

Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid křemíku -

Část 2: Stanovení ztráty žíháním, obsahu celkového uhlíku, volného uhlíku a karbidu křemíku, celkového a volného oxidu křemičitého a celkového a volného křemíku

ČSN

EN ISO 21068-2

72 6076

idt ISO 21068-2:2008

Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and refractory products – Part 2:
Determination of loss

on ignition, total carbon, free carbon and silicon carbide, total and free silica and total and free silicon

Analyse chimique des matieres premieres et des produits réfractaires et du carbure de silicium, de la
silice totale et libre,
et du silicium total et libre contenant du carbure de silicium – Partie 2: Détermination de la perte au
feu, du carbone total,
du carbone libre

Chemische Analyse von Siliziumcarbid enthaltenden Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen – Teil 2:
Bestimmung

des Glühverlustes und Gehaltes an Gesamtkohlenstoff, freiem Kohlenstoff und Siliziumcarbid, des
Gehaltes an gesamtem und freiem Silicium (IV)-oxid sowie an gesamtem und freiem Silicium

Tato norma je českou verzí evropské normy EN ISO 21068-2:2008. Překlad byl zajištěn Úřadem pro
technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví. Má stejný status jako oficiální verze.

This standard is the Czech version of the European Standard EN ISO 21068-2:2008. It was translated
by Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version

Nahrazení předchozích norem

Touto normou se nahrazuje ČSN 72 6025-2 z 1985-12-13, ČSN 72 6025-3 z 1985-12-13, ČSN 72 6025-
4 z 1985-12-13 a ČSN 72 6025-5 z 1985-12-13.

Národní předmluva

Změny proti předchozím normám

Oproti předchozím normám je v této normě uvedena řada nových pracovních postupů, včetně nových
způsobů detekce pomocí instrumentálních technik. Rozšířeny byly různé spalovací metodiky.
Zachován zůstal chemický postup stanovení volného křemíku využívající měření objemu uvolněného
vodíku po reakci s hydroxidem sodným, zároveň byl doplněn postup využívající vyloučení stříbra
křemíkem a jeho stanovení. Naopak se v této normě již nepoužívá nepřesný chemický postup

stanovení karbidu křemíku založený na selektivním odstraňování všech složek s výjimkou karbidu křemíku a pro stanovení karbidu křemíku se již používají jiné přesnější metodiky.

Informace o citovaných normativních dokumentech

ISO 5725-2 zavedena v ČSN ISO 5725-2 (01 0251) Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření. Část 2: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření

ISO 9286:1997 dosud nezavedena

ISO 10060 dosud nezavedena, z této normy vychází ČSN EN 993-3 (72 6020) Zkušební metody pro žárovzdorné výrobky tvarové hutné – Část 3: Zkoušení žárovzdorných výrobků obsahujících uhlík

ISO 21068-1:2008 zavedena v ČSN EN ISO 21068-1 (72 6076) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid křemíku – Část 1: Základní informace a příprava vzorku

EN 12698-1:2008 zavedena v ČSN EN ISO 12698-1 (72 6074) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků z karbidu křemíku s nitridovou vazbou – Část 1: Chemické metody

Vypracování normy

Zpracovatel: Ing. Jaroslav Katora, IČ 86923099

Technická normalizační komise: TNK 44 Žárovzdorné materiály a výrobky

Pracovník Úřadu pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví: Ing. Alena Krupičková

EVROPSKÁ NORMA EN ISO 21068-2

EUROPEAN STANDARD

NORME EUROPÉENNE

EUROPÄISCHE NORM Srpen 2008

ICS 81.080

**Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid křemíku –
Část 2: Stanovení ztráty žíháním, obsahu celkového uhlíku, volného uhlíku
a karbidu křemíku, celkového a volného oxidu křemičitého a celkového a volného
křemíku
(ISO 21068-2)**

Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and refractory products –
Part 2: Determination of loss on ignition, total carbon, free carbon and silicon carbide, total
and free silica and total and free silicon
(ISO 21068-2)

