

DIN EN ISO 21068-4



ICS 81.080

Einsprüche bis 2023-08-02

Entwurf**Chemische Analyse von Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen, die Siliciumcarbid, Siliciumnitrid, Siliciumoxinitrid und Sialon enthalten –****Teil 4: XRD-Verfahren (ISO/DIS 21068-4:2023);****Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 21068-4:2023**

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

Part 4: XRD methods (ISO/DIS 21068-4:2023);

German and English version prEN ISO 21068-4:2023

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 4: Méthodes de DRX (ISO/DIS 21068-4:2023);

Version allemande et anglaise prEN ISO 21068-4:2023

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 37 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21068-4:2023) 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 10081-4	siehe	DIN EN ISO 10081-4
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

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

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*

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 21068-4:2023-07

– Leerseite –

Chemische Analyse von Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen, die Siliciumcarbid, Siliciumnitrid, Siliciumoxinitrid und Sialon enthalten – Teil 4: XRD-Verfahren (ISO/DIS 21068-4:2023)

Chemical analysis of raw materials and refractory products containing silicon-carbide, silicon-nitride, silicon-oxynitride and sialon – Part 4: XRD methods (ISO/DIS 21068-4:2023)

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 4: Méthodes de DRX (ISO/DIS 21068-4:2023)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Prüfgerät	6
5 Probenahme	7
6 Durchführung	7
6.1 Probenvorbereitung	7
6.2 Messparameter	7
6.3 Qualitative Analyse	7
6.4 Quantitative Analyse	8
6.4.1 Allgemeines	8
6.4.2 Berechnung	9
7 Präzision	12
7.1 Wiederholpräzision	12
7.2 Vergleichpräzision	12
8 Prüfbericht	12
Anhang A (normativ) Röntgendiffraktometrie-Daten zur Bestimmung des β' -SiAlON-Gehaltes . .	13
A.1 Allgemeines	13
A.2 Beispiel für die Berechnung des z -Wertes für β' -SiAlON	14
Literaturhinweise	17

Tabellen

Tabelle 1 — Phasen, die gegenwärtig durch XRD quantitativ erfassbar sind	8
Tabelle A.1 — Theoretische Peak-Positionen und Miller'sche Indizes (h, k, l) des β' -SiAlON für $z = 3$	13
Tabelle A.2 — Nach Gleichung (4) bis Gleichung (6) berechnete Werte unter Annahme von 2θ -Werten nach Spalte 1	15

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21068-4:2023) 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.

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 21068-4:2023 wurde von CEN als prEN ISO 21068-4:2023 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 21068-4 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 oxide constituents*
- *Part 4: XRD methods*

Einleitung

ISO 21068-1 bis ISO 21068-4 wurden durch die Kombination von EN 12698-1:2007 [4] und EN 12698-2:2007 [5] mit ISO 21068-1:2008 bis ISO 21068-3:2008 [6] bis [8] erstellt. Letztere Norm wurde ursprünglich durch die Kombination der Japanischen Norm JIS R 2011 [1] und Normungsvorhaben, die von CEN bearbeitet wurden, entwickelt.

Der neue Teil 4 ist aus der Europäischen Norm EN 12698-2:2007 [5] abgeleitet, die XRD-Verfahren zur Bestimmung von mineralogischen Phasen, die gewöhnlich in feuerfesten Erzeugnissen aus nitrid- und oxynitridgebundenem Siliciumcarbid vorkommen, mittels Bragg-Brentano-Diffraktometer beschreibt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument beschreibt Verfahren zur Bestimmung von mineralogischen Phasen, die gewöhnlich in feuerfesten Erzeugnissen aus nitrid- und oxynitridgebundenem Siliciumcarbid vorkommen, unter Verwendung eines Bragg-Brentano-Diffraktometers.

