

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9286

Première édition
1997-01-15

**Abrasifs en grains ou en roche — Analyse
chimique du carbure de silicium**

iTeh STANDARD PREVIEW

Abrasive grains and crude — Chemical analysis of silicon carbide
(standards.iteh.ai)

[ISO 9286:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6838f33e-aa08-4696-999b-032aa7dde9bd/iso-9286-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6838f33e-aa08-4696-999b-032aa7dde9bd/iso-9286-1997>



Numéro de référence
ISO 9286:1997(F)

	Page
Sommaire	
1 Domaine d'application	1
2 Référence normative	1
3 Analyse des impuretés de surface	1
3.1 Échantillonnage	2
3.2 Préparation de l'échantillon	2
3.3 Dosage du silicium superficiel (Si_{surf})	2
3.4 Dosage du carbone superficiel (C_{surf})	4
3.5 Détermination de la perte au traitement par l'acide (PTA) ...	9
3.6 Dosage du dioxyde de silicium superficiel ($\text{SiO}_{2\text{surf}}$)	10
3.7 Calcul de la teneur en carbure de silicium résiduel (SiC_R)	12
3.8 Dosage du fer superficiel (Fe_{surf})	12
3.9 Dosage du fer superficiel par spectrométrie d'absorption atomique (SAA)	13
3.10 Dosage de l'oxyde d'aluminium superficiel ($\text{Al}_2\text{O}_{3\text{surf}}$)	14
3.11 Dosage de l'oxyde d'aluminium superficiel par spectrométrie d'absorption atomique (SAA)	15
3.12 Dosage des oxydes de calcium superficiels (CaO_{surf}) et de magnésium superficiels (MgO_{surf})	15
3.13 Dosage des oxydes de magnésium superficiels (MgO_{surf}) et de calcium superficiels (CaO_{surf}) par spectrométrie d'absorption atomique (SAA)	17
4 Dosage du carbure de silicium (SiC) dans le carbure de silicium broyé	17
4.1 Principe	17
4.2 Préparation de l'échantillon	17
4.3 Dosage du carbone total (C_{total})	18
4.4 Dosage du carbone libre (C_{libre})	20
4.5 Calcul de la teneur en carbure de silicium (SiC)	21
5 Rapport d'essai	21
Annexes	
A Autres méthodes d'analyse	22
B Tolérances résultant des écarts dus à une méthode de mesure pour l'analyse chimique du carbure de silicium	23

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9286 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 29, *Petit outillage*, sous-comité SC 5, *Meules et abrasifs*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6858155c-aa08-4696-999b-032aa7dde9bd/iso-9286-1997>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9286:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6838f33e-aa08-4696-999b-032aa7dde9bd/iso-9286-1997>

Abrasifs en grains ou en roche — Analyse chimique du carbure de silicium

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes d'analyse pour la détermination de la composition chimique des grains abrasifs et des roches brutes à base de carbure de silicium. Elle est applicable au dosage des impuretés de surface des grains abrasifs et à la détermination de la teneur en SiC des roches brutes broyées, lorsque cette teneur est supérieure ou égale à 95 % (*m/m*).

Lorsque les grains de carbure de silicium ont une granulométrie supérieure ou égale à 15 µm, la détermination de la perte au traitement acide se fait suivant la méthode indiquée en 3.5 et le dosage du SiC résiduel (SiC_R) par la méthode indiquée en 3.7.

Lorsque les grains de carbure de silicium ont une granulométrie inférieure à 15 µm, la détermination de leur teneur en carbure de silicium s'effectue de la manière indiquée en 4.3 et 4.4.2.1 ou 4.4.2.3 et 4.5, car les méthodes utilisées en 4.2 et 3.7 donnent inévitablement des résultats faussés en raison de l'oxydation superficielle.

Lorsque la teneur en carbone superficiel [$w(C_{\text{surf}})$] est supérieure à 2 % (*m/m*), un dosage coulométrique conformément à la méthode décrite en 3.4.2.3 donnera des résultats corrects. La méthode gravimétrique décrite en 3.4.2.1 n'est applicable que lorsque la teneur en carbone superficiel est supérieure à 2 % (*m/m*). Si on calcine jusqu'à atteindre une masse constante ou croissante, la méthode coulométrique décrite en 3.4.2.2 ne peut être appliquée dans le cas où la teneur $w(C_{\text{surf}})$ est supérieure à 2 %.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 9138:1993, *Grains abrasifs — Échantillonnage et division*.