Analyse chimique des matières premières
et des produits réfractaires contenant du carbure
de silicium –
Partie 2: Détermination de la perte au feu, du carbone total, du
carbone libre et du carbure de silicium,
de la silice totale et libre, et du silicium total et libre
(ISO 21068-2)

Chemische Analyse von Siliziumcarbid enthaltenden Rohstoffen
und feuerfesten Erzeugnissen –
Teil 2: Bestimmung des Glühverlustes und Gehaltes
an Gesamtkohlenstoff, freiem Kohlenstoff
und Siliziumcarbid, des Gehaltes an gesamtem
und freiem Silicium (IV)-oxid sowie an gesamtem
und freiem Silicium
(ISO 21068-2)

Tato evropská norma byla schválena CEN 2008-07-11.

Členové CEN jsou povinni splnit Vnitřní předpisy CEN/CENELEC, v nichž jsou stanoveny podmínky, za kterých se musí této evropské normě bez jakýchkoliv modifikací dát status národní normy. Aktualizované seznamy a bibliografické citace týkající se těchto národních norem lze obdržet na vyžádání v Řídicím centru 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 Řídicímu centru, má stejný status jako oficiální verze.

Členy CEN jsou národní normalizační orgány Belgie, Bulharska, České republiky, Dánska, Estonska, Finska, Francie, Irska, Islandu, Itálie, Kypru, Litvy, Lotyšska, Lucemburska, Maďarska, Malty, Německa, Nizozemska, Norska, Polska, Portugalska, Rakouska, Rumunska, Řecka, Slovenska, Slovinska, Spojeného království, Španělska, Švédska a Švýcarska.

CEN
Evropský výbor pro normalizaci
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung
Řídicí centrum: rue de Stassart 36, B-1050 Brusel

© 2008 CEN Veškerá práva pro využití v jakékoli formě a jakýmkoli prostředky Ref. č.
EN ISO 21068-2:2008 E
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Obsah

Strana

Předmluva 6

Úvod 7

1 Předmět normy 8

2 Citované normativní dokumenty 8

3 Termíny a definice 8

4 Stanovení hmotnostních změn 8

4.1 Všeobecně 8

4.2 Stanovení ztráty sušením při teplotě 250 °C (LOD_{250}), gravimetrické stanovení 9

4.3 Stanovení ztráty kalcinací v argonu (LOI_{Ar}) 9

4.4 Stanovení hmotnostní změny tepelným zpracováním na vzduchu 11

4.5 Stanovení hmotnostní změny při teplotě 750 °C (LOI_{750}) 11

4.6 Stanovení ztráty žíháním při teplotě 850 °C (LOI_{850}) 12

4.7 Stanovení ztráty žíháním při teplotě 1 050 °C (LOI_{1050})	13
5 Stanovení celkového obsahu uhlíku	13
5.1 Všeobecně	13
5.2 Spalovací techniky	14
5.3 Detekční techniky	17
5.4 Detekční metody	21
6 Stanovení obsahu volného uhlíku	27
6.1 Všeobecně	27
6.2 Rozklad vzorku spálením	27
6.3 Způsoby detekce	27
6.4 Přímé způsoby detekce	27
6.5 Nepřímé detekční metody	30
6.6 Přímé stanovení volného uhlíku oxidací za mokra	34
7 Stanovení obsahu karbidu křemíku SiC	34
7.1 Všeobecně	34
7.2 Stanovení karbidu křemíku, SiC, nepřímým kvantitativním postupem	34
7.3 Stanovení karbidu křemíku, SiC, přímým kvantitativním postupem	35
7.4 Stanovení karbidu křemíku, SiC, žíháním při teplotě 750 °C	36
7.5 Stanovení karbidu křemíku, SiC, chemickým postupem	36
8 Stanovení celkového obsahu křemíku jako oxid křemičitý	38
8.1 Podstata zkoušky	38
8.2 Chemikálie	38
8.3 Přístroje	38
8.4 Provedení	38
8.5 Slepý pokus	39
8.6 Výpočet	39
9 Stanovení obsahu volného křemíku	39
9.1 Podstata zkoušky	39

