

Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid křemíku -

Část 3: Stanovení obsahu dusíku, kyslíku, kovových a oxidických složek

ČSN

EN ISO 21068-3

72 6076

idt ISO 21068-3:2008

Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and refractory products – 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 – Partie 3: Dosage de l'azote, de l'oxygene et des constituants métalliques et oxydés

Chemische Analyse von Siliziumcarbid enthaltenden Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen – Teil 3: Bestimmung des Gehaltes an Stickstoff, Sauerstoff sowie metallischen und oxidischen Bestandteilen

Tato norma je českou verzí evropské normy EN ISO 21068-3:2008. 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 21068-3:2008. It was translated by Czech Office for Standards, Metrology and Testing. It has the same status as the official version

Národní předmluva

Informace o citovaných normativních dokumentech

ISO 10058-1 dosud nezavedena

ISO 10058-2 dosud nezavedena

ISO 10058-3 dosud nezavedena

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

ISO 20565-1 dosud nezavedena

ISO 20565-2 dosud nezavedena

ISO 20565-3 dosud nezavedena

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

ISO 21068-2:2008 zavedena v ČSN EN ISO 21068-2 (72 6076) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid křemíku – Část 2: 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 21079-1 zavedena v ČSN EN ISO 21079-1 (72 6072) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků obsahujících oxid hlinitý, zirkoničitý a křemičitý – 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) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků obsahujících oxid hlinitý, zirkoničitý a křemičitý – Žárovzdorné výrobky s obsahem ZrO_2 od 5 % do 45 % (alternativa k rentgenové fluorescenční analýze) – Část 2: Mokrý způsob

ISO 21079-3 zavedena v ČSN EN ISO 21079-3 (72 6072) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků obsahujících oxid hlinitý, zirkoničitý a křemičitý – 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: Mokrý 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

ISO 26845 zavedena v 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)

EN 12698-1:2007 zavedena v ČSN EN 12698-1 (72 6074) Chemický rozbor žárovzdorných výrobků z karbidu křemíku s nitridovou vazbou – Část 1: Chemické metody

Vypracování normy

Zpracovatel: Ing. Jaroslav Kotora, 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 21068-3
EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM Srpen 2008

ICS 81.080

**Chemický rozbor žárovzdorných výrobků a surovin obsahujících karbid křemíku -
Část 3: Stanovení obsahu dusíku, kyslíku, kovových a oxidických složek
(ISO 21068-3)**

Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and refractory products -
Part 3: Determination of nitrogen, oxygen and metallic and oxidic constituents
(ISO 21068-3)

Analyse chimique des matieres premieres
et des produits réfractaires contenant du carbure
de silicium -
Partie 3: Dosage de l'azote, de l'oxygene
et des constituants métalliques et oxydés
(ISO 21068-3)

Chemische Analyse von Siliziumcarbid enthaltenden Rohstoffen
und feuerfesten Erzeugnissen -
Teil 3: Bestimmung des Gehaltes an Stickstoff, Sauerstoff sowie
metallischen und oxidischen Bestandteilen
(ISO 21068-3)

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 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, 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 jakýmikoli prostředky Ref. č.
EN ISO 21068-3:2008 E
jsou celosvětově vyhrazena národním členům CEN.

Obsah

Strana

Předmluva 5

Úvod 6

1 Předmět normy 7

2 Citované normativní dokumenty 7

3 Termíny a definice 8

4 Stanovení dusíku a kyslíku 8

4.1 Všeobecně 8

4.2 Kombinované stanovení dusíku a kyslíku analyzátozem s detekcí tepelné vodivosti (TC) a infračervené absorpce (IR) 8

5 Stanovení dusíku, vypočteného jako Si_3N_4 10

5.1 Všeobecně 10

5.2 Rozklad kyselinami – titrační metoda 10

5.3 Kyselý rozklad – fotometrická metoda 14

5.4 Tavení v inertním plynu – stanovení pomocí tepelné vodivosti 16

5.5 Stanovení celkového obsahu dusíku 20

6 Stanovení volného železa atomovou emisní spektroskopií s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES) 20

6.1 Všeobecně 20

6.2 Metoda se síranem měďnatým 21

6.3 Brom / methanolová metoda 22

7 Stanovení volného hliníku a volného hořčíku 24

7.1 Všeobecně 24

7.2 Kyselý rozklad – atomová emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-AES) 24

7.3 Kyselý rozklad – plamenová atomová absorpční spektrometrie (FAAS) 26

7.4 Metoda vylučování vodíku 27

8 Analýza oxidů 27

8.1 Všeobecně 27

8.2 Mokré postupy 28

8.3 Plamenová atomová absorpční spektrometrie a / nebo atomová emisní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem 28

8.4 XRF metoda s rozkladem po žíhání vzorku 28

8.5 Stanovení oxidu křemičitého, oxidu hlinitého, oxidu železitého, oxidu titaničitého, oxidu vápenatého, oxidu hořečnatého, oxidu sodného, oxidu draselného, oxidu chromitého, oxidu zirkoničitého a oxidu boritého 29

9 Vyjádření výsledků 31

Příloha A (informativní) Statistické výsledky analýzy žárovzdorných výrobků obsahujících uhlík a / nebo karbid křemíku 32

Bibliografie 37

Předmluva

Tento dokument (EN ISO 21068-3:2008) byl vypracován technickou komisí 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 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 21068-3:2008 byl schválen CEN jako EN ISO 21068-3:2008 bez jakýchkoli modifikací.

Úvod

ISO 21068, část 1 až 3 byly vytvořeny kombinací japonské normy JIS 2011 [8] 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 (všechny části) [3], [4], [5], [6] (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 postup 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 tepelného zpracování pro gravimetrické určení hmotnostních změn. Vzniklý zbytek se často používá pro další stanovení.

Stanovení dalších skupin analyzovaných látek popsaných 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 hlavních složek až po jejich stopová množství.

Tato část ISO 21068 také určuje postup stanovení SiO_2 , celkového Si, kyslíku a dusíku 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 určí vhodnost metody, v závislosti na materiálu a na analytických požadavcích.

1 Předmět normy

Tato část ISO 21068 uvádí postupy stanovení celkového obsahu dusíku a dusíku vyjádřeného jako nitrid křemíku, celkového obsahu kyslíku a volných kovových a oxidických složek v materiálech a žárovzdorných výrobcích obsahujících karbid křemíku.

Je použitelná pouze pro materiály obsahující karbid křemíku, které neobsahují nitridovou vazbu. Na žárovzdorné výrobky obsahující karbid křemíku a nitridovou vazbu se vztahuje norma EN 12698-1.

Konec náhledu - text dále pokračuje v placené verzi ČSN.