

2025

Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid
křemičitý, nitrid křemičitý, oxynitrid křemičitý a sialon –
Část 1: Základní informace a příprava vzorku

ČSN
EN ISO 21068-1

72 6076

idt ISO 21068-1:2024

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

and sialon –

Part 1: General information, terminology and sample preparation

Analyse chimique des matieres premieres et des produits réfractaires contenant du carbure de silicium, nitrure de silicium, oxynitrure de silicium et sialon –

Partie 1: Informations générales, terminologie et préparation des échantillons

Chemische Analyse von Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen, die Siliziumcarbid, Siliziumnitrid, Siliziumoxynitrid

und Sialon enthalten –

Teil 1: Allgemeine Angaben und Probenvorbereitung

Tato norma je českou verzí evropské normy EN ISO 21068-1:2024. 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 21068-1:2024. 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 21068-1 z října 2024.

Národní předmluva

Změny proti předchozí normě

Proti předchozí normě dochází ke změně způsobu převzetí EN ISO 21068-1:2024 do soustavy norem ČSN. Zatímco ČSN EN ISO 21068-1:2024 z října 2024 převzala EN ISO 21068-1:2024 schválením k přímému používání jako ČSN oznámením ve Věstníku ÚNMZ, tato norma ji přejímá překladem.

Informace o citovaných dokumentech

ISO 5022 zavedena v ČSN ISO 5022 (72 6008) Žárovzdorné výrobky tvarové – Odběr vzorků a přejímací zkoušky

ISO 8656-1 zavedena v ČSN ISO 8656 (72 6010) Žárovzdorné výrobky. Odběr vzorků surovin a netvarových výrobků. Systém vzorkování

ISO 12677:2011 zavedena v ČSN EN ISO 12677:2012 (72 6072) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků rentgenovou fluorescenční analýzou – Metoda tavené perly

Souvisící ČSN

ČSN ISO 11648-2 (01 0264) Statistická hlediska vzorkování hromadných materiálů – Část 2: Vzorkování sypkých materiálů

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

ČSN ISO 10081-1 (72 6014) Klasifikace žárovzdorných výrobků tvarových hutných – Část 1: Hlinitokřemičité výrobky

ČSN ISO 10081-2 (72 6014) Klasifikace žárovzdorných výrobků tvarových hutných – Část 2: Zásadité výrobky obsahující méně než 7 % zbytkového uhlíku

ČSN ISO 10081-3 (72 6014) Klasifikace žárovzdorných výrobků tvarových hutných – Část 3: Zásadité výrobky obsahující 7 % až 50 % zbytkového uhlíku

ČSN ISO 10081-4 (72 6014) Klasifikace žárovzdorných výrobků tvarových hutných – Část 4: Speciální výrobky

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

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

ČSN EN ISO 21587-2 (72 6071) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků hlinitokřemičitých (alternativa k rent-genové fluorescenční analýze) – Část 2: Mokřím způsob

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

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 ISO 21068-3 (72 6076) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících

karbid křemičitý, nitrid křemičitý, oxynitrid křemičitý a sialon – Část 3: Stanovení obsahu dusíku, kyslíku, kovových a oxidic-kých složek

ČSN EN ISO 21068-4 (72 6076) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid křemičitý, nitrid křemičitý, oxynitrid křemičitý a sialon – Část 4: Metoda XRD

Upozornění na národní poznámky

Do normy byla ke kapitole 7 doplněna informativní národní poznámka.

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 souvisící 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 1: Základní informace a příprava vzorku
(ISO 21068-1:2024)

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

Part 1: General information, terminology and sample preparation
(ISO 21068-1:2024)

Analyse chimique des matieres premieres
et des produits réfractaires contenant du
carbure
de silicium, nitrure de silicium, oxynitrure de
silicium
et sialon –
Partie 1: Informations générales, terminologie
et préparation des échantillons
(ISO 21068-1:2024)

Chemische Analyse von Rohstoffen und
feuerfesten Erzeugnissen, die Siliziumcarbid,
Siliziumnitrid, Siliziumoxynitrid und Sialon
enthalten –
Teil 1: Allgemeine Angaben und
Probenvorbereitung
(ISO 21068-1:2024)

Tato evropská norma byla schválena CEN dne 4. 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 Řídícím centru CEN-CENELEC nebo u kteréhokoliv 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 Řídícímu 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 21068-1:2024 E

jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Evropská předmluva

Tento dokument (EN ISO 21068-1:2024) 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 listopadu 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 listopadu 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 21068-1:2008.

