
**Analyse chimique des matières
premières et des produits réfractaires
contenant du carbure de silicium —**

**Partie 1:
Informations générales et préparation
des échantillons**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and
refractory products —*

Part 1: General information and sample preparation

ISO 21068-1:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e33a6f2-29ec-40fd-b663-d58889a6c826/iso-21068-1-2008>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21068-1:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e33a6f2-29ec-40fd-b663-d58889a6c826/iso-21068-1-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e33a6f2-29ec-40fd-b663-d58889a6c826/iso-21068-1-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	3
3 Termes et définitions	3
4 Échantillonnage et préparation de l'échantillon d'essai	4
4.1 Généralités	4
4.2 Pré-traitement de l'échantillon	5
5 Analyses préalables	6
6 Expression des résultats	6
7 Rapport d'essai.....	6
Bibliographie.....	8

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21068-1:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e33a6f2-29ec-40fd-b663-d58889a6c826/iso-21068-1-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e33a6f2-29ec-40fd-b663-d58889a6c826/iso-21068-1-2008>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 21068-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*.

L'ISO 21068 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires contenant du carbure de silicium*:

- *Partie 1: Informations générales et préparation des échantillons*
- *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*
- *Partie 3: Dosage de l'azote, de l'oxygène et des constituants métalliques et oxydés*

Introduction

Les Parties 1 à 3 de l'ISO 21068 ont été mises au point en partant de la Norme japonaise JIS 2011 [2] et des études mises au point à l'origine par le CEN. Du fait de la grande variété du matériel de laboratoire utilisé les méthodes les plus courantes sont décrites.

La présente partie de l'ISO 21068 s'applique à l'analyse de tous les produits réfractaires tels qu'ils sont classés dans l'ISO 10081 [10]-[13] (matériaux façonnés) et l'ISO 1927 [3] (matériaux non façonnés) et des matériaux bruts contenant du carbone et/ou du carbure de silicium. Par conséquent, la présente partie de l'ISO 21068 couvre l'ensemble du processus d'analyse, depuis le carbure de silicium pur jusqu'à la composition des réfractaires contenant de l'oxyde à faible teneur en nitrures et/ou en carbures de silicium. Les parties 1 à 3 de l'ISO 21068 fournissent principalement des méthodes permettant de faire une distinction entre les différents types de liaisons du carbone comme le carbone total (C_{total}) et le carbone libre (C_{free}) et dérive la teneur en carbure de silicium de ces résultats.

En présence de carbone libre, la norme inclut les différents types de traitement thermique afin de déterminer les changements de masse par une méthode gravimétrique. Le résidu qui en résulte est fréquemment utilisé pour d'autres dosages.

Les dosages des autres groupes d'analytes décrits dans la présente partie de l'ISO 21068 concerne les métaux libres, le silicium libre (Si_{free}), l'aluminium libre (Al_{free}), le magnésium libre (Mg_{free}), le fer libre (Fe_{free}) ainsi que le groupe d'oxydes de composés qu'ils soient les composés principaux ou présents à l'état de trace.

L'ISO 21068, Parties 1 à 3, décrit également l'analyse chimique du dioxyde de silicium, du silicium total, de l'oxygène, de l'azote ainsi que d'autres métaux oxydés que l'on rencontre typiquement dans les matériaux.

La présente partie de l'ISO 21068 donne une liste de méthodes d'analyse plus ou moins structurée conformément à la composition du matériau. Cependant, il appartient toujours à l'utilisateur de démontrer que la méthode est applicable en fonction du matériau et des exigences de l'analyse.

Les techniques analytiques les plus largement utilisées telles que la spectroscopie à fluorescence des rayons X (XRF) et la spectroscopie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES) ont pour inconvénient que les résultats analytiques sont indépendants de la liaison chimique. Pour les matières premières céramiques et les compositions contenant du carbone, l'ISO 21068 fournit des méthodes analytiques pour la détermination du carbone libre, et de SiC en présence de composés oxydés, en particulier SiO_2 .