3 Analyse des impuretés de surface

Le présent article s'applique aux grains abrasifs dans leur état granulométrique initial pour en déterminer les impuretés de surface.

3.1 Échantillonnage

L'échantillon doit être prélevé dans le lot de grains de carbure de silicium à analyser conformément à la méthode prescrite dans l'ISO 9138.

3.2 Préparation de l'échantillon

L'analyse chimique superficielle doit être effectuée sur des grains abrasifs pris tels quels. L'échantillon sera seulement séché à (110 ± 5) °C jusqu'à masse constante.

3.3 Dosage du silicium superficiel (Si_{surf})

3.3.1 Principe

Méthode volumétrique basée sur le dégagement de l'hydrogène résultant de l'attaque du silicium par une solution d'hydroxyde de sodium à l'ébullition.

3.3.2 Réactifs

3.3.2.1 Solution aqueuse d'hydroxyde de sodium, à environ 25 % (*m/m*).

3.3.2.2 Eau distillée, ou **eau totalement déionisée**, servant de liquide obturant, qui sera acidifiée par quelques gouttes d'acide sulfurique et légèrement colorée à l'aide de méthylorange.

3.3.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

[ISO 9286:1997](https://standards.iteh.ai/ISO/9286:1997)

3.3.3.1 Appareil de dosage, conforme à la figure 1, composé d'une plaque chauffante (1) avec un bain de sable, d'une fiole conique à col large de 100 ml (2), d'un réfrigérant à boules de longueur totale 40 cm environ (3), d'un tube capillaire coudé (4), d'une burette à gaz (5) terminée par un renflement d'environ 180 ml à 200 ml (6), d'un tube en caoutchouc relié à un flacon pour équilibre de niveau (7).

Placer la fiole conique de 100 ml en position verticale sur le bain de sable chauffé électriquement. La raccorder au réfrigérant à boules grâce au bouchon en caoutchouc qui assure l'étanchéité. Placer le thermomètre (3.3.3.4) dans l'eau de refroidissement à l'aide d'un raccord en té. Raccorder le réfrigérant à boules à l'extrémité supérieure de la burette à gaz au moyen d'un tube passant dans un bouchon en caoutchouc. Raccorder le tube capillaire de l'extrémité inférieure de la burette à gaz au flacon pour équilibre de niveau contenant un liquide obturant.

3.3.3.2 Baromètre.

3.3.3.3 Thermomètre, pour mesurer la température ambiante.

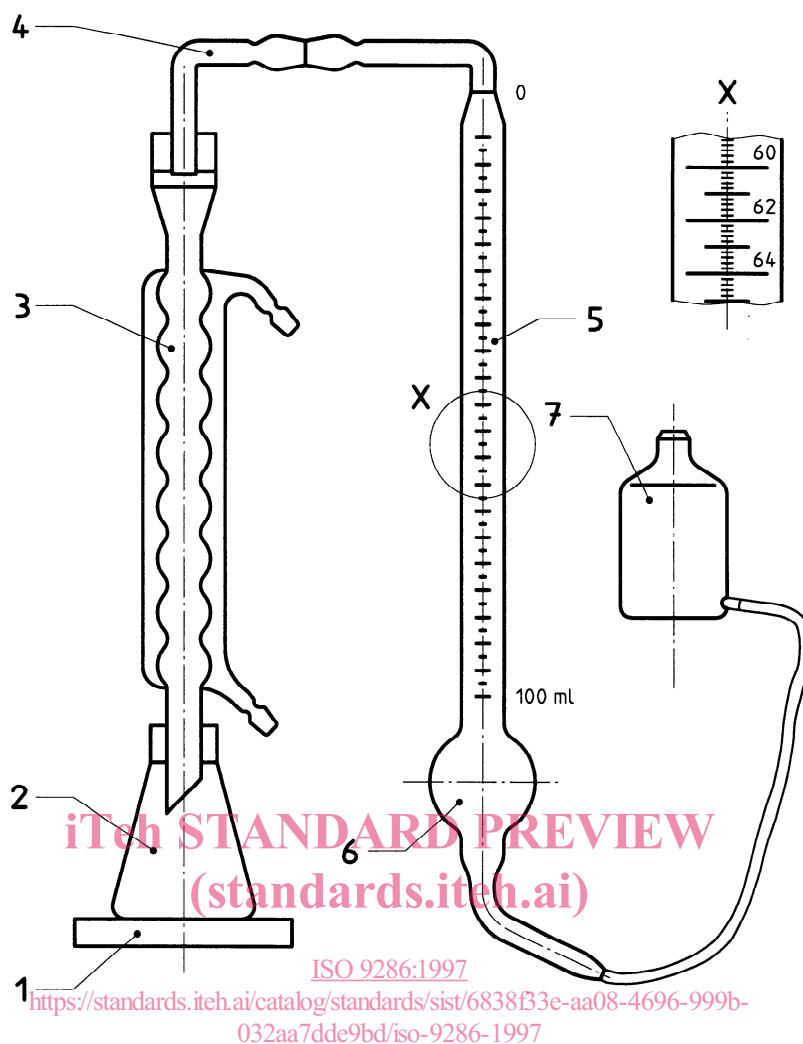
3.3.3.4 Thermomètre à immersion, pour le contrôle de la température du liquide de refroidissement.

