

DIN ISO 9286



ICS 25.100.70

Entwurf

Einsprüche bis 2021-01-20
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 9286:1998-01

**Schleifmittelkörnungen und Rohstoffe –
Chemische Analyse von Siliciumcarbid (ISO/DIS 9286:2020);
Text Deutsch und Englisch**

Abrasive grains and crude –
Chemical analysis of silicon carbide (ISO/DIS 9286:2020);
Text in German and English

Abrasifs en grains ou en roche –
Analyse chimique du carbure de silicium (ISO/DIS 9286:2020);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-11-20 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 fws@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 Werkzeuge und Spannzeuge (FWS), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 52 Seiten

DIN-Normenausschuss Werkzeuge und Spannzeuge (FWS)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort	4
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	6
Vorwort	7
1 Anwendungsbereich	9
2 Normative Verweisungen	9
3 Begriffe	9
4 Analyse der Oberflächenverunreinigungen	9
4.1 Allgemeines	9
4.2 Probenahme	9
4.3 Vorbereitung der Probe	9
4.3.1 Feine Körnung	9
4.3.2 Grobe Körnung	9
4.3.3 Rohstoff	10
4.4 Bestimmung des anhaftenden Kohlenstoffs ($C_{\text{surf/free}}$)	11
4.4.1 Prinzip	11
4.4.2 Gravimetrisches Verfahren	11
4.4.3 Nachweis durch Infrarotspektrometrie (IR)	12
4.5 Bestimmung des anhaftenden Siliciumdioxids ($\text{SiO}_{2\text{surf}}$)	13
4.5.1 Allgemein	13
4.5.2 Nachweis mittels HF/KF	14
4.5.3 Flusssäureverlust	15
4.5.4 Molybdänblau-Spektrophotometrie	17
4.6 Bestimmung des anhaftenden Siliciums (Si_{surf})	19
4.6.1 Allgemeines	19
4.6.2 Volumetrisches Verfahren mit Wasserstoffgas	19
4.6.3 Silver-Displacement-Methode	21
4.6.4 Molybdänblau-Spektrophotometrie	23
4.7 Bestimmung des Abrauchverlustes (LAT)	24
4.7.1 Prinzip	24
4.7.2 Reagenzien	24
4.7.3 Geräte	24
4.7.4 Durchführung	24
4.7.5 Auswertung der Ergebnisse	24
4.8 Bestimmung des Gesamtkohlenstoffs (C_{total})	25
4.8.1 Prinzip	25
4.8.2 Gravimetrisches Verfahren	25
4.8.3 Infrarotspektroskopie (IR)	26
4.9 Bestimmung des anhaftenden Eisens (Fe_{surf}), des anhaftenden Aluminiums (Al_{surf}), des anhaftenden Calciums (Ca_{surf}) und des anhaftenden Magnesiums (Mg_{surf})	26
4.9.1 Prinzip	26
4.9.2 Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)	26
4.9.3 Induziertes gekoppeltes Plasma (ICP)	26
4.10 Berechnung des Gehalts an Rest-Siliciumcarbid (SiC_R)	26
4.10.1 Rest-SiC aus LAT	26
4.10.2 Rest-SiC aus den analysierten Verunreinigungen	27
4.10.3 Rest-SiC aus dem Gesamt- und freien Kohlenstoff	27
5 Prüfbericht	28

Bilder

Bild 1 — Apparatur für die gravimetrische Bestimmung mit einem Widerstandsofen	12
Bild 2 — Apparatur für die Bestimmung des freien Siliciums	20

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO/DIS 9286:2020, die vom Technischen Komitee ISO/TC 29 „Small tools“ erarbeitet wurde, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 121-04-06 AA „Körnungen“ im DIN-Normenausschuss Werkzeuge und Spannzeuge (FWS).

