
**Analyse chimique des matériaux
réfractaires contenant de l'alumine, de la
zircone et de la silice — Matériaux
réfractaires contenant de 5 % à 45 % de
ZrO₂ (méthode alternative à la méthode
par fluorescence de rayons X) —**

iTeh STANDARD PREVIEW

Partie 1:

Appareillage, réactifs et dissolution

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31079-1-2008/iso-21079-1-2008>
*Chemical analysis of refractories containing alumina, zirconia and
silica — Refractories containing 5 % to 45 % of ZrO₂ (alternative to the
X-ray fluorescence method) —*

Part 1: Apparatus, reagents and dissolution



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 21079-1:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e472763-38ba-4b0d-9590-6dbacf37e433/iso-21079-1-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e472763-38ba-4b0d-9590-6dbacf37e433/iso-21079-1-2008>



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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Appareillage	2
5 Réactifs	2
5.1 Généralités	2
5.2 Solutions étalons spécifiques à l'ISO 21079	2
6 Échantillonnage	5
7 Modes opératoires généraux	5
8 Détermination de la perte au feu	5
9 Décomposition de l'échantillon et préparation des solutions utilisées pour l'analyse	5
9.1 Techniques générales de décomposition	5
9.2 Méthodes de dissolution par fusion	5
9.3 Méthodes de dissolution par attaque à l'acide fluorhydrique	8
10 Expression des résultats d'essai	10
11 Examen et approbation des résultats d'essai	11
12 Rapport d'essai	11
Annexe A (informative) Références des solutions mères et des solutions témoins dans la présente partie de l'ISO 21079	12
Bibliographie	13

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 21079-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*.

L'ISO 21079 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Analyse chimique des matériaux réfractaires contenant de l'alumine, de la zirconie et de la silice — Matériaux réfractaires contenant de 5 % à 45 % de ZrO₂ (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X)*:

- *Partie 1: Appareillage, réactifs et dissolution*
- *Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide*
- *Partie 3: Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS) et spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)*

Analyse chimique des matériaux réfractaires contenant de l'alumine, de la zircone et de la silice — Matériaux réfractaires contenant de 5 % à 45 % de ZrO_2 (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) —

Partie 1: Appareillage, réactifs et dissolution

1 Domaine d'application

L'ISO 21079 spécifie des méthodes d'analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires AZS (alumine, zircone et silice), contenant de 5 % à 45 % de ZrO_2 (zircone) à l'aide des méthodes classiques («par voie humide»), par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES) et par spectrophotométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS).

La présente partie de l'ISO 21079 spécifie l'appareillage, les réactifs et les méthodes de dissolution utilisés.

Elle s'applique aux plages de détermination indiquées dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Plages de détermination en fraction massique, exprimée en %

Composant	Plage	Composant	Plage
LOI (perte au feu)	-1 à 40	MgO	0,01 à 2
SiO_2	0,1 à 45	Na_2O	0,01 à 3
Al_2O_3	1 à 80	K_2O	0,01 à 1
Fe_2O_3	0,01 à 2	Cr_2O_3	0,01 à 3
TiO_2	0,01 à 5	ZrO_2	5 à 45
CaO	0,01 à 2	HfO_2	0,01 à 2
NOTE Les valeurs autres que celles de LOI correspondent à l'état calciné.			

La présente partie de l'ISO 21079 n'est pas applicable aux matériaux réfractaires à base de MgO.

NOTE L'ISO 21079 fournit des méthodes alternatives à la méthode d'analyse par fluorescence de rayons X, spécifiée dans l'ISO 12677.

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 26845, *Analyse chimique des matériaux réfractaires — Exigences générales pour les méthodes d'analyse chimique par voie humide, par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) et par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 26845 s'appliquent.

4 Appareillage

Appareillage de laboratoire courant et appareillage spécifique tel qu'indiqué dans l'ISO 26845.

5 Réactifs

5.1 Généralités

Préparer les réactifs suivants et ceux spécifiés dans l'ISO 26845, si nécessaire.

Au cours de l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et uniquement de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

Il convient que les réactifs soient conformes aux exigences de l'ISO 6353-1, de l'ISO 6353-2 et de l'ISO 6353-3, selon le cas.