3.3.3.5 Thermostat.

3.3.4 Mode opératoire

Prélever dans l'échantillon préparé conformément à 3.2 une prise d'essai (*m*) de 5 g, pesée à 0,001 g près, et la placer dans la fiole conique. Si en raison d'une teneur trop élevée en silicium libre, la quantité d'hydrogène produite excède la capacité de la burette, réduire la prise d'essai (*m*) à moins de 5 g.

Avant de régler le niveau de départ dans la burette à gaz, laisser circuler l'eau de refroidissement au moins 10 min dans le réfrigérant à boules jusqu'à température constante à ± 1 °C.



Légende

- | | | | |
|---|-----------------------|---|---------------------------------|
| 1 | Plaque chauffante | 5 | Burette à gaz |
| 2 | Fiole conique | 6 | Réservoir supplémentaire |
| 3 | Réfrigérant à boules | 7 | Flacon pour équilibre de niveau |
| 4 | Tube capillaire coudé | | |

Figure 1 — Appareil de dosage du silicium

Au moment d'enregistrer le niveau final dans la burette à gaz, la température de l'eau de refroidissement doit être identique à celle qui a été déterminée au départ.

Si l'eau du robinet n'assure pas la constance de la température exigée à ± 1 °C, intercaler un thermostat dans le circuit d'eau de refroidissement.

Enregistrer la température ambiante au voisinage immédiat de la burette à gaz, avec une précision de 0,1 °C. Si cette température n'est pas constante, le burette doit être thermostatée.

Ajouter à la prise d'essai à analyser, introduite dans la fiole conique, 40 ml de la solution d'hydroxyde de sodium à température ambiante. Raccorder immédiatement la fiole au réfrigérant à boules et régler rapidement au zéro de la burette à gaz la hauteur du liquide obturant, à l'aide du flacon pour équilibre de niveau. Sans changer la position de ce flacon, raccorder le tube capillaire au réfrigérant. Enregistrer dans la burette le niveau initial du liquide obturant avec une précision de 0,1 ml, après avoir égalisé avec précision les niveaux dans la burette et dans le flacon pour équilibre de niveau. Chauffer alors le contenu de la fiole conique et l'amener à ébullition pendant 90 min. Durant le chauffage et l'ébullition, protéger par un écran la burette à gaz des rayonnements thermiques. En fin d'ébullition, éloigner le bain de sable ou la plaque chauffante.

Refroidir la fiole conique toujours raccordée au réfrigérant en la plongeant dans un récipient rempli d'eau froide. Renouveler l'eau autant de fois que nécessaire pour ramener la fiole conique et son contenu à la température ambiante enregistrée en début d'analyse.

Vérifier que la température est identique dans la fiole conique et le condenseur, égaliser les niveaux du flacon pour équilibre de niveau et de la burette. Noter alors le niveau du liquide dans la burette. Enregistrer ensuite la température ambiante et la hauteur barométrique. L'écart de la température ambiante entre le début et la fin de l'analyse ne doit pas dépasser ± 3 °C.