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 9138 siehe DIN ISO 9138

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 ISO 9286:1998-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Anwendungsbereich wurde gekürzt, sodass er nur beschreibt, was das Dokument beinhaltet;
- b) die Struktur des Dokuments wurde aufgrund mehrerer neuer Unterabschnitte in ihrer Gesamtheit überarbeitet;
- c) neuer Abschnitt 3 „Begriffe“ wurde hinzugefügt;
- d) Unterabschnitt 4.3 (ehemals 3.2) „Vorbereitung der Probe“ wurde überarbeitet;
- e) Unterabschnitt 4.4 (ehemals 3.4) „Bestimmung des anhaftenden Kohlenstoffes ($C_{\text{surf/free}}$)“ wurde überarbeitet, bestehend aus 4.4.2 „Gravimetrisches Verfahren“ und 4.4.3 „Nachweis durch Infrarotspektroskopie (IR)“ mit direktem und indirektem Verfahren;
- f) Unterabschnitt 4.5 (ehemals 3.6) „Bestimmung des anhaftenden Siliciumdioxids ($\text{SiO}_{2\text{surf}}$)“ wurde überarbeitet, bestehend aus 4.5.2 „Nachweis mittels HF/KF“ und 4.5.3 „Flusssäureverlust“, und ein neuer Unterabschnitt 4.5.4 „Molybdänblau-Spektrophotometrie“ wurde hinzugefügt;
- g) Unterabschnitt 4.6 (ehemals 3.3) „Bestimmung des anhaftenden Siliciums (Si_{surf})“ wurde überarbeitet und die neuen Unterabschnitte 4.6.3 „Silver-Displacement-Methode“ und 4.6.4 „Molybdänblau-Spektrophotometrie“ wurden hinzugefügt;
- h) der frühere Unterabschnitt 3.7 „Berechnung des Gehalts an Rückstands-SiC (SiC_R)“ wurde in 4.10 verschoben;
- i) die früheren Unterabschnitte 3.8 und 3.9 für die Bestimmung von anhaftendem Eisen wurden überarbeitet und nach 4.9 verschoben, bestehend aus den folgenden Nachweisverfahren: Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) und induziertes gekoppeltes Plasma (ICP);

- j) die früheren Unterabschnitte 3.10 und 3.11 für die Bestimmung von anhaftendem Aluminiumoxid wurden gestrichen und die Bestimmung von anhaftendem Aluminium wurde zu 4.9 hinzugefügt;
- k) der frühere Unterabschnitt 3.12 für die Bestimmung von anhaftendem Calciumoxid und anhaftendem Magnesiumoxid wurde gestrichen und die Bestimmung von anhaftendem Calcium und anhaftendem Magnesium wurde zu 4.9 hinzugefügt;
- l) der frühere Unterabschnitt 4.3 „Bestimmung des Gesamtkohlenstoffes (C_{total})“ wurde überarbeitet, indem der Nachweis durch Infrarotspektroskopie (IR) hinzugefügt und in 4.8 verschoben wurde;
- m) ein neuer Abschnitt 5 „Zulässige Abweichungen“ wurde hinzugefügt;
- n) Anhänge A und B wurden entfernt.

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 9138, *Schleifmittelkörnungen – Probenahme und Probenteilung*

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.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

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. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 29, *Small tools*, Unterkomitee SC 5, *Grinding wheels and abrasives*, erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 9286:1997), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Der Anwendungsbereich wurde gekürzt, so dass er nur beschreibt, was das Dokument beinhaltet.
- Die Struktur des Dokuments wurde aufgrund mehrerer neuer Unterabschnitte in ihrer Gesamtheit überarbeitet.
- Ein neuer Abschnitt 3 „Begriffe“ wurde hinzugefügt.
- Unterabschnitt 4.3 (ehemals 3.2) „Vorbereitung der Probe“ wurde überarbeitet.
- Unterabschnitt 4.4 (ehemals 3.4) „Bestimmung des anhaftenden Kohlenstoffs ($C_{\text{surf/free}}$)“ wurde überarbeitet, bestehend aus 4.4.2 „Gravimetrisches Verfahren“ und 4.4.3 „Nachweis durch Infrarotspektroskopie (IR)“ mit direktem und indirektem Verfahren.
- Unterabschnitt 4.5 (ehemals 3.6) „Bestimmung des anhaftenden Siliciumdioxids ($\text{SiO}_{2\text{surf}}$)“ wurde überarbeitet, bestehend aus 4.5.2 „Nachweis mittels HF/KF“ und 4.5.3 „Flusssäureverlust“, und ein neuer Unterabschnitt 4.5.4 „Molybdänblau-Spektrophotometrie“ wurde hinzugefügt.

