

2025

Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid křemičitý, nitrid křemičitý, oxynitrid křemičitý a sialon –
Část 3: Stanovení obsahu dusíku, kyslíku, kovových a oxidických složek

ČSN
EN ISO 21068-3
72 6076

idt ISO 21068-3:2024

Chemical analysis of raw materials and refractory products containing silicon-carbide, silicon-nitride, siliconoxynitride
and sialon –
Part 3: Determination of nitrogen, oxygen and metallic and oxidic constituents

Analyse chimique des matieres premieres 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'oxygene et des constituants métalliques et oxydés

Chemische Analyse von Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen, die Siliciumcarbid, Siliciumnitrid,
Siliciumoxinitrid
und Sialon enthalten –
Teil 3: Bestimmung des Gehaltes an Stickstoff, Sauerstoff sowie metallischen und oxidischen
Bestandteilen

Tato norma je českou verzí evropské normy EN ISO 21068-3:2024. Překlad byl zajištěn Českou agenturou pro standardizaci. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN ISO 21068-3:2024. It was translated by the Czech Standardization Agency. It has the same status as the official version.

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN EN ISO 21068-3 z listopadu 2024.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

Proti předchozí normě dochází ke změně způsobu převzetí EN ISO 21068-3:2024 do soustavy norem ČSN. Zatímco ČSN EN ISO 21068-3:2024 z listopadu 2024 převzala EN ISO 21068-3:2024 schválením k přímému používání jako ČSN oznámením ve Věstníku ÚNMZ, tato norma ji přejímá překladem.

Informace o citovaných dokumentech

ISO 10058-1 zavedena v ČSN EN ISO 10058-1 (72 6077) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků magneziových a dolomiových (alternativa k rentgenové fluorescenční analýze) – Část 1: Přístroje, chemikálie, rozklad a vážkové stanovení oxidu křemičitého

ISO 10058-2 zavedena v ČSN EN ISO 10058-2 (72 6077) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků magneziových a dolomiových (alternativa k rentgenové fluorescenční analýze) – Část 2: Mokrá způsob

ISO 10058-3 zavedena v ČSN EN ISO 10058-3 (72 6077) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků magneziových a dolomiových (alternativa k rentgenové fluorescenční analýze) – Část 3: Postup pomocí plamenové atomové absorpční spektrometrie (FAAS) a atomové emisní spektrometrie s induktivně vázanou plazmou (ICP-AES)

ISO 12677 zavedena v ČSN EN ISO 12677 (72 6067) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků rentgenovou fluorescenční analýzou – Metoda tavené perly

ISO 16169 dosud nezavedena

ISO 20565-1 zavedena v ČSN EN ISO 20565-1 (72 6070) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků chromitých a chromitých surovin (alternativa k rentgenové fluorescenční analýze) – Část 1: Přístroje, chemikálie, rozklad a vážkové stanovení oxidu křemičitého

ISO 20565-2 zavedena v ČSN EN ISO 20565-2 (72 6070) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků chromitých a chromitých surovin (alternativa k rentgenové fluorescenční analýze) – Část 2: Mokrá způsob

ISO 20565-3 zavedena v ČSN EN ISO 20565-3 (72 6070) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků chromitých a chromitých surovin (alternativa k rentgenové fluorescenční analýze) – Část 3: Postup pomocí plamenové atomové absorpční spektrometrie (FAAS) a emisní spektrometrie s induktivně vázanou plazmou (ICP-AES)

ISO 21068-1 zavedena v ČSN EN ISO 21068-1 (72 6076) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid křemičitý, nitrid křemičitý, oxynitrid křemičitý a sialon – Část 1: Základní informace a příprava vzorku

ISO 21079-1 zavedena v ČSN EN ISO 21079-1 (72 6072) Žárovzdorné výrobky s obsahem ZrO_2 od 5 % do 45 % (alternativa k rentgenové fluorescenční analýze) – Část 1: Přístroje, chemikálie a rozklad

ISO 21079-2 zavedena v ČSN EN ISO 21079-2 (72 6072) Žárovzdorné výrobky s obsahem ZrO_2 od 5 % do 45 % (alternativa k rentgenové fluorescenční analýze) – Část 2: Mokrá způsob