5.2 Solutions étalons spécifiques à l'ISO 21079

Des solutions étalons conformes aux exigences de traçabilité peuvent être utilisées au lieu des solutions suivantes.

5.2.1 Solution étalon d'oxyde d'aluminium, Al_2O_3 1 mg/ml.

Laver une surface suffisante d'aluminium métal (pureté de plus de 99,9 % en fraction massique) à l'acide chlorhydrique (1 + 4) pour dissoudre la couche oxydée. Laver ensuite successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther de diéthyle, puis sécher dans un dessiccateur. Peser 0,529 2 g d'aluminium et transférer dans un bécher de 250 ml. Couvrir d'un verre de montre, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (1 + 1) et chauffer pour dissoudre. Après refroidissement, compléter à 1 000 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau.

5.2.2 Solution étalon d'oxyde de calcium, CaO 1 mg/ml.

Dissoudre 1,785 g de carbonate de calcium pur préalablement séché à 150 °C dans un léger excès d'acide chlorhydrique dilué (1 + 4) dans un bécher de 250 ml, couvert d'un verre de montre. Porter à ébullition pour éliminer le dioxyde de carbone, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

5.2.3 Solution étalon d'oxyde de chrome(III), Cr_2O_3 1 mg/ml.

Faire sécher environ de 2 g à 3 g de dichromate de potassium, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, à 110 °C pendant au moins 2 h. En peser 1,935 g et dissoudre dans de l'eau en complétant à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

5.2.4 Solution étalon d'oxyde de chrome(III) diluée, Cr_2O_3 0,025 mg/ml.

Diluer 25 ml de la solution étalon d'oxyde de chrome(III) (1 mg/ml) jusqu'à 1 000 ml dans une fiole jaugée. Préparer une solution fraîche à chaque nouvelle utilisation.

5.2.5 Solution étalon CyDTA, 0,02 mol/l.

Ajouter 16 ml de solution d'hydroxyde de sodium (100 g/l) et 150 ml d'eau à 7,30 g de CyDTA, puis dissoudre en chauffant. Après refroidissement, compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

5.2.6 Solution étalon d'EDTA, 5 g/l.

Dissoudre 5 g d'EDTANa₂ (sel disodique d'acide éthylènediamine-tétracétique, dihydraté) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée. Stocker dans un flacon en plastique.

Étalonner avec du calcium comme suit.

Introduire à la pipette 25 ml de solution étalon de calcium (1 mg/ml) dans une fiole conique de 500 ml, ajouter 10 ml de solution d'hydroxyde de potassium et compléter à environ 200 ml avec de l'eau. Ajouter environ 0,015 g d'indicateur calcéine tamisé et titrer avec la solution d'EDTA (5 g/l), la couleur virant d'un vert fluorescent au rose.

Étalonner avec du magnésium comme suit.

Introduire à la pipette 25 ml de solution étalon de magnésium (1 mg/ml) dans une fiole conique de 500 ml. Ajouter 20 gouttes d'acide chlorhydrique (concentré) et 20 ml d'ammoniaque (concentré), puis compléter à environ 200 ml. Ajouter environ 0,04 g d'indicateur bleu de méthylthymol complexone et titrer avec la solution d'EDTA (5 g/l).

5.2.7 Solution étalon d'oxyde de hafnium, HfO₂ 1 mg/ml.

Transférer 1,5 g d'oxyde de hafnium (d'une pureté de plus de 99,9 % en fraction massique) dans un creuset en platine de 20 ml, calciner à 1 050 °C ± 25 °C pendant 1 h et faire refroidir dans un dessiccateur. Peser 0,500 0 g de résidu calciné dans un creuset en platine de 75 ml. Après avoir ajouté 3,0 g de carbonate de sodium anhydre et 2,0 g d'acide borique, mélanger et faire fondre à 1 050 °C ± 25 °C dans un four à moufle électrique. Après refroidissement, ajouter 55 ml d'acide sulfurique (1 + 9) et chauffer au bain-marie bouillant jusqu'à dissolution. Après refroidissement, compléter à 500 ml dans une fiole avec de l'eau.

