
**Analyse chimique des produits de
magnésie et de dolomie (méthode
alternative à la méthode par fluorescence
de rayons X) —**

Partie 1:

**Appareillage, réactifs, mise en solution et
détermination de la teneur en silice par
gravimétrie**

*Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products
(alternative to the X-ray fluorescence method) —
Part 1. Apparatus, reagents, dissolution and determination of
gravimetric silica*



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 10058-1:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5d05b4-5275-4764-b6f1-2239acd65fed/iso-10058-1-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5d05b4-5275-4764-b6f1-2239acd65fed/iso-10058-1-2008>



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	2
3 Termes et définitions	2
4 Appareillage	2
5 Réactifs	2
6 Préparation de l'échantillon	6
7 Détermination de la perte au feu (gravimétrie)	6
8 Décomposition de l'échantillon et préparation des solutions utilisées pour l'analyse	7
8.1 Méthodes générales de décomposition	7
8.2 Méthodes de mise en solution par fusion	7
8.3 Méthodes de mise en solution par attaque à l'acide fluorhydrique	9
9 Calcul et expression des résultats d'essai	11
10 Examen et acceptation des résultats d'essai	11
11 Rapport d'essai	12
Annexe A (informative) Références des solutions étalons et des solutions témoins dans l'ISO 10058-1:2008	13

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5d05b4-5275-4764-b6f1-2239acd65fed/iso-10058-1-2008>

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 10058-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*.

Cette première édition de l'ISO 10058-1, conjointement avec l'ISO 10058-2 et l'ISO 10058-3, annule et remplace l'ISO 10058:1992 qui a été techniquement révisée pour inclure l'utilisation croissante des méthodes de spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS) et de spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES), ainsi que plusieurs améliorations dans les procédures d'analyses chimiques par voie humide développées au Japon.

L'ISO 10058 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Analyse chimique des produits de magnésie et de dolomie (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X)*:

- *Partie 1: Appareillage, réactifs, mise en solution et détermination de la teneur en silice par gravimétrie*
- *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 produits de magnésie et de dolomie (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) —

Partie 1:

Appareillage, réactifs, mise en solution et détermination de la teneur en silice par gravimétrie

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 10058 spécifie l'appareillage, les réactifs, la mise en solution et la détermination de la teneur en silice par gravimétrie pour l'analyse chimique des matières premières et produits réfractaires contenant de la magnésie et de la dolomie.

La présente partie de l'ISO 10058 s'applique aux plages de détermination indiquées dans le Tableau 1.

L'ISO 10058 spécifie des modes opératoires pour l'analyse chimique des matières premières et produits réfractaires contenant de la magnésie et de la dolomie, exprimés en pourcentage en masse, indiqués dans le Tableau 1.

ISO 10058-1:2008

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5d05b4-5275-4764-b6f1-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5d05b4-5275-4764-b6f1-2239acd65fed/iso-10058-1-2008)

[2239acd65fed/iso-10058-1-2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5d05b4-5275-4764-b6f1-2239acd65fed/iso-10058-1-2008)

Tableau 1 — Plages de détermination (fraction massique en pourcent)

Constituant	Plage	Constituant	Plage
SiO ₂	0,1 à 10	MgO	30 à 99,9
Al ₂ O ₃	0,05 à 10	Na ₂ O	0,01 à 1
Fe ₂ O ₃	0,01 à 10	K ₂ O	0,01 à 1
TiO ₂	0,01 à 1	Cr ₂ O ₃	0,01 à 3
MnO	0,01 à 1	ZrO ₂	0,01 à 1
CaO	0,01 à 60	P ₂ O ₅	0,01 à 5
Perte au feu (LOI)	0,01 à 60	—	—

NOTE Ces valeurs sont à considérer après la détermination de la perte au feu.

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 6353-1, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 1: Méthodes générales d'essai*

ISO 6353-2, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série*

ISO 6353-3, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série*

ISO 26845:2008, *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 indiqués dans l'ISO 26845 s'appliquent.

4 Appareillage

Équipement normal de laboratoire, ainsi que tout autre appareillage défini dans l'ISO 26845.

5 Réactifs

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

Les réactifs doivent être conformes aux exigences de l'ISO 6353-1, de l'ISO 6353-2 et de l'ISO 6353-3, selon le cas approprié. Des exigences spécifiques concernant les réactifs figurent dans l'article approprié.

Utiliser les réactifs définis dans l'ISO 26845 ainsi que les suivants.