ISO 21079-3 zavedena v ČSN EN ISO 21079-3 (72 6072) Žárovzdorné výrobky s obsahem ZrO_2 od 5 % do 45 % (alternativa k rentgenové fluorescenční analýze) – Část 3: Plamenová atomová absorpční spektrofotometrie (FAAS) a atomová emisní spektrometrie s induktivně vázanou plazmou (ICP-AES)

ISO 21587-1 zavedena v ČSN EN ISO 21587-1 (72 6071) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků hlinitokřemičitých (alternativa k rentgenové fluorescenční analýze) – Část 1: Přístroje, chemikálie, rozklad a vážkové stanovení oxidu křemičitého

ISO 21587-2 zavedena v ČSN EN ISO 21587-2 (72 6071) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků hlinitokřemičitých (alternativa k rentgenové fluorescenční analýze) – Část 2: Mokrá způsob

ISO 21587-3 zavedena v ČSN EN ISO 21587-3 (72 6071) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků hlinitokřemičitých (alternativa k rentgenové fluorescenční analýze) – Část 3: Postup s induktivně vázanou plazmou a pomocí atomové absorpční spektrometrie

Souvisící ČSN

ČSN ISO 5725-1 (01 0251) Přesnost (pravdivost a preciznost) metod a výsledků měření – Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření

ČSN ISO 1927-1 (72 6001) Žárovzdorné výrobky netvarové (monolitické) – Část 1: Úvodní ustanovení a klasifikace

ČSN EN ISO 26845 (72 6069) Chemický rozbor žárovzdorných materiálů – Všeobecné požadavky pro chemický rozbor mokrým způsobem, atomovou absorpční spektrometrií (AAS) a atomovou emisní spektrometrií s induktivně vázanou plazmou (ICP-AES)

ČSN EN 12698-1 (72 6074) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků z karbidu křemíku s nitridovou vazbou – Část 1: Chemické metody

ČSN EN 12698-2 (72 6074) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků z karbidu křemíku s nitridovou vazbou – Část 2: XRD metody

ČSN EN ISO 21068-2 (72 6076) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid křemičitý, nitrid křemičitý, oxynitrid křemičitý a sialon – Část 2: Stanovení ztráty žíháním, celkového uhlíku, volného uhlíku a karbidu křemičitého, celkového a volného oxidu křemičitého a celkového a volného křemíku

ČSN EN 15979 (72 6059) Zkoušení keramických materiálů a výrobků – Přímé stanovení hmotnostních podílů nečistot v práškovém a zrnitém karbidu křemičitém optickou emisní spektroskopií (OES) po excitaci stejno-směrným obloukem (DC)

Vypracování normy

Zpracovatel odborného překladu: Ing. Jaroslav Katora, IČO 86923099

Technická normalizační komise: TNK 44 Žárovzdorné materiály a výrobky

Vydala: Česká agentura pro standardizaci, státní příspěvková organizace

Citované dokumenty a související ČSN lze získat v e-shopu.

Česká agentura pro standardizaci je státní příspěvková organizace zřízená Úřadem pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví na základě ustanovení § 5 odst. 2 zákona č. 22/1997 Sb., o technických požadavcích na výrobky a o změně a doplnění některých zákonů, ve znění pozdějších předpisů.

ICS 81.080

Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid křemičitý, nitrid křemičitý, oxynitrid křemičitý a sialon –

Část 3: Stanovení obsahu dusíku, kyslíku, kovových a oxidických složek
(ISO 21068-3:2024)

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

Part 3: Determination of nitrogen, oxygen and metallic and oxidic constituents
(ISO 21068-3:2024)

Analyse chimique des matieres premieres
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'oxygene
et des constituants métalliques et oxydés
(ISO 21068-3:2024)

Chemische Analyse von Rohstoffen und
feuerfesten Erzeugnissen, die Siliciumcarbid,
Siliciumnitrid, Siliciumoxinitrid und Sialon
enthalten –

Teil 3: Bestimmung des Gehaltes an Stickstoff,
Sauerstoff sowie metallischen und oxidischen
Bestandteilen

(ISO 21068-3:2024)

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 25. května 2024.