Es enthält Einzelheiten zur Probenvorbereitung sowie allgemeine Grundlagen für die qualitative und quantitative Analyse der mineralogischen Phasen-Zusammensetzung. Die quantitative Bestimmung von α -Si₃N₄, β -Si₃N₄, Si₂ON₂, AlN und SiAlON wird beschrieben.

ANMERKUNG Für die Optimierungsverfahren ist der nach ISO 21068-3 analysierte Gesamtstickstoff-Gehalt erforderlich.

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 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 21068-3, *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 5022, *Shaped refractory products — Sampling and acceptance testing*

ISO 8656-1, *Refractory products — Sampling of raw materials and unshaped products — Part 1: Sampling scheme*

ISO 10081-4, *Classification of dense shaped refractory products — Part 4: Special products*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 21068-1 und ISO 10081-4.

4 Prüfgerät

Das Ziel besteht darin, ein Diffraktogramm mit hoher Auflösung und wohldefinierten Peaks auf einem niedrigen Untergrund mit geringstmöglichen Artefakten aufgrund von Fluoreszenz und K β -Peaks zu erhalten. Ein Bragg-Brentano-Diffraktometer mit Kupfer-Röntgenröhre, die bei 40 kV und 20 mA bis 45 mA arbeitet. Die Monochromierung des Primärstrahls wird durch Verwendung eines geeigneten Filters oder Primärstrahl-Monochromators oder einer gleichwertigen Vorrichtung erreicht, und die Monochromierung des Sekundärstrahls wird durch Verwendung eines Graphitmonochromators, Energie-Diskriminators oder einer gleichwertigen Vorrichtung erreicht, und für die Datenerfassung werden die folgenden Versuchseinstellungen angewendet:

- Goniometer mit einer Fehlergrenze von $\leq 0,5^\circ$ bei einem Vertrauensniveau von 95 %;
- geeignete primäre und sekundäre Blendenanordnungen schließen variable Schlitze oder ortsfeste Blenden mit einer primären Soller-Blende mit einer Divergenz $\leq 2,5^\circ$ ein;

- Divergenzblende 1° ;
- Aufnahmeblende $\leq 0,2 \text{ mm}$;
- Streublende $\leq 1^\circ$.

5 Probenahme

Die Probenahme von geformten und ungeformten Erzeugnissen erfolgt nach den in ISO 5022 und ISO 8656-1 angegebenen Verfahren.

Bei der Entnahme von Proben aus grobstückigem Material wird darauf geachtet, Proben aus einzelnen Stücken von verschiedenen Stellen zu entnehmen.

Es wird nach dem Probenahme- und Mahlverfahren vorgegangen, die in ISO 21068-1 beschrieben sind.

6 Durchführung

6.1 Probenvorbereitung

Die Probe wird in einer Zerkleinerungseinrichtung gemahlen, so dass das entstehende Pulver ein $150\text{-}\mu\text{m}$ -Sieb passieren kann.

ANMERKUNG Es sollte darauf geachtet werden, dass die Probe nicht zu fein gemahlen wird, weil festgestellt wurde, dass dadurch die (Linien-)Intensität für Siliciumnitrid und besonders für die Siliciumphasen verringert wird. Es wird angenommen, dass dafür die Bildung einer amorphen Schicht auf den Teilchen verantwortlich ist, die auf eine durch Siliciumcarbid hervorgerufene Schädigung zurückzuführen ist.

Das Pulver wird von der Seite, die derjenigen, die der Röntgenstrahlung ausgesetzt wird, gegenüberliegt, in den Hohlraum der Proben-Aufnahmeeinrichtung eingepresst (um den Anteil von Teilchen mit bevorzugter Ausrichtung zu verringern). Die Tiefe des Hohlraums muss ausreichend sein, um die kritische Eindringtiefe von $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung der Analysenprobe zu überschreiten.