- Unterabschnitt 4.6 (ehemals 3.3) „Bestimmung des anhaftenden Siliciums (Si_{surf})“ wurde überarbeitet und die neuen Unterabschnitte 4.6.3 „Silver-Displacement-Methode“ und 4.6.4 „Molybdänblau-Spektrophotometrie“ wurden hinzugefügt.
- Der frühere Unterabschnitt 3.7 „Berechnung des Gehalts an Rückstands- Siliciumcarbid (SiC_R)“ wurde in 4.10 verschoben.
- Die früheren Unterabschnitte 3.8 und 3.9 für die Bestimmung von anhaftendem Eisen wurden überarbeitet und nach 4.9 verschoben, bestehend aus den folgenden Nachweisverfahren: Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) und induziertes gekoppeltes Plasma (ICP).
- Die früheren Unterabschnitte 3.10 und 3.11 für die Bestimmung von anhaftendem Aluminiumoxid wurden gestrichen und die Bestimmung von anhaftendem Aluminium wurde zu 4.9 hinzugefügt.
- Der frühere Unterabschnitt 3.12 für die Bestimmung von anhaftendem Calciumoxid und anhaftendem Magnesiumoxid wurde gestrichen und die Bestimmung von anhaftendem Calcium und anhaftendem Magnesium wurde zu 4.9 hinzugefügt.
- Der frühere Unterabschnitt 4.3 „Bestimmung des Gesamtkohlenstoffes (C_{total})“ wurde überarbeitet, indem der Nachweis durch Infrarotspektroskopie (IR) hinzugefügt und in 4.8 verschoben wurde.
- Ein neuer Abschnitt 5 „Zulässige Abweichungen“ wurde hinzugefügt.
- Anhänge A und B wurden entfernt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm betrifft die chemische Analyse auf Siliciumcarbid basierender Schleifkörner und Rohstoffe. Sie ist anwendbar für die Bestimmung der Oberflächenverunreinigungen von Schleifkörnern und die Bestimmung des SiC-Gehalts von zerkleinertem Rohstoff, wenn der Siliciumcarbidgehalt größer als 95 % (m/m) ist.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 9138, *Abrasive grains — Sampling and splitting*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Analyse der Oberflächenverunreinigungen

4.1 Allgemeines

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

Alle in dieser Norm beschriebenen Analysechemikalien müssen eine Mindestqualität p.a. (pro analysis) aufweisen.

4.2 Probenahme

Die Probe muss dem zu analysierenden Los von SiC-Körnern mit Hilfe des in ISO 9138 beschriebenen Verfahrens entnommen werden.

4.3 Vorbereitung der Probe

4.3.1 Feine Körnung

Dies gilt für die Bestimmung der Oberflächenverunreinigungen von Schleifkörnern in ihrer ursprünglichen Teilchengröße und ihrem ursprünglichen Zustand für Korngrößen F500 und feiner und P1500 und feiner. Die chemische Oberflächenanalyse muss an unbehandelten Schleifkörnern durchgeführt werden. Die Probe muss bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ bis zur Massekonstanz getrocknet werden.

4.3.2 Grobe Körnung

4.3.2.1 Probenvorbereitung für die Bestimmung der Oberflächenverunreinigung

Dies gilt für Schleifkörner in ihrer ursprünglichen Teilchengröße und ihrem ursprünglichen Zustand für Korngrößen F400 und gröber und für Korngrößen P1200 und gröber.

Die Probe muss bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ bis zur Massekonstanz getrocknet werden.

4.3.2.2 Probenvorbereitung für die Bestimmung des Gesamt- und freien Kohlenstoffs

Dies gilt für Schleifkörner in ihrer ursprünglichen Teilchengröße und ihrem ursprünglichen Zustand für Korngrößen F150 bis F400 und für Korngrößen P180 bis P1200.

Die Probe muss bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ bis zur Massekonstanz getrocknet werden.

Korngrößen F120 und gröber und Korngrößen P150 und gröber sind zu zerkleinern, bis das gesamte Material durch ein 150-Mikron-Sieb passt.