En raison de la diversité de l'équipement de laboratoire, les trois parties de l'ISO 21068 récapitulent les techniques analytiques largement utilisées qui aboutissent à des résultats équivalents. La détermination du carbone est basée en principe sur toutes les méthodes spécifiées par la méthode d'extraction de l'oxygène, où le carbone est oxydé à des températures élevées. Ensuite le carbone est analysé comme le CO_2 .

Tout comme le carbone et les composés à base de carbure et de silicium, on considère l'aluminium et le magnésium. Tandis que le silicium métallique est dans la majorité un matériau précurseur qui demeure après le processus de fabrication du SiC dans les matières premières, l'aluminium métallique est ajouté comme antioxydant dans les formulations réfractaires contenant du carbone.

La plupart du temps les composants liés d'oxydes, comme Al_2O_3 , CaO , MgO , TiO_2 , Cr_2O_3 , ZrO_2 et composés alcalins, peuvent être déterminés par XRF comme décrit dans l'ISO 12677, ICP-AES ou méthodes chimiques humides (voir l'ISO 26845 [25], l'ISO 21587-1 [22] et l'ISO 21587-3 [24]). Ces résultats peuvent être corrigés par des formules fournies par l'ISO 21068 dans la considération des valeurs obtenues par le dosage du carbone, du SiC, et des composants métalliques.

ISO 21068-1:2008(F)

L'ISO 21068 fournit également des méthodes pour les déterminations qualitatives et quantitatives de la teneur en azote et de la détermination de l'oxygène. De ce fait, seulement la teneur totale en azote et en oxygène est donnée; il est impossible de réaliser une détermination précise des composants sans carbure (oxydes et nitrures) de cette façon.

L'ISO 21068 ne fournit pas de méthodes pour distinguer quantitativement les différentes variétés de nitrures comme le nitrure de silicium, oxynitrure de silicium et SiAlON. Pour de plus amples informations au sujet de la détermination de ce groupe de composés, voir l'EN 12698-2.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 21068-1:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e33a6f2-29ec-40fd-b663-d58889a6c826/iso-21068-1-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e33a6f2-29ec-40fd-b663-d58889a6c826/iso-21068-1-2008>

Analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires contenant du carbure de silicium —

Partie 1: Informations générales et préparation des échantillons

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 21068 donne des définitions et spécifie des techniques de préparation des échantillons pour l'analyse chimique des matières premières et produits réfractaires contenant du carbure de silicium comprenant:

- a) brique de graphite contenant le carbure de silicium;
- b) brique de carbure de silicium (inclut les briques contenant du nitrure de silicium);
- c) réfractaires contenant du carbone et/ou du carbure de silicium mélangés à de l'argile;
- d) réfractaires contenant du carbone et/ou du carbure de silicium mélangés à de la silice (et de la silice en fusion);
- e) réfractaires contenant du carbone et/ou du carbure de silicium mélangés à des matériaux à forte teneur en alumine;
- f) réfractaires contenant du carbone et/ou du carbure de silicium mélangés à de la magnésie (ou de la dolomite);
- g) réfractaires contenant du carbone et/ou du carbure de silicium mélangés à du minerai de chrome ou des matériaux de magnésie-chrome;
- h) réfractaires contenant du carbone et/ou du carbure de silicium sauf ceux décrits ci-dessus en a) et g).

Les articles de l'analyse chimique décrits dans les Parties 1 à 3 de l'ISO 21068 sont les suivants:

- 1) perte au séchage (LOD),
- 2) perte au feu (LOI),
- 3) carbone total, C_{total} ,
- 4) carbone libre, C_{free} ,
- 5) carbure de silicium, SiC,
- 6) silicium libre (Si_{free}),
- 7) aluminium libre (Al_{free}),
- 8) magnésium libre (Mg_{free}),
- 9) fer libre (Fe_{free}),