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 21068-1:2024 byl schválen CEN jako EN ISO 21068-1:2024 bez jakýchkoli modifikací.

Evropská předmluva.....	6
Předmluva.....	8
Úvod.....	9
1..... Předmět normy.....	10
2..... Citované dokumenty.....	11
3..... Termíny a definice.....	11
4..... Odběr vzorků a příprava zkušebního vzorku.....	12
4.1..... Obecně.....	12
4.2..... Příprava vzorku.....	12
5..... Předběžné analýzy.....	13
6..... Vyjádření výsledků.....	13
7..... Protokol o zkoušce.....	13
Bibliografie.....	15

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 neznamená 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 21068-1:2008), které bylo redakčně a technicky revidováno.

Hlavní změny jsou následující:

- Rozsah byl upraven podle rozsahu revidovaných verzí ISO 21068-2, ISO 21068-3 a ISO 21068-4;
- tabulka 1 byla odstraněna, protože je nyní součástí revidovaných verzí ISO 21068-2, ISO 21068-3 a ISO 21068-4;
- seznam dokumentů v kapitole 2 byl upraven;
- kapitola 3 byla upravena podle revidovaných verzí ISO 21068-2, ISO 21068-3 a ISO 21068-4;
- postup vážení byl odstraněn, protože jej lze předpokládat jako obecnou znalost uživatele řady norem ISO 21068;

- tomuto dokumentu byla přizpůsobena bibliografie.

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.

Normy řady ISO 21068 se vztahují na rozbor všech žárovzdorných materiálů 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. Normy řady ISO 21068 tedy pokrývají celý rozsah stanovení od čistého karbidu křemičitého po oxidické žárovzdorné sloučeniny s malým obsahem karbidu křemičitého a/nebo nitridů. Především normy řady ISO 21068 poskytují zejména metody rozlišení mezi různě vázanými druhy uhlíku, jako celkový uhlík ($C_{\text{celkový}}$) a volný uhlík ($C_{\text{volný}}$) a z těchto dvou hodnot určuje obsah karbidu křemičitého. ISO 21068-4 obsahuje podrobnosti o přípravě vzorků a obecné zásady pro kvalitativní a kvantitativní analýzu složení mineralogické fáze. Je popsáno kvantitativní stanovení a-Si₃N₄, b-Si₃N₄, Si₂ON₂, AlN a sialon.

Pokud je přítomen volný uhlík, obsahuje ISO 21068-2 různé způsoby teplotního zpracování pro gravimetrické určení hmotnostních změn. Vzniklý zbytek se často používá pro další stanovení.

Stanovení dalších skupin analyzovaných látek popsaných v normách řady ISO 21068 zahrnuje čisté kovy, volný křemík ($Si_{\text{volný}}$), volný hliník ($Al_{\text{volný}}$), volný hořčík ($Mg_{\text{volný}}$), volné železo ($Fe_{\text{volné}}$) a skupinu oxidů jako hlavní složky až po jejich stopová množství.

Normy řady ISO 21068 také určují postup stanovení oxidu křemičitého, celkového křemíku, kyslíku a dusíku a dalších oxidů kovů, které se obvykle v materiálech vyskytují.

Tato norma představuje soupis analytických metod, který se přibližně člení podle složení materiálu. Nicméně záleží ještě na uživateli, který zjistí vhodnost metody, v závislosti na materiálu a na analytických požadavcích.

Nejčastěji používané analytické postupy jako například rentgenová fluorescenční analýza (XRF) a optická emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP OES) mají nevýhodu, že výsledky analýzy nezohledňují chemické složky. Pro uhlíkaté keramické suroviny a směsi poskytují normy řady ISO 21068 analytické postupy na stanovení volného uhlíku, jakož i SiC, za přítomnosti oxidických sloučenin, zvláště SiO₂.