Bei Verwendung eines Stahlmörser ist die Menge an Eisen, die beim Zermahlen in die Probe übergeht, im Allgemeinen kleiner als 0,1 % (Massenanteile) und daher vernachlässigbar. Ist die Eisenmenge größer als 0,1 % (Massenanteile), empfiehlt es sich, eine vergleichende Bestimmung mit einer eisenfreien Probe durchzuführen (nach 4.9), um das zugeführte Eisen durch das Zerkleinern in einem Stahlmörser zu berücksichtigen. Die Probe ist dann in einem Hartmetall- oder Borcarbidmörser zu zerkleinern.

Die Probenmasse für die Analyse ist mit Hilfe der folgenden Gleichung zu korrigieren:

$$m_s = \frac{m_{s1} \cdot (100 - c)}{100} \quad (1)$$

Dabei ist

m_s die korrigierte Probenmasse, in Gramm (g);

m_{s1} die Masse der Probe mit dem Metall, die nach 4.3.2.1 getrocknet wurde, in Gramm (g);

c die beim Zerkleinern übergehende Eisenmenge, in Massenprozent (%) der Probe.

4.3.3 Rohstoff

Die Rohstoffprobe ist nach dem folgenden Verfahren vorzubereiten:

Eine aus mehreren Stücken bestehende Probe von etwa 20 kg wird in einem Wärmeschrank bei $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ vorgetrocknet.

Die Probe wird in einem Labor-Backenbrecher auf eine Korngröße von weniger als 2,5 mm zerkleinert. Die Probe wird über ein Sieb mit Maschenweite 2,5 mm abgesiebt, der Grobanteil wird weiter zerkleinert und erneut gesiebt. In dieser Weise wird fortgefahren, bis die gesamte Probe durchgesiebt wurde. Die letzten groben Körner werden in einem Stahlmörser zerkleinert, da der Backenbrecher für kleine Mengen nicht geeignet ist. Die gesamte Probe wird durchmischt, bis sie homogen ist.

Die Probengröße wird mit Hilfe eines Probenteilers nach ISO 9138 auf 1 kg verringert.

Die 1 kg-Probe ($< 2,5$ mm) wird in einem Labor-Walzenbrecher auf eine Korngröße von weniger als 1 mm zerkleinert. Die Probe wird über ein Sieb mit Maschenweite 1 mm abgesiebt, der Grobanteil wird weiter zerkleinert und erneut gesiebt. In dieser Weise wird fortgefahren, bis die gesamte Probe durchgesiebt wurde. Die letzten groben Körner werden in einem Stahlmörser zerkleinert, da der Walzenbrecher für kleine Mengen nicht geeignet ist. Die gesamte Probe wird durchmischt, bis sie homogen ist.

Die Probengröße wird mit Hilfe eines Probenteilers nach ISO 9138 auf 100 g verringert.

Die 100 g-Probe (< 1 mm) wird in einem geeigneten Gerät (z. B. einem Stahlmörser) auf eine Korngröße von weniger als 0,5 mm zerkleinert. Die Probe wird über ein Sieb mit Maschenweite 0,5 mm abgesiebt, der Grobanteil wird weiter zerkleinert und erneut gesiebt. In dieser Weise wird fortgefahren, bis die gesamte Probe durchgesiebt wurde. Die gesamte Probe wird durchmischt, bis sie homogen ist.

Die Probengröße wird mit Hilfe eines Probenteilers nach ISO 9138 auf 25 g verringert.

Die 25-g-Probe ($< 0,5$ mm) wird auf die gleiche Weise wie oben beschrieben bis auf eine Korngrößenverteilung kleiner als 0,15 mm gemahlen und durchmischt, bis sie homogen ist.

Die fein zerkleinerte Probe wird bis zur Massekonstanz in einem Wärmeschrank bei (110 ± 5) °C getrocknet.

Bei Verwendung eines Stahlmörser ist die Menge an Eisen, die beim Zermahlen in die Probe übergeht, im Allgemeinen kleiner als 0,1 % (Massenanteile) und daher vernachlässigbar. Ist die Eisenmenge größer als 0,1 % (Massenanteile), empfiehlt es sich, eine vergleichende Bestimmung mit einer eisenfreien Probe durchzuführen (nach 4.9), um das zugeführte Eisen durch das Zerkleinern in einem Stahlmörser zu berücksichtigen. Die Probe ist in einem Hartmetall- oder Borcarbidmörser zu zerkleinern.