3.3.5 Expression des résultats

Calculer la teneur en silicium superficiel, exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation suivante. Le résultat sera arrondi à deux chiffres après la virgule.

$$w(\text{Si}_{\text{surf}}) = \frac{0,000\ 627 \times V \times f}{m} \times 100$$

où

- V est le volume d'hydrogène recueilli dans la burette à gaz, en millilitres;
- m est la masse de la prise d'essai, conformément à 3.3.4, en grammes;
- 0,000 627 est le facteur de conversion du volume d'hydrogène gazeux, en millilitres, en masse de silicium, en grammes;
- f est le facteur de correction ramenant le volume d'hydrogène gazeux aux conditions normales de température et de pression: 0 °C et 1 013 hPa.

Le facteur f peut être obtenu en consultant les tables de correction générales applicables aux gaz, en tenant compte de l'indication du thermomètre et de la pression de vapeur au-dessus du liquide obturant.

[ISO 9286:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6838f33e-aa08-4696-999b-032aa7dde9bd/iso-9286-1997)

3.4 Dosage du carbone superficiel (C_{surf})

3.4.1 Principe

Dosage gravimétrique ou coulométrique du dioxyde de carbone obtenu par chauffage du carbone superficiel dans un courant d'oxygène à l'intérieur d'un four à combustion.

3.4.2 Méthodes de mesure

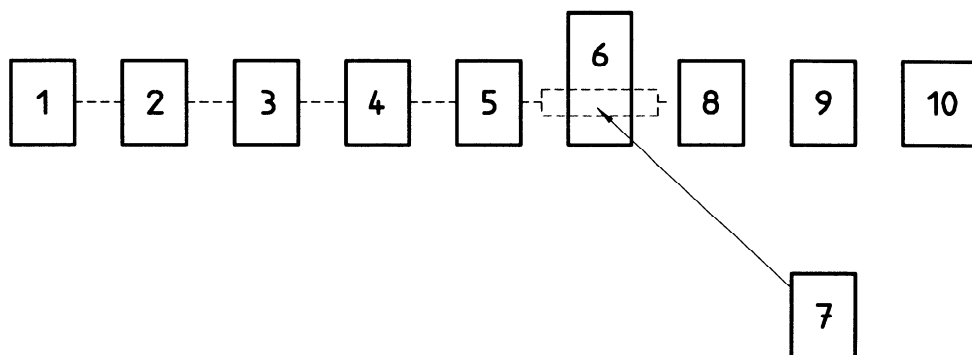
3.4.2.1 Méthode gravimétrique

3.4.2.1.1 Appareillage

3.4.2.1.1.1 Appareil de combustion, tel que représenté à la figure 2.

3.4.2.1.2 Mode opératoire

Avant de commencer les mesures, rincer la chaîne de combustion à l'aide d'un courant d'oxygène pendant 10 min à 15 min. Prélever, dans l'échantillon préparé conformément à 3.2, une prise d'essai (m_0) de 2 g pesée à 0,000 1 g près et la placer dans une nacelle de combustion préalablement calcinée et tarée. Peser la cellule d'absorption et l'introduire dans la chaîne de combustion. Placer la nacelle de combustion contenant l'échantillon dans la zone chaude du four tubulaire à (900 à 915) °C. Faire passer pendant 30 min un courant d'oxygène de 100 ml/min dans l'installation. Enlever ensuite la cellule d'absorption et la peser. L'augmentation de masse correspond à la masse du dioxyde de carbone (m_2). Déterminer la masse du résidu de la nacelle de combustion (m_1), à $\pm 0,000$ 1 g.



Légende

- 1 Source d'oxygène
- 2 Régulateur de débit
- 3 Débitmètre
- 4 Colonne d'absorption du CO₂
- 5 Colonne à dessécher contenant du Mg(ClO₄)₂ anhydre
- 6 Four tubulaire
- 7 Tube de combustion (sortie garnie de laine de verre ferrugineuse)
- 8 Colonne contenant du zinc en granulé de granulométrie 1 mm
- 9 Flaçon laveur contenant du H₂SO₄ (masse volumique 1,84 g/ml)
- 10 Cellule d'absorption contenant un produit absorbant du CO₂, garnie à ses deux extrémités de laine de verre et d'une couche d'environ 10 mm à 15 mm de Mg(ClO₄)₂ couvrant le produit absorbant du CO₂

Figure 2 — Appareil de combustion pour le dosage du carbone (four à résistance)

3.4.2.1.3 Expression des résultats (standards.iteh.ai)

La teneur en carbone superficiel, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation

$$w(C_{\text{surf}}) = \frac{(0,272\,9 \times m_2) - (0,375\,4 \times m_3)}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse de la prise d'essai avant combustion (égale à la masse de l'échantillon pesé en 3.4.2.1.2), en grammes;

m_1 est la masse de l'échantillon après combustion, en grammes;

m_2 est la masse de dioxyde de carbone, en grammes;

$$m_3 = m_1 - m_0 + 0,272\,9\,m_2$$

$$0,272\,9 = \frac{M_r(\text{C})}{M_r(\text{CO}_2)}$$

$$0,375\,4 = \frac{M_r(\text{C})}{M_r(\text{O}_2)}$$

La méthode de dosage et de calcul compense une possible oxydation du carbure de silicium.