6.2 Messparameter

Die Probe wird unter Anwendung der folgenden Parameter abgetastet:

- Anfangswinkel, 2θ 10° ;
- Endwinkel, 2θ 70° , 130° , sofern die Bestimmung von $\beta\text{-SiAlON}$ erforderlich ist;
- Schrittgröße, 2θ $0,02^\circ$ oder kontinuierliche Abtastung;
- Integrationszeit 4 s .

Eine zusätzliche Abtastung unter den gleichen Bedingungen wie vorstehend aufgeführt zwischen einem Winkel 2θ von 60° und 70° kann erforderlich sein, wenn Aluminium, und/oder Eisen vermutet wird.

ANMERKUNG Als Parameter für die Röhreneinstellung sollten angewendet werden: Spannung 40 kV , Anregungsstrom 20 mA bis 45 mA .

6.3 Qualitative Analyse

Es wird eine automatische oder manuelle Suche zur Identifizierung der unterschiedlichen Phasen mit Hilfe der Datenbanken von ICDD, JCPDS und ASTM angewendet.

ANMERKUNG 1 Für einander überlappende Peaks sollte ein Entfaltungsprogramm verwendet werden.

ANMERKUNG 2 In nitridgebundenem Siliciumcarbid werden üblicherweise die folgenden Phasen gefunden:

- α -SiC, β -SiC, α -Si₃N₄, β -Si₃N₄, Si (frei), Si₂ON₂, SiO₂ (Cristobalit), FeSi₂ und WC (vom Zerkleinern). Zu den weniger häufig auftretenden Phasen gehören:
- FeSi, Fe, Al, AlN, C (Graphit), SiO₂ (Quarz), SiAlON.
- Einige potenzielle zu beachtende Linien-Überlappungen liegen vor bei (111)-Cristobalit bei 28,4° mit (111)-Silicium und (110)-Eisen bei 44,7° mit (200)-Aluminium; außerdem gibt es eine Interferenz des monoklinen Zirkoniumoxids mit Silicium.

6.4 Quantitative Analyse

6.4.1 Allgemeines

Bei der quantitativen Analyse werden die Netto-Peakintensitäten der Analysenprobe mit einer Probe mit bekannter Konzentration verglichen. Die Intensitäten müssen bewertet werden, indem die Peakfläche gemessen wird. Für die Bestimmung der Netto-Peakintensität wird der Untergrund von der Gesamt-Peakintensität abgezogen.

Primärnormale oder zertifizierte Referenzmaterialien müssen verwendet werden.

Falls kein Referenzmaterial verfügbar ist, können stattdessen chemisch und mineralogisch reine Substanzen verwendet werden.

Für die Kalibrierung müssen Mischungen mit 5 % und 10 % Massenanteil in einer Matrix aus Siliciumcarbid hergestellt werden. Die Kalibrierungen müssen unter Verwendung der vorstehenden Mischungen und einer Probe, die zu 100 % Massenanteil aus Siliciumcarbid besteht, durchgeführt werden.

Die in Tabelle 1 angegebenen Phasen können gegenwärtig mittels XRD quantitativ bestimmt werden. Für die quantitative Erfassung müssen vorzugsweise die Peakpositionen nach Tabelle 1 verwendet werden. Es wird sichergestellt, dass keine Linienüberlappungen mit anderen Phasen auftreten, indem eine qualitative Analyse nach 6.3 durchgeführt wird.

Tabelle 1 — Phasen, die gegenwärtig durch XRD quantitativ erfassbar sind

Phase	Verfügbares Referenzmaterial	Beugungswinkel 2θ Grad	Miller'sche Indizes
α -Si ₃ N ₄		20,5°	101
		31,0°	201
β -Si ₃ N ₄		27,0°	200
Si		28,4°	111
		47,3°	220
		56,0°	311
Si ₂ ON ₂		19,0°	110
		20,0°	020
SiO ₂ (Cristobalit)	NIST 1879b	21,9°	101
FeSi ₂		17,1°	001
FeSi		28,0°	110
		69,4°	311
		79,9°	321