Die Probenmasse für die Analyse ist mit Hilfe von Gleichung (1) zu korrigieren.

4.4 Bestimmung des anhaftenden Kohlenstoffs ($C_{\text{surf/free}}$)

4.4.1 Prinzip

Abhängig von der Probenvorbereitung werden die resultierenden Werte für die Bestimmung der Verunreinigung (C_{surf}) oder die Berechnung des Gehalts an Siliciumcarbid (C_{free}) verwendet.

Für Korngrößen feiner als F120 und P150: $(C_{\text{surf}}) = (C_{\text{free}})$.

Die Bestimmung des Kohlenstoffs erfolgt durch Erhitzen der Probe in einem Sauerstoffstrom in einem Verbrennungsofen. Das freigesetzte Kohlendioxid ist mit einem der folgenden Verfahren nachzuweisen: gravimetrisches Verfahren oder IR.

4.4.2 Gravimetrisches Verfahren

4.4.2.1 Geräte

— **Verbrennungseinrichtung**, wie in Bild 1 dargestellt.

4.4.2.2 Durchführung

Vor Beginn der Messungen wird die Verbrennungsapparatur 10 bis 15 Minuten mit einem Sauerstoffstrom gespült. Der nach 4.3 vorbereiteten Probe wird eine Prüfmenge (m) von 2 g, auf ± 1 mg genau bestimmt, entnommen und in ein vorher geglühtes und gewogenes Glühschiffchen gelegt. Die Absorptionsröhre wird auf ± 1 mg genau gewogen und in die Verbrennungsapparatur eingebaut. Das Glühschiffchen mit der Prüfmenge wird in den heißen Bereich des Röhrenofens bei 900 °C bis 915 °C eingeschoben. Der Sauerstoffstrom wird 30 Minuten mit einer Durchflussgeschwindigkeit von 100 ml/Minute durch die Apparatur geleitet. Danach wird die Absorptionsröhre entnommen und gewogen. Der Masseanstieg entspricht der Masse des Kohlendioxids (m_2). Schließlich wird die Masse des im Glühschiffchen verbliebenen Rückstands (m_1) nach dem Abkühlen in einem Exsikkator auf ± 1 mg bestimmt.

4.4.2.3 Auswertung der Ergebnisse

Der Gehalt anhaftenden Kohlenstoffs wird mit der folgenden Gleichung berechnet.

$$w = \frac{(0,272\,9 \cdot m_2) - (0,375\,4 \cdot m_3)}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

Dabei ist

w die Menge anhaftenden Kohlenstoffs C_{surf} , in Masseprozent (%);

m die Masse der Prüfmenge vor der Verbrennung, in Gramm (g);

m_1 die Masse der Prüfmenge nach der Verbrennung, in Gramm (g);

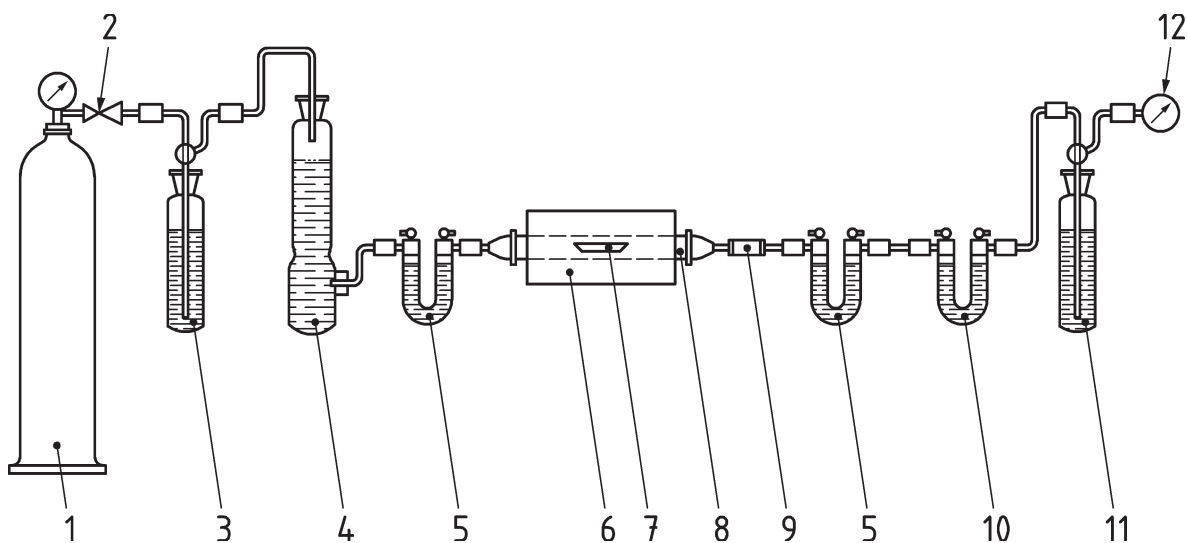
m_2 die Masse des Kohlendioxids, in Gramm (g);