3.4.2.2 Méthode coulométrique générale

3.4.2.2.1 Réactifs

3.4.2.2.1.1 Solution de perchlorate de baryum.

Mettre en solution environ 200 g de perchlorate de baryum [Ba(ClO₄)₂] dans de l'eau distillée ou déionisée et compléter à 1 l.

3.4.2.2.1.2 Carbonate de baryum (BaCO_3).

3.4.2.2.1.3 Peroxyde d'hydrogène absorbé sur de l'urée [$\text{H}_2\text{O}_2, \text{CO}(\text{NH}_2)_2$], par exemple perhydrite en comprimés.

3.4.2.2.1.4 Propanol-2 (alcool isopropylique) [$\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$].

3.4.2.2.1.5 Chaux sodée, en granulés.

3.4.2.2.1.6 Solutions tampons d'étalonnage du pH-mètre, conformément aux instructions du fabricant.

3.4.2.2.1.7 Oxygène, à 99,99 % (V/V).

3.4.2.2.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

3.4.2.2.2.1 Chaîne de combustion, conforme à la figure 3.

Le four de combustion doit pouvoir fonctionner et être réglé à une température au moins égale à $(1\ 100 \pm 30)^\circ\text{C}$.

3.4.2.2.2.2 Thermocouple, avec indicateur pour mesurer la température du four.

3.4.2.2.2.3 Débitmètre.

Pour les phases de montage et de mise en marche, se référer aux instructions du fabricant. Pour vérifier un appareil neuf, ou pratiquer des contrôles occasionnels, effectuer plusieurs opérations avec un échantillon de référence dont la teneur en carbone superficiel est connue selon le mode opératoire indiqué au 3.4.2.2.3, avant d'effectuer le mesurage sur la prise d'essai. La teneur en carbone déterminée doit correspondre, dans les limites de tolérance admises, à la teneur en carbone de l'échantillon de référence.

[ISO 9286:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6838f33e-aa08-4696-999b-032aa7dde9bd/iso-9286-1997)

3.4.2.2.3 Mode opératoire <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6838f33e-aa08-4696-999b-032aa7dde9bd/iso-9286-1997>

Prélever, dans l'échantillon préparé en 3.2, une prise d'essai (m_0) de 0,2 g pesée à 0,000 1 g près et l'introduire dans une nacelle de combustion préalablement calcinée pour éliminer tout le carbone. Porter le four à combustion à une température de $(850 \pm 20)^\circ\text{C}$ et y placer la nacelle. Enregistrer la température intérieure et régler de façon correspondante la température du four. Il est habituel de procéder à un fractionnement du gaz, c'est-à-dire de n'utiliser qu'une fraction (généralement 1/10^e) du gaz à analyser, sauf si la teneur en carbone superficiel est très faible, auquel cas on renonce au fractionnement.

Régler le courant d'oxygène de manière à empêcher toute entrée d'air ambiant. À la température indiquée ci-dessus, le dosage du carbone superficiel prend 10 min. Chaque série d'analyses doit être précédée d'un dosage à blanc avec une nacelle précalcinée (sans fractionnement du gaz). À partir des valeurs moyennes obtenues sur trois dosages séparés, calculer la valeur moyenne (l').

En règle générale, l'essai à blanc donne une teneur en carbone variant entre 0,01 % (m/m) et 0,02 % (m/m).