Členové CEN jsou povinni splnit vnitřní předpisy CEN-CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací uděluje status národní normy.

Aktualizované seznamy a biblio-

grafické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru CEN-CENELEC nebo u kteréhokoli člena CEN.

Tato evropská norma existuje ve třech oficiálních verzích (anglické, francouzské, německé). Verze v každém jiném jazyce přeložená členem CEN do jeho vlastního jazyka, za kterou zodpovídá a kterou notifikuje Řídicímu centru CEN-CENELEC, má stejný status jako oficiální verze.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Bulharska, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa,

Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Republiky Severní Makedonie, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, Španělska, Švédsko, Švýcarska a Turecka.



Evropský výbor pro normalizaci

European Committee for Standardization

Comité Européen de Normalisation

Europäisches Komitee für Normung

Řídicí centrum CEN-CENELEC: Rue de la Science 23, B-1040 Brusel

© 2024 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoliv formě a jakýmikoliv prostředky

Ref. č. EN ISO 21068-3:2024 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Evropská předmluva

Tento dokument (EN ISO 21068-3:2024) vypracovala technická komise ISO/TC 33 *Žárovzdorné materiály a výrobky* ve spolupráci s technickou komisí CEN/TC 187 *Žárovzdorné materiály a výrobky*. Sekretariáty těchto organizací zajišťuje BSI.

Této evropské normě je nutno nejpozději do prosince 2024 dát status národní normy, a to buď vydáním identického textu, nebo schválením k přímému používání, a národní normy, které jsou s ní v rozporu, je nutno zrušit nejpozději do prosince 2024.

Upozorňuje se na možnost, že některé části tohoto dokumentu mohou být předmětem patentové ochrany. CEN (a/nebo CENELEC) nebude odpovídat za identifikaci některých nebo všech těchto patentových práv.

Tento dokument nahrazuje EN ISO 21068-3:2008.

Jakákoli zpětná vazba a dotazy k tomuto dokumentu by měly být směřovány na národní normalizační orgán / národní výbor. Kompletní seznam těchto orgánů lze nalézt na webových stránkách CEN.

Podle vnitřních předpisů CEN-CENELEC jsou tuto evropskou normu povinny zavést národní normalizační organizace následujících zemí: Belgie, Bulharska, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Chorvatska, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Republiky Severní Makedonie, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Srbska, Španělska, Švédsko, Švýcarsko a Turecko.

Oznámení o schválení

Text ISO 21068-3:2024 byl schválen CEN jako EN ISO 21068-3:2024 bez jakýchkoli modifikací.

Evropská předmluva.....	6
Předmluva.....	9
Úvod.....	10
1..... Předmět normy.....	11
2..... Citované dokumenty.....	11
3..... Termíny a definice.....	12
4..... Stanovení dusíku a kyslíku.....	12
4.1..... Obecně.....	12
4.2..... Kombinované stanovení dusíku a kyslíku analyzáto- rem s detekcí tepelné vodivosti (TC) a infračervené absorpce (IR).....	12
4.2.1... Podstata zkoušky.....	12
4.2.2... Chemikálie.....	13
4.2.3... Přístroje.....	13
4.2.4... Předúprava	

niklu.....	13
4.2.5...	
Kalibrace.....	13
4.2.6...	
Postup.....	14
4.2.7...	
Přesnost.....	14
4.3..... Stanovení celkového obsahu dusíku rozkladem	
tavením.....	14
4.3.1...	
Obecně.....	14
4.3.2... Podstata	
zkoušky.....	14
4.3.3...	
Chemikálie.....	14
4.3.4...	
Přístroje.....	15
4.3.5... Příprava	
vzorku.....	16
4.3.6...	
Postup.....	16
4.3.7... Výpočet a vyjádření	
výsledků.....	17
4.3.8...	
Přesnost.....	17
4.4..... Stanovení celkového obsahu dusíku Kjeldahlovo	
destilací.....	17

4.4.1... Podstata

zkoušky.....
..... 17

4.4.2...

Chemikálie.....
..... 18

4.4.3...

Přístroje.....
..... 18

4.4.4... Příprava

vzorku.....
..... 18

4.4.5...