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

0,2729 der Quotient aus der Molekularmasse des Kohlenstoffs $M_r(\text{C})$ und des Kohlendioxids $M_r(\text{CO}_2)$;

0,3754 der Quotient aus der Molekularmasse des Kohlenstoffs $M_r(\text{C})$ und des Sauerstoffs $M_r(\text{O}_2)$.

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



Legende

- 1 Sauerstoffzylinder
- 2 Druckregelventil
- 3 Gaswaschflasche mit konzentrierter Schwefelsäure
- 4 Trockensäule mit Natriumhydroxid auf einem Träger
- 5 U-Absorptionsröhre mit Magnesiumperchlorat
- 6 Widerstandsofen, auf 1 000 °C regelbar
- 7 Glühschiffchen
- 8 Verbrennungsrrohr
- 9 Rohr gefüllt mit Percarbamid
- 10 U-Absorptionsröhre mit Natriumhydroxid auf einem Träger und Magnesiumperchlorat
- 11 Gaswaschflasche mit 5 % Palladium-(II)-Chlorid-Lösung

Bild 1 — Apparatur für die gravimetrische Bestimmung mit einem Widerstandsofen

4.4.3 Nachweis durch Infrarotspektrometrie (IR)

4.4.3.1 Direktes Verfahren

4.4.3.1.1 Prinzip

Dieses Verfahren kann angewandt werden, wenn die Oxidation des Siliciumcarbids nicht berücksichtigt werden muss.

4.4.3.1.2 Geräte

Es sind verschiedene Arten von Messgeräten für die Bestimmung des Kohlenstoffs verfügbar. Sie bestehen aus einem Sauerstoffreiniger, einer Verbrennungsröhre, einem Gasraffiner und einem IR-Analysator.

4.4.3.1.3 Durchführung und Auswertung der Ergebnisse

Von der nach 4.3 vorbereiteten Probe wird eine Prüfmenge (m) entnommen. Die Anweisungen für das verwendete Messgerät sind zu befolgen und der nachgewiesene anhaftende oder freie Kohlenstoff zu protokollieren.

4.4.3.2 Indirektes Verfahren

4.4.3.2.1 Prinzip

Dieses Verfahren muss angewandt werden, wenn eine Berücksichtigung der Oxidation des Siliciumcarbid notwendig ist.

4.4.3.2.2 Geräte

Es werden die in 4.4.3.1.2 beschriebenen Geräte verwendet.

4.4.3.2.3 Durchführung

Von der nach 4.3 vorbereiteten Probe wird eine Prüfmenge (m) entnommen. Die Anweisungen für das verwendete Messgerät sind zu befolgen. Nach der Verbrennung wird die Prüfmenge in einem Exsikkator getrocknet und die Prüfmenge (m_1) auf ± 1 mg genau gewogen.

4.4.3.2.4 Auswertung der Ergebnisse

Die Menge des anhaftenden oder freien Kohlenstoffs wird mit der folgenden Gleichung berechnet.

$$w = \frac{m_c - 0,375\,4 \cdot (m_1 - m + m_c)}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

Dabei ist

w die Menge anhaftenden oder freien Kohlenstoffs $C_{\text{surf/free}}$, in Masseprozent (%);

m_c die Masse des mit dem Messgerät als CO_2 nachgewiesenen Kohlenstoffs, in Gramm (g);

m_1 die Masse der Prüfmenge nach der Verbrennung, in Gramm (g);

m die Masse der Prüfmenge vor der Verbrennung, in Gramm (g);

0,375 4 der Quotient aus der Molekularmasse des Kohlenstoffs $M_r(\text{C})$ und des Sauerstoffs $M_r(\text{O}_2)$.