3.4.2.2.4 Expression des résultats

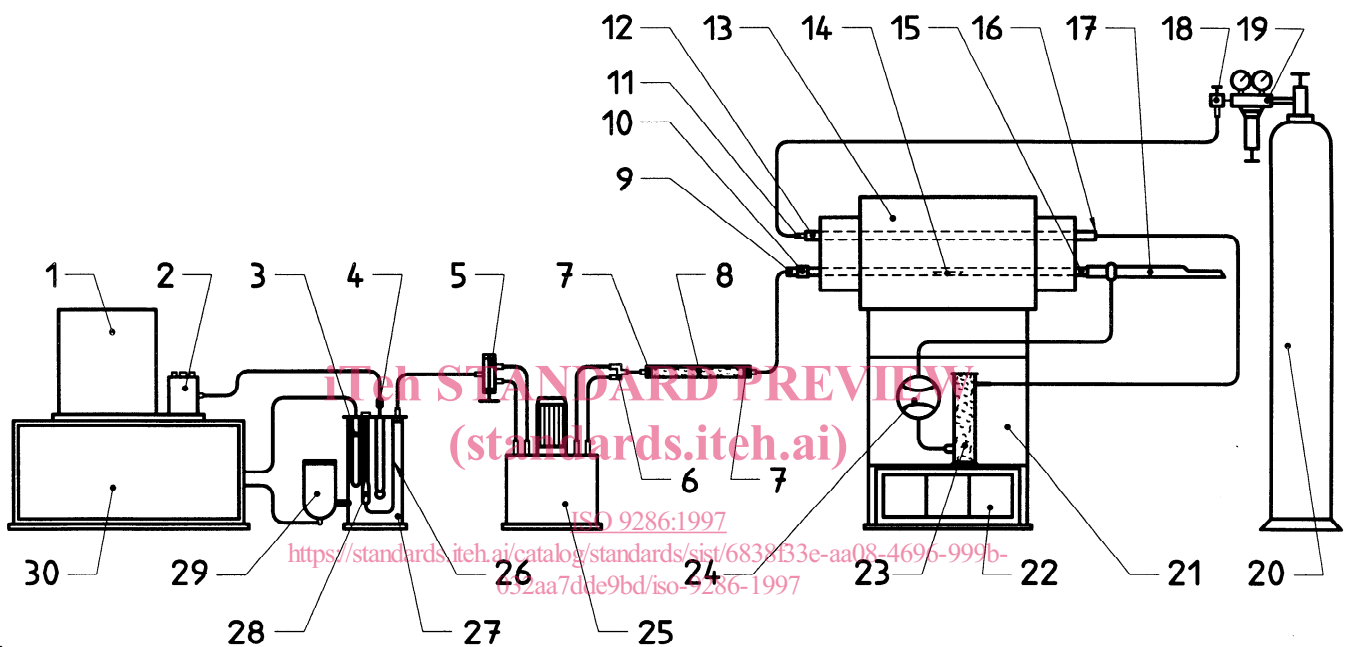
Calculer la teneur en carbone superficiel, exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation suivante. Le résultat sera arrondi à deux chiffres après la virgule.

$$w(\text{C}_{\text{surf}}) = \frac{(l \times f) - (l' \times f') \times x}{m_0 \times 1\ 000} \times 100$$

où

l est la valeur moyenne du nombre d'impulsions correspondant à l'échantillon;

- f est le coefficient de fractionnement du gaz;
- l' est la valeur moyenne des nombres d'impulsions donnés par les essais à blanc conformément à 3.4.2.2.3;
- f' est le coefficient de fractionnement du gaz lors de l'essai à blanc;
- m_0 est la masse de la prise d'essai (voir 3.4.2.2.3), en grammes;
- x est le coefficient de proportionnalité, fonction de l'appareil, permettant de convertir les impulsions en milligrammes de carbone;
- 1 000 est le facteur de conversion des grammes en milligrammes.



Légende

1	pH-mètre	16	Raccord d'étanchéité de 4 mm
2	Produit de titrage	17	Support d'entrée d'échantillon
3	Cathode	18	Vanne de réglage de précision
4	Détecteur	19	Détendeur de pression
5	Robinet à piston	20	Bouteille d'oxygène à haute pression
6	Raccord en té	21	Transformateur
7	Tampon d'ouate	22	Régulateur de température
8	Récipient de perhydrite	23	Réservoir de chaux sodée
9	Raccord en verre avec laine de quartz	24	Débitmètre
10	Raccord souple	25	Pompe doseuse
11	Raccord d'étanchéité 8 mm	26	Tube d'entrée
12	Tube en céramique	27	Cellule d'absorption
13	Four à combustion	28	Mélangeur
14	Nacelle de combustion	29	Anode
15	Tube à combustion	30	Coulomètre

Figure 3 — Appareil de dosage du carbone par la méthode coulométrique