Postup.....
..... 18

4.4.6... Výpočet a vyjádření

výsledků.....
... 19

4.4.7...

Přesnost.....
..... 19

4.5..... Výpočet obsahu Si_3N_4 z celkového obsahu

dusíku..... 19

4.5.1...

Výpočet.....
..... 19

5..... Stanovení rozpustného železa extrakcí kyselinou chlorovodíkovou s následnou optickou emisní spektrometrií s induktivně vázaným plazmatem (ICP-

OES)..... 19

5.1.....

Obecně.....
..... 19

5.2..... Podstata

zkoušky.....
..... 20

5.3.....

Přístroje.....
..... 20

5.4.....

Chemikálie.....

5.5.....	Příprava vzorku.....	
		20
5.6.....	Postup.....	
		20
5.7.....	Stanovení.....	
		20
5.8.....	Výpočet.....	
		20
6.....	Stanovení kovového (volného) hliníku metodou vyvíjení vodíku.....	21
6.1.....	Podstata zkoušky.....	
		21
6.2.....	Chemikálie.....	
		21
6.3.....	Přístroje.....	
		21
6.4.....	Příprava vzorku.....	
		21
6.5.....	Postup.....	
		21
6.6.....	Výpočet a vyjádření výsledků.....	
	...	22
7.....	Stanovení v kyselině rozpustného hliníku a hořčíku.....	22
7.1.....	Obecně.....	
		22
7.2.....		

Chemikálie.....	22
7.3.....	
Postup.....	22
7.4.....	
Stanovení.....	22
7.5.....	
Přesnost.....	23
8..... Stanovení elementárních nečistot v SiC	
surovinách.....	23
8.1.....	
Obecně.....	23
8.1.1... Rozklad alkalickým	
tavením.....	23
8.1.2... Kyselý tlakový	
rozklad.....	24
8.2..... Stanovení nečistot pomocí XRF (metoda tavené	
perly).....	25
8.3..... Stanovení nečistot pomocí DCArc-OES (metoda přímého vzorkování pevných	
látek).....	25
9..... Výpočet	
výsledků.....	26
10..... Protokol	
o zkoušce.....	26
Příloha A (informativní) Údaje	
o přesnosti.....	27
A.1..... Údaje o přesnosti při stanovení celkového obsahu dusíku a celkového obsahu kyslíku tavením	
v inertním	
plynu (4.2) v práškovém karbidu	
křemičitém.....	27

A.2..... Údaje o přesnosti při stanovení celkového obsahu dusíku rozkladem tavením ([4.3](#)) ve vzorku práškového nitridu křemičitého.....
..... 28

A.3..... Údaje o přesnosti při stanovení celkového obsahu dusíku Kjeldahlovo destilací ([4.4](#)) ve vzorku práškového nitridu křemičitého.....
..... 29

A.4..... Údaje o přesnosti při stanovení v kyselině rozpustného (volného) hliníku a v kyselině rozpustného (volného) hořčíku kyselým rozkladem / ICP-OES ([kapitola 7](#)) v žárovzdorných materiálech obsahujících uhlík..... 30

Bibliografie.....
..... 32

Předmluva

ISO (Mezinárodní organizace pro normalizaci) je celosvětová federace národních normalizačních orgánů (členů ISO). Mezinárodní normy obvykle vypracovávají technické komise ISO. Každý člen ISO, který se zajímá o předmět, pro který byla vytvořena technická komise, má právo být v této technické komisi zastoupen. Práce se zúčastňují také vládní i nevládní mezinárodní organizace, s nimiž ISO navázala pracovní styk. ISO úzce spolupracuje s Mezinárodní elektrotechnickou komisí (IEC) ve všech záležitostech normalizace v elektrotechnice.

Postupy použité při tvorbě tohoto dokumentu a postupy určené pro jeho další udržování jsou popsány ve směrnících ISO/IEC, část 1. Zejména se má věnovat pozornost rozdílným schvalovacím kritériím potřebným pro různé druhy dokumentů ISO. Tento dokument byl vypracován v souladu s redakčními pravidly uvedenými ve směrnících ISO/IEC, část 2 (viz www.iso.org/directives).