4.5 Bestimmung des anhaftenden Siliciumdioxids ($\text{SiO}_{2\text{surf}}$)

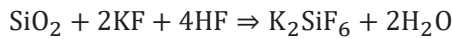
4.5.1 Allgemein

Dieses Verfahren ist geeignet für die Bestimmung des Gehalts anhaftenden SiO_2 in SiC und gründet sich auf die in 4.5.2 und 4.5.3 dargestellten Reaktionen. Sind Silicate und/oder Silicide vorhanden, ist eine Reaktion möglich, die zu höheren Ergebnissen für $\text{SiO}_{2\text{surf}}$ führt.

4.5.2 Nachweis mittels HF/KF

4.5.2.1 Prinzip

Dieses Verfahren basiert auf den folgenden Reaktionen:



Das K_2SiF_6 wird abgetrennt und mit einer Natriumhydroxidlösung (NaOH) titriert.



Das Verfahren kann bei Vorhandensein von elementarem Silicium durchgeführt werden, da dieses unter den Bedingungen dieses Verfahrens nicht reagiert.

4.5.2.2 Reagenzien

- **Kaliumfluorid-/Flusssäurelösung (KF/HF)**, 125 g KF werden in 800 ml HF aufgelöst, 40 % (m/m).
- **Salzsäure**, Lösung von 18 % (m/m).
- **Waschlösung**, 100 g KCl werden in 1 l destilliertem Wasser gelöst (es wird entweder eine frische Lösung verwendet oder eine Lösung, die auf etwa 10 °C gekühlt wurde).
- **Natriumhydroxid (NaOH)**, Standardlösung, 0,1 mol/l.
- **Phenolphthalein-Indikator**, 1 % (m/m) alkoholische Lösung.
- **Blaues Lackmuspapier**.
- **Eiswürfel**.

4.5.2.3 Geräte

- **PTFE- oder Platintiegel**.
- **Sandbad**, einstellbar auf ± 5 °C.
- **Büchner-Trichter aus PE (Polyethylen)**, 45 mm, zweiteilig.
- **PE-Saugflasche**.
- **Aschefreies Filterpapier**, 45 mm Durchmesser, dicht gegen BaSO_4 .
- **Aschefreie Filterpapierflocken**.
- **Gumispachtel**.
- **Erlenmeyerkolben**, 300 ml.
- **pH-Messgerät**, mit Temperatenausgleich.
- **Bürette**.

4.5.2.4 Durchführung

Von der nach 4.3 vorbereiteten Probe wird eine Prüfmenge von 1 g (m) entnommen, die auf ± 1 mg in einem Platin- oder PTFE-Tiegel eingewogen wird. Es werden 15 ml KF/HF-Lösung zugefügt, dann 5 ml HCl [18 % (m/m)], dann wird es auf dem Sandbad 2,5 Stunden erhitzt.

Während des Verfahrens darf sich das Flüssigkeitsvolumen nicht signifikant vermindern. Dies erreicht man dadurch, dass die Temperatur des Sandbads auf $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ gehalten wird.

Danach wird der Tiegel in einen Behälter mit kaltem Wasser eingebracht, der Eiswürfel für die schnellere Abkühlung enthält. Ein Papierfilter wird unten in den Büchner-Trichter eingelegt und dieser wird bis zur Hälfte mit Filterflocken gefüllt. Diese werden zuerst mit Waschlösung gesättigt und sorgfältig durch leichtes Zusammenpressen komprimiert. Dann wird der erkaltete Tiegelinhalt filtriert, wobei der Tiegel sorgfältig mit einem Gummispachtel gereinigt und mit der kalten Waschlösung gespült wird. Der Rückstand wird mit der kalten Waschlösung (etwa 10 °C) auf dem Filter gespült und weiter ausgewaschen, bis blauer Lackmus keine Rotfärbung mehr zeigt. Der Rückstand wird zusammen mit den Filterflocken in einen 300-ml-Erlenmeyerkolben gegeben, mit heißem destilliertem Wasser verdünnt, es werden 10 Tropfen Phenolphthalein-Lösung zugefügt und es wird bis zur ersten dauerhaften Rotfärbung mit NaOH (0,1 mol/l) titriert.

