaufschluss

4.3.4.3 Potentiometrisches Titriergerät, mit einem Dosiervolumen von 50 ml und einer relativen Fehlergrenze von höchstens 0,1 %.

4.3.5 Probenvorbereitung

Die Probe wird nach ISO 21068-1, Abschnitt 4 vorbereitet und getrocknet.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07

4.3.6 Durchführung

4.3.6.1 Schmelzaufschluss

ANMERKUNG Die Dauer der vollständigen Reaktion sollte vor Anwendung des Verfahrens festgelegt werden.

Die Porzellanschiffchen werden bei 600 °C auf ihrer gesamten Innenseite mit 500 mg Lithiumhydroxid (4.3.3.2) beschichtet und in einem Exsikkator aufbewahrt. In eines der beschichteten Porzellanschiffchen werden 100 mg der Probe auf 0,01 mg eingewogen und mit 1,5 g Lithiumhydroxid gründlich gemischt. Das Prüfgerät wird mit Inertgas (4.3.3.6) gespült, und in das Absorptionsgefäß werden 40 ml Borsäure-Lösung (4.3.3.5) eingefüllt, und das Gaseinleitungsrohr wird darin eingetaucht. Der Inertgasstrom wird auf 70 ml/min bis 100 ml/min eingestellt, und das Porzellanschiffchen wird über den geöffneten Schliffverschluss in die Mitte des Reaktionsrohres bis zu der Stelle geschoben, an der das Thermopaar angeordnet ist. Nachdem das Rohr wieder verschlossen wurde, wird der Rohrofen langsam und stufenweise auf (700 ± 10) °C erwärmt, um das Verspritzen der Schmelze zu verhindern. Bei schnell aufheizenden Rohröfen darf die Aufheizphase 15 min nicht unterschreiten. Nach 30 min bei (700 ± 10) °C ist der nitridische Stickstoff quantitativ in Ammoniak umgesetzt. Es wird sichergestellt, dass die Ofentemperatur unter keinen Umständen 730 °C übersteigt, da oberhalb dieser Temperatur Lithiumhydroxid zu verdampfen beginnt.

4.3.6.2 Titereinstellung der Titriersäure

Das Natriumcarbonat (4.3.3.7) wird bei 270 °C bis 300 °C 1 h unter gelegentlichem Umrühren getrocknet und über Calciumchlorid (4.3.3.8) in einem Exsikkator aufbewahrt.

In einem verschließbaren Wägefläschchen werden 200 mg des getrockneten Natriumcarbonats auf 0,01 mg eingewogen.

Das Natriumcarbonat wird in 50 ml Wasser (4.3.3.1) gelöst, und die einzustellende Titriersäure (4.3.3.4) wird mit einem potentiometrischen Titriergerät (4.3.4.3) hinzugefügt, bis der Äquivalenzpunkt im pH-Bereich 4,6 ± 0,2 erreicht ist. Es wird der Mittelwert von mindestens drei Titrationen gebildet. Der Variationskoeffizient darf 0,001 nicht übersteigen.

4.3.6.3 Titration der Absorptionslösung

Wenn die Reaktion abgeschlossen ist, wird das Gaseinleitungsrohr aus dem Absorptionsgefäß entnommen und innen und außen mit Wasser abgespült. Mit der eingestellten Titriersäure und mittels des potentiometrischen Titriergerätes wird die Menge des absorbierten Ammoniaks bis zum Äquivalenzpunkt titriert, der im Allgemeinen bei einem pH-Wert von 4,6 ± 0,2 liegt.

4.3.6.4 Blindwert

Es wird eine Blindwertbestimmung wie in 4.3.6.1 und 4.3.6.3 beschrieben durchgeführt, jedoch ohne eine Analysenprobe.

4.3.7 Berechnung und Angabe der Ergebnisse

4.3.7.1 Allgemeines

Bei der Berechnung der Ergebnisse muss der Säuretiter (siehe 4.3.7.2) einbezogen werden.

Das Ergebnis wird auf 0,1 % angegeben.

4.3.7.2 Berechnung des Säuretiters

Der Säuretiter t wird nach Gleichung (2) berechnet:

$$t = \frac{m_{\mathrm{Na}}}{5{,}299\,4 \cdot V_1} \qquad (2)$$

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 21068-3:2023-07