- 10) oxyde de silicium(IV) (SiO_2),
- 11) oxyde d'aluminium (Al_2O_3),
- 12) oxyde de fer(III) (oxyde de fer total calculé comme Fe_2O_3),
- 13) oxyde de titane(IV) (TiO_2),
- 14) oxyde de calcium (CaO),
- 15) oxyde de magnésium (MgO),
- 16) oxyde de sodium (Na_2O),
- 17) oxyde de potassium (K_2O),
- 18) oxyde de chrome(III) (Cr_2O_3),
- 19) oxyde de zirconium (ZrO_2),
- 20) oxyde de bore (bore total calculé comme B_2O_3),
- 21) azote,
- 22) oxygène,
- 23) nitrures (indifférencié: Si_3N_4 , AlN , BN , SiAlON , oxynitrures, etc.).

L'intervalle de détermination spécifique dans la présente partie de l'ISO 21068 est indiqué dans le Tableau 1.

Tableau 1 — L'intervalle de détermination

Composant	Intervalle % en masse
LOI	-10 à 99
C_{total}	0,01 à 99
C_{free}	0,01 à 99
SiC	3 à 99
Si_{free}	0,1 à 10
Al_{free}	0,1 à 10
Mg_{free}	0,1 à 10
Fe_{free}	0,1 à 10
SiO_2	0,1 à 95
Al_2O_3	0,1 à 95
Fe_2O_3	0,1 à 15
TiO_2	0,1 à 5
CaO	0,1 à 60
MgO	0,1 à 95
Na_2O	0,1 à 5
K_2O	0,1 à 5
Cr_2O_3	0,1 à 40
ZrO_2	0,1 à 1
B_2O_3	0,1 à 5
Si_3N_4	0,1 à 35

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 31-0, *Grandeurs et unités — Partie 0: Principes généraux*

ISO 5022, *Produits réfractaires façonnés — Échantillonnage et contrôle de réception*

ISO 8656-1, *Produits réfractaires — Échantillonnage des matières premières et des matériaux non façonnés préparés — Partie 1: Schéma d'échantillonnage*

ISO 12677:2003, *Analyse chimique des matériaux réfractaires par fluorescence de rayons-X — Méthode de la perle fondue*

EN 12698-2, *Analyse chimique des produits réfractaires contenant du carbure de silicium lié au nitrure — Partie 2: Méthodes de DRX*

ISO 21068-2:2008, *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*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

matériaux réfractaires non façonnés

mélanges constitués d'un agrégat et d'une liaison ou de liaisons, préparés pour être prêts à l'emploi soit directement dans les conditions dans lesquelles ils sont livrés, soit après addition d'un ou de plusieurs liquides appropriés

NOTE 1 Ils peuvent contenir des matériaux en fibre de céramique, organiques ou métalliques.

NOTE 2 Ces mélanges sont soit denses, soit isolants. Les mélanges isolants sont ceux dont la porosité réelle est supérieure ou égale à 45 % lorsqu'elle est déterminée conformément à l'EN 1094-4^[1], à l'aide d'une éprouvette calcinée dans des conditions spécifiées.

3.2

matériaux réfractaires façonnés denses

compositions réfractaires pré-façonnées et calcinées ou chauffées afin d'obtenir une liaison céramique ou à base de carbone

NOTE L'ISO 10081^{[10]-[13]} fournit une classification des matériaux réfractaires façonnés denses.

3.3

humidité

eau qui n'est pas chimiquement liée et qui est présente dans des produits et les matières premières réfractaires, issue de l'absorption d'humidité pendant le stockage, ou bien eau résiduelle utilisée pour la préparation d'un mélange de béton réfractaire

3.4

composés volatils

composés qui s'évaporent à 750 °C dans une atmosphère d'argon

NOTE En général, l'eau chimiquement liée (réfractaires non façonnés à liaison phosphate et hydraulique), les groupes hydroxyles et les composés organiques présentant une pression à la vapeur faible tels qu'ils sont dans le brai, le goudron, la résine ou d'autres liants organiques, sont éliminés.