Bei gefärbten Lösungen kann ein pH-Messgerät mit Temperatursausgleich verwendet werden. Der Endpunkt liegt bei pH 8,2.

Es muss eine Blindbestimmung durchgeführt und bei der Auswertung berücksichtigt werden.

4.5.2.5 Auswertung der Ergebnisse

Der Gehalt anhaftenden Siliciumdioxids wird mit der folgenden Gleichung berechnet.

$$w = \frac{(V - V_0) \cdot 1,502}{m \cdot 1\,000} \cdot 100 \quad (4)$$

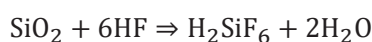
Dabei ist

- w der Gehalt anhaftenden Siliciumdioxids $\text{SiO}_{2\text{surf}}$ in Masseprozent (%);
- m die Masse der Prüfmenge nach 4.5.2.4, in Gramm (g);
- V das verbrauchte Volumen des NaOH (0,1 mol/l) (Prüfmenge), in Millilitern (ml);
- V_0 das verbrauchte Volumen des NaOH (0,1 mol/l) (Blindversuch), in Millilitern (ml);
- 1,502 der Umrechnungsfaktor von NaOH (0,1 mol/l) in Milligramm SiO_2 ;
- 1 000 der Umrechnungsfaktor von Gramm (g) in Milligramm (mg).

4.5.3 Flusssäureverlust

4.5.3.1 Prinzip

Dieses Verfahren basiert auf der folgenden Reaktion:



4.5.3.2 Feine Körnung

Dieses Verfahren ist nur für feine Körnung nach 4.3.1 geeignet.

4.5.3.2.1 Reagenzien

— **Flusssäure**, HF (konz.)

4.5.3.2.2 Geräte

— **Platin- oder PTFE-Tiegel**

— **Sandbad**, einstellbar auf $\pm 5\text{ °C}$

— **Wärmeschrank**, einstellbar auf 110 °C

4.5.3.2.3 Durchführung

Von der nach 4.3 vorbereiteten Probe wird eine Prüfmenge (m) von 2 g, auf $\pm 1\text{ mg}$ genau, in einen tarierten Tiegel eingewogen. 15 ml Flusssäure zugeben. Der Tiegel mit der Prüfmenge wird auf ein Sandbad mit einer Temperatur von $80\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ gestellt und der Inhalt bis zur Trocknung verdampft. Wenn die Prüfmenge trocken aussieht, wird sie für 1,5 h in einen auf 110 °C eingestellten Wärmeschrank verlegt, um die Trocknung zu vollenden; der Tiegel wird in einen Exsikkator gestellt, gekühlt und erneut gewogen (m_1).

4.5.3.2.4 Auswertung der Ergebnisse

Der Gehalt anhaftenden Siliciumdioxids wird mit der folgenden Gleichung berechnet.

$$w = \frac{(m - m_1)}{m} \cdot 100 \quad (5)$$

Dabei ist

w der Gehalt anhaftenden Siliciumdioxids $\text{SiO}_{2\text{surf}}$, in Masseprozent (%);

m die Masse der Prüfmenge vor der HF-Behandlung, in Gramm (g);

m_1 die Masse der Prüfmenge nach der HF-Behandlung, in Gramm (g).

4.5.3.3 Grobe Körnung und Rohstoffe

4.5.3.3.1 Prinzip

Dieses Verfahren ist nur für grobe Körnung und Rohstoffe nach 4.3.2 und 4.3.3 geeignet.

4.5.3.3.2 Reagenzien

— **Flusssäure**, HF (konz.)

— **Schwefelsäure**, H_2SO_4 (konz.)

4.5.3.3.3 Geräte

— **Platin- oder PTFE-Tiegel**

— **Sandbad**, einstellbar auf $\pm 5\text{ °C}$

— **Ofen**, für den Betrieb bei 800 °C