ISO upozorňuje na možnost, že uplatňování tohoto dokumentu může zahrnovat využití patentu (patentů). ISO nezaujímá žádný postoj ve věci prokázání, platnosti nebo použitelnosti jakýchkoliv patentových práv nárokových v tomto ohledu. K datu vydání tohoto dokumentu ISO neobdržela oznámení o patentu (patentech), který může být nezbytný k uplatňování tohoto dokumentu. Subjekty, které ho uplatňují, je však nutno upozornit, že nemusí jít o nejnovější informaci, kterou lze získat z databáze patentů dostupné na adrese www.iso.org/patents. ISO nelze činit odpovědnou za identifikaci jakéhokoliv nebo všech patentových práv.

Jakýkoliv obchodní název použitý v tomto dokumentu se uvádí jako informace pro usnadnění práce uživatelů a neznamena schválení.

Vysvětlení nezávazného charakteru technických norem, významu specifických termínů a výrazů ISO, které se vztahují k posuzování shody, jakož i informace o tom, jak ISO dodržuje principy Světové obchodní organizace (WTO) týkající se technických překážek obchodu (TBT), jsou uvedeny na tomto odkazu URL:

www.iso.org/iso/foreword.html.

Tento dokument vypracovala technická komise ISO/TC 33 *Žárovzdorné materiály a výrobky* ve spolupráci s technickou komisí CEN/TC 187 *Žárovzdorné materiály a výrobky* Evropského výboru pro normalizaci (CEN), v souladu s Dohodou o technické spolupráci mezi ISO a CEN (Vídeňská dohoda).

Toto druhé vydání ruší a nahrazuje první vydání (ISO 21068-3:2008), které bylo technicky revidováno.

Hlavní změny jsou následující:

- do tohoto dokumentu byly zahrnuty metody popsané v ISO 12698-1:2007 pro stanovení volného hliníku, oxidu hlinitého a celkového obsahu dusíku;
- byly odstraněny metody, které se již v praxi nepoužívají;
- byly aktualizovány odkazy na normy a bibliografie;
- dokument byl redakčně upraven.

Seznam všech částí řady ISO 21068 je možné nalézt na webových stránkách ISO.

Jakákoli zpětná vazba nebo otázky týkající se tohoto dokumentu mají být adresovány národnímu normalizačnímu orgánu uživatele. Úplný seznam těchto orgánů lze nalézt na adrese www.iso.org/members.html.

Úvod

Normy řady ISO 21068 byly vytvořeny kombinací EN 12698-1:2007 [1] a EN 12698-2:2007 [2] a ISO 21068-1:2008 [3], ISO 21068-2:2008 [4] and ISO 21068-3:2008 [5]. Poslední tři normy byly vytvořeny kombinací japonské normy JIS R 2011 [6] a normových podkladů, vytvořených v rámci CEN. Vzhledem k tomu, že se používá velké množství laboratorního vybavení, jsou popsány ty nejpoužívanější postupy.

ISO 21068-4 je odvozena z EN 12698-2:2007 [2] a popisuje XRD metodu pro stanovení mineralogických fází obvykle se vyskytujících v žárovzdorných výrobcích z karbidu křemičitého vázaných nitridem a oxynitridem za použití Bragg-Brentanova difraktometru.

Tento dokument je rovněž použitelný pro analýzu surovin SiC.

S výjimkou metody XRD uvedené v ISO 21068-4 jsou všechny chemické metody uvedené v tomto dokumentu validovány pouze pro suroviny SiC. Pro žárovzdorné výrobky klasifikované v normách podle ISO 10081-1 [7], ISO 10081-2 [8], ISO 10081-3 [9] a ISO 10081-4 [10] (tvarové) a podle ISO 1927-1 [11] (netvarové) a na suroviny obsahující uhlík a/nebo karbid křemičitý tento dokument platí po příslušném ověření pro jakékoliv složení matrice.

1 Předmět normy

Tento dokument specifikuje analytické techniky pro stanovení celkového dusíku a dusíku vyjádřeného jako nitrid křemičitý, celkového kyslíku a kovových a oxidických složek v žárovzdorných výrobcích a surovinách obsahujících karbid křemičitý.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.