Vzhledem k rozdílnosti laboratorních přístrojů zahrnují normy řady ISO 21068 široce rozšířené analytické postupy, které vykazují ekvivalentní výsledky. Například, stanovení uhlíku je u všech uvedených postupů založeno na reakci uhlíku s kyslíkem za zvýšené teploty za vzniku CO₂. Uhlík se pak stanoví jako CO₂.

Rovněž jako uhlík a uhlíkaté látky je třeba zohlednit volný křemík, hliník a hořčík. Zatímco volný křemík je převážně prekurzor, který zůstane po výrobním procesu SiC v surovině, je kovový hliník přidáván do uhlíkatých žárovzdorných směsí jako antioxidant.

Především oxidické složky, jako Al_2O_3 , CaO , MgO , TiO_2 , Cr_2O_3 , ZrO_2 a alkálie se mohou stanovit pomocí XRF, ICP-OES nebo mokrým způsobem (viz ISO 12677, ISO 26845 [12], ISO 21587-1 [13], ISO 21587-2 [14] a ISO 21587-3 [15]). Tyto výsledky se mohou korigovat pomocí rovnic uvedených v normách řady ISO 21068, se zohledněním hodnot zjištěných při stanovení uhlíku, SiC a kovových složek.

Normy řady ISO 21068 poskytují rovněž postupy pro kvalitativní a kvantitativní stanovení obsahu dusíku a kyslíku. Tím je stanoven jen celkový obsah dusíku a kyslíku, přesné stanovení neuhlíkatých složek (oxidů a nitridů) tak není možné.

Normy řady ISO 21068 neobsahují postup na kvantitativní rozlišení různých nitridů jako siliciumnitrid, siliciumoxynitrid a sialon.

1 Předmět normy

Tento dokument uvádí definice a postupy přípravy vzorků pro chemický rozbor materiálů a žárovzdorných výrobků obsahujících karbid křemičitý, včetně

- a) SiC suroviny;
- b) grafitové tvarovky obsahující karbid křemičitý;
- c) tvarovky z karbidu křemičitého (včetně tvarovek obsahujících nitrid křemičitý, oxynitrid křemičitý a sialon);
- d) žárovzdorné výrobky, které obsahují uhlík a/nebo karbid křemičitý smíšený s jílem
- e) žárovzdorné výrobky, které obsahují uhlík a/nebo karbid křemičitý smíšený s oxidem křemičitým (a taveným oxidem křemičitým);
- f) žárovzdorné výrobky, které obsahují uhlík a/nebo karbid křemičitý smíšený s vysocehlinitým materiálem;
- g) žárovzdorné výrobky, které obsahují uhlík a/nebo karbid křemičitý smíšený s oxidem hořečnatým (a dolomitem)
- h) žárovzdorné výrobky, které obsahují uhlík a/nebo karbid křemičitý smíšený s chromovou rudou nebo magnezio-chromitým materiálem;
- i) žárovzdorné výrobky, které obsahují uhlík a/nebo karbid křemičitý a nejsou uvedeny pod a) až h);

Předmětem analýz uvedených v ISO 21068-2, ISO 21068-3, a ISO 21068-4 jsou:

- ztráta sušením (*LOD*);
- ztráta žíháním (*LOI*);
- celkový uhlík $C_{\text{celkový}}$;
- volný uhlík $C_{\text{volný}}$;
- karbid křemičitý SiC;
- volný křemík ($\text{Si}_{\text{volný}}$);
- volný hliník ($\text{Al}_{\text{volný}}$);
- volný hořečík ($\text{Mg}_{\text{volný}}$);
- volné železo ($\text{Fe}_{\text{volné}}$);
- oxid křemičitý (SiO_2);
- oxid hlinitý (Al_2O_3);
- oxid železitý (Fe_2O_3);

- oxid titaničitý (TiO_2);
- oxid vápenatý (CaO);
- oxid hořečnatý (MgO);
- oxid sodný (Na_2O);
- oxid draselný (K_2O);
- oxid chromitý (Cr_2O_3);
- oxid zirkoničitý (ZrO_2);
- oxid boritý (celkový obsah oxidů bóru, vyjádřený jako B_2O_3);
- dusík;
- kyslík;
- nitridy (nerozlišují se: Si_3N_4 , AlN , BN , sialon, oxynitridy atp.);
- mineralogické fáze (XRD-metody).

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.