5.2.8 Solution étalon d'oxyde de fer(III), Fe₂O₃ 1 mg/ml.

Laver une surface suffisante de fer métal (d'une pureté de plus de 99,9 % en fraction massique) à l'acide chlorhydrique (1 + 4). Dissoudre la couche oxydée, laver successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther de diéthyle. Sécher dans un dessiccateur. Peser 0,699 4 g de substance, transvaser dans un bécher (200 ml) et couvrir d'un verre de montre; ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (1 + 1) et chauffer au bain-marie bouillant jusqu'à dissolution. Après refroidissement, compléter à 1 000 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau.

5.2.9 Solution étalon diluée d'oxyde de fer(III), Fe₂O₃ 0,04 mg/ml.

Transvaser 40 ml de la solution étalon d'oxyde de fer(III) (1 mg/ml) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau. Préparer une solution fraîche à chaque nouvelle utilisation.

5.2.10 Solution étalon d'oxyde de magnésium, MgO 1 mg/ml.

Laver une surface suffisante de magnésium métal (d'une pureté de plus de 99,9 % en fraction massique) à l'acide chlorhydrique (1 + 1) pour dissoudre la couche oxydée. Laver ensuite successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther de diéthyle, puis sécher dans un dessiccateur. Peser 0,301 5 g du magnésium lavé, transvaser dans un bécher de 200 ml et couvrir d'un verre de montre. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (1 + 1) et chauffer au bain-marie bouillant jusqu'à dissolution. Après refroidissement, transférer dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume avec de l'eau.

5.2.11 Solution étalon d'oxyde de potassium, K₂O 1 mg/ml.

Transférer de 1 g à 1,5 g de chlorure de potassium dans un creuset en platine (de 30 ml, par exemple) et calciner à 600 °C ± 25 °C pendant approximativement 60 min. Laisser refroidir le creuset et son contenu dans un dessiccateur. Peser une quantité de 0,791 4 g et transférer dans un bécher de 200 ml. Dissoudre dans 100 ml d'eau, transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume avec de l'eau.

5.2.12 Solution étalon d'oxyde de silicium(IV), SiO₂ 1 mg/ml.

Peser de 0,7 g à 1,0 g d'oxyde de silicium(IV) (d'une pureté de plus de 99,9 % en fraction massique) dans un creuset en platine (de 30 ml, par exemple) et chauffer pendant 30 min à 1 150 °C ± 50 °C. Faire refroidir dans un dessiccateur, puis peser 0,500 0 g de l'oxyde de silicium(IV) ainsi obtenu dans un creuset en platine (de 30 ml, par exemple). Faire fondre l'oxyde de silicium(IV) avec 3,0 g de carbonate de sodium anhydre. Laisser refroidir et essuyer la paroi extérieure du creuset, puis dissoudre dans de l'eau chaude (150 ml) dans un bécher en plastique de 200 ml en agitant à l'aide d'une baguette en plastique. Laisser refroidir et compléter à 500 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée sans chauffer. Transvaser cette solution immédiatement dans un flacon en plastique.

5.2.13 Solution étalon diluée d'oxyde de silicium(IV), SiO₂ 0,04 mg/ml.

Diluer 10 ml de la solution étalon d'oxyde de silicium(IV) (1,0 mg/ml) jusqu'à 250 ml avec de l'eau.

5.2.14 Solution étalon d'oxyde de sodium, Na₂O 1 mg/ml.

Transférer de 1 g à 1,5 g de chlorure de sodium dans un creuset en platine (de 30 ml, par exemple) et calciner à 600 °C ± 25 °C pendant approximativement 60 min. Laisser refroidir le creuset et son contenu dans un dessiccateur. Peser 0,942 9 g et transférer dans un bécher de 200 ml. Dissoudre dans 100 ml d'eau, transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter au volume avec de l'eau.

5.2.15 Solution étalon d'oxyde de titane(IV), TiO₂ 1,0 mg/ml.

Peser 0,599 4 g de titane (d'une pureté de plus de 99,9 % en fraction massique) dans un creuset en platine de 100 ml et couvrir d'un verre de montre en résine de polytétrafluoroéthylène. Ajouter 20 ml d'acide fluorhydrique, 15 ml d'acide sulfurique (1 + 1) et 0,5 ml d'acide nitrique. Chauffer au bain-marie bouillant jusqu'à dissolution. Retirer le verre de montre et le rincer à l'eau. Chauffer la solution sur un bain de sable jusqu'à ce que l'on puisse détecter des fumées d'acide sulfurique. Après refroidissement, rincer la paroi intérieure du creuset en platine avec une petite quantité d'eau et chauffer de nouveau jusqu'à ce que des fumées soient détectables. Après refroidissement, compléter à 1 000 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau.