9.2 Předběžná úprava s kyselinou chlorovodíkovou 39

9.3 Stanovení křemíku vyvíjením vodíku 40

Strana

9.4 Stanovení křemíku vyloučením stříbra 42

10 Stanovení obsahu oxidu křemičitého, SiO₂ 44

10.1 Všeobecně 44

10.2 Stanovení volného a / nebo kombinovaného obsahu oxidu křemičitého, SiO₂ 44

10.3 Stanovení obsahu volného oxidu křemičitého, SiO₂ 44

10.4 Stanovení obsahu povrchového oxidu křemičitého, SiO₂ povrchový 44

11 Vyjádření výsledků 44

12 Protokol o zkoušce 44

Příloha A (informativní) Příklady CRM pro kalibraci zkušebního přístroje na stanovení uhlíku 45

Bibliografie 46

Předmluva

Tento dokument (EN ISO 21068-2:2008) byl vypracován technickou komisí ISO/TC 33 „Žárovzdušné materiály a výrobky“ ve spolupráci s technickou komisí CEN/TC 187 „Žárovzdušné materiály a výrobky“. Sekretariáty těchto organizací zajišťuje BSI.

Této evropské normě je nutno nejpozději do února 2009 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 února 2009.

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.

Podle Vnitřních předpisů CEN/CENELEC jsou následující země povinny převzít tuto evropskou normu: Belgie, Bulharsko, Česká republika, Dánsko, Estonsko, Finsko, Francie, Irsko, Island, Itálie, Kypr, Litva, Lotyšsko, Lucembursko, Maďarsko, Malta, Německo, Nizozemsko, Norsko, Polsko, Portugalsko, Rakousko, Rumunsko, Řecko, Slovensko, Slovinsko, Spojené království, Španělsko, Švédsko a Švýcarsko.

Oznámení o schválení

Text ISO 21068-2:2008 byl schválen CEN jako EN ISO 21068-2:2008 bez jakýchkoli modifikací.

Úvod

ISO 21068-1 až ISO 21068-3 byly vytvořeny kombinací japonské normy JIS 2011 [6] a pracovních podkladů, původně vytvořených v rámci CEN. Vzhledem k tomu, že se používá velké množství

laboratorního vybavení, jsou popsány ty nejpoužívanější postupy.

Tato část ISO 21068 se vztahuje na rozbor všech žárovzdorných materiálů podle ISO 10081 [2] až [5] (tvarové) a podle ISO 1927 [1] (netvarové) a na suroviny obsahující uhlík a/nebo karbid křemíku. Tato část ISO 21068 tedy pokrývá celý rozsah stanovení od čistého karbidu křemíku po oxidické žárovzdorné sloučeniny s malým obsahem karbidu křemíku a/nebo nitridů. Tato část ISO 21068 poskytuje zejména metodu 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 křemíku.

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

Stanovení dalších skupin analyzovaných látek popsanych v této části ISO 21068 zahrnuje čisté kovy, volný křemík ($\text{Si}_{\text{volný}}$), volný hliník ($\text{Al}_{\text{volný}}$), volný hořčík ($\text{Mg}_{\text{volný}}$), volné železo ($\text{Fe}_{\text{volné}}$) a skupinu oxidů od hlavní složky až po jejich stopová množství.

Tato část ISO 21068 také určuje postup stanovení SiO_2 , celkového Si s kyslíkem a dusíkem a oxidů kovů, které se obvykle v materiálech vyskytují.

Tato část ISO 21068 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.

1 Předmět normy

Tato část ISO 21068 uvádí analytické postupy stanovení změny hmotnosti po tepelném zpracování při stanovených teplotách a postupy pro stanovení celkového obsahu uhlíku, volného uhlíku, karbidu křemíku, křemíku, celkového obsahu oxidu křemičitého a volného oxidu křemičitého v žárovzdorných materiálech a výrobcích obsahujících karbid křemíku.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.