5.2.16 Solution étalon diluée d'oxyde de titane(IV), TiO₂ 0,01 mg/ml.

Diluer 10 ml de la solution étalon d'oxyde de titane(IV) (1,0 mg/ml) avec de l'eau et compléter à 1 000 ml.

5.2.17 Solution étalon de zinc, Zn 0,02 mol/l.

Laver une surface suffisante de zinc (d'une pureté de plus de 99,9 % en fraction massique) à l'acide chlorhydrique (1 + 3) et dissoudre la couche oxydée. Laver successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther de diéthyle, puis sécher dans un dessiccateur. Peser (1,307 4 ± 0,1) mg de zinc, couvrir d'un verre de montre et transférer dans un bécher de 300 ml. Ajouter 20 ml d'eau et avec précaution 10 ml d'acide nitrique; chauffer au bain-marie bouillant jusqu'à dissolution. Après refroidissement, compléter à 1 000 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau.

Calculer le facteur, *F*, de la solution de zinc à 0,02 mol/l à l'aide de l'Équation 1.

$$F = \frac{m}{0,653\ 7} \times \frac{A}{100} \tag{1}$$

où

m est la masse de zinc pesée, en grammes;

A est la pureté du zinc, en fraction massique, exprimée en %.

6 Échantillonnage

Préparer l'échantillon conformément à l'ISO 26845.

7 Modes opératoires généraux

Effectuer l'analyse chimique et l'essai à blanc comme spécifié dans l'ISO 26845.

8 Détermination de la perte au feu

Déterminer la perte au feu comme spécifié dans l'ISO 26845.

9 Décomposition de l'échantillon et préparation des solutions utilisées pour l'analyse

9.1 Techniques générales de décomposition

Les techniques utilisées dans la présente partie de l'ISO 21079 sont les méthodes classiques «par voie humide», par photométrie dans la flamme, par spectrométrie d'absorption atomique et spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES). Pour répondre aux exigences spécifiées dans ces modes opératoires, cinq décompositions distinctes sont nécessaires.

Effectuer une ou plusieurs des décompositions indiquées dans la liste suivante, en fonction des exigences requises par le mode opératoire choisi:

- a) décomposition par fusion suivie de l'élimination de la silice présente, par déshydratation (voir 9.2.2);
- b) décomposition par fusion suivie de l'élimination de la silice présente, par coagulation (voir 9.2.3);
- c) décomposition par fusion et dissolution dans l'acide sulfurique (voir 9.2.4);
- d) décomposition et élimination de la silice à l'acide fluorhydrique pour la photométrie dans la flamme (voir 9.3.2);
- e) décomposition et élimination de la silice à l'acide fluorhydrique pour la spectroscopie d'absorption atomique (voir 9.3.3);
- f) décomposition et élimination de la silice à l'acide fluorhydrique pour la spectroscopie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES) (voir 9.3.4).

9.2 Méthodes de dissolution par fusion

9.2.1 Généralités

Préparer une solution pour la détermination de la teneur en oxyde de silicium(IV), en oxyde d'aluminium, en oxyde ferrique, en oxyde de titane, en oxyde de calcium, en oxyde de magnésium, en oxyde de chrome(III), en oxyde de hafnium et en oxyde de zirconium en solution, suivant l'une des méthodes ci-dessous:

- a) fusion avec un carbonate alcalin et de l'acide borique, dissolution du mélange fondu dans de l'acide chlorhydrique et élimination de la masse d'oxyde de silicium(IV) par déshydratation;
- b) fusion avec un carbonate alcalin et de l'acide borique, dissolution du mélange fondu dans de l'acide chlorhydrique et élimination de la masse d'oxyde de silicium(IV) par coagulation;
- c) fusion avec un carbonate alcalin et de l'acide borique, puis dissolution du mélange fondu dans de l'acide sulfurique.