5.1 Solutions étalon titrées.

5.1.1 Solution étalon titrée de CyDTA, $c(\text{CyDTA}) = 0,01 \text{ mol/l}$.

Ajouter 8 ml de solution d'hydroxyde de sodium (100 g/l) et environ 150 ml d'eau à 3,65 g d'acide cyclohexylène-trans-1,2-diamine -N,N,N',N' tétracétique monohydraté (CyDTA) et dissoudre en chauffant. Après refroidissement, diluer à 1 000 ml avec de l'eau. Un volume d'environ 25 ml est requis.

Déterminer la concentration exacte de cette solution par titrage par rapport à la solution étalon titrée de zinc, $c(\text{Zn}) = 0,01 \text{ mol/l}$.

5.1.2 Solution étalon titrée de zinc, $c(\text{Zn}) = 0,01 \text{ mol/l}$.

Laver la surface du zinc (pureté supérieure à 99,9 % en masse) à l'acide chlorhydrique (1+3) pour détruire la couche oxydée, puis laver ensuite successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther de diéthyle, puis sécher dans un dessiccateur. Peser 0,65 g (à 0,000 1 g près) de zinc, l'introduire dans un bécher de 300 ml et couvrir d'un verre de montre. Ajouter avec précaution 20 ml d'eau et 5 ml d'acide nitrique, et chauffer au bain-marie bouillant pour mettre en solution. Après refroidissement, diluer à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée.

Calculer le facteur, F , de cette solution de zinc à l'aide de l'Équation (1).

$$F = \frac{m}{0,6538} \times \frac{A}{100} \quad (1)$$

où

m est la masse du zinc pesé, exprimée en grammes (g);

A est la pureté du zinc, exprimée en pourcentage en masse (%).

5.1.3 Solution étalon titrée d'EDTA, $c(\text{EDTA}) = 0,02 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 7,5 g d'EDTA₂Na (acide éthylène diamine tétracétique, sel disodique, dihydrate) dans 1 l d'eau. Conserver dans un flacon en matière plastique.

Déterminer le facteur, F , de la solution étalon titrée d'EDTA à 0,02 mol/l comme suit.

Dans un bécher de 300 ml, transvaser 50 ml de la solution de zinc à 0,01 mol/l, obtenue en 5.1.2, et ajouter 50 ml d'eau. Introduire, goutte à goutte, la solution d'hydroxyde de sodium (100 g/l) jusqu'à obtenir un pH de 6 à 8 et ajouter 2 ml de solution tampon (pH 10) et, tout en agitant, ajouter 3 à 4 gouttes de solution d'Eriochrome Black T comme indicateur et titrer à l'aide de la solution étalon titrée d'EDTA à 0,02 mol/l. Le point de virage est celui où la couleur de la solution vire du pourpre rougeâtre au bleu.

Calculer le facteur, F , de la solution étalon titrée d'EDTA à 0,02 mol/l à l'aide de l'Équation (2):

$$F = \frac{f \times 50}{2 \times V} \quad (2)$$

où

f est le facteur de la solution étalon titrée de zinc à 0,01 mol/l;

V est le volume en millilitres (ml) de la solution étalon titrée d'EDTA à 0,02 mol/l.

5.2 Solutions étalon.

5.2.1 Solution étalon d'oxyde d'aluminium, Al₂O₃ à 1 mg/ml.

Laver la surface d'une quantité suffisante d'aluminium métal (approximativement de 0,6 g à 0,7 g), de pureté supérieure à 99,9 % en masse, à l'acide chlorhydrique (1+4) pour détruire la couche oxydée, puis laver successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique, et sécher dans un dessiccateur. Peser 0,529 2 g d'aluminium et transvaser dans un bécher de 250 ml. Couvrir d'un verre de montre, ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (1+1) et chauffer pour mettre en solution. Après refroidissement, diluer à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée.

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

Dissoudre 1,785 g de carbonate de calcium pur, préalablement séché à 150 °C pendant 2 h, dans un léger excès d'acide chlorhydrique (1+4), dans un bécher de 250 ml couvert d'un verre de montre. Faire bouillir la solution pour éliminer le dioxyde de carbone, refroidir et diluer à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée.

5.2.3 Solution étalon d'oxyde de chrome(III), Cr₂O₃ à 1 mg/ml.

Sécher entre 2 g à 3 g de bichromate de potassium à 110 °C pendant au moins 2 h. Peser 1,935 5 g de cette solution et dissoudre dans l'eau. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée.

5.2.4 Solution étalon d'oxyde de chrome(III), Cr₂O₃ à 0,025 mg/ml.

À l'aide d'une pipette jaugée, introduire 25 ml de la solution étalon d'oxyde chromique (1 mg/ml) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume avec de l'eau. Préparer une solution fraîche au fur et à mesure des besoins.

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

Laver la surface d'une quantité suffisante de fer métal (pureté supérieure à 99,9 %) à l'acide chlorhydrique (1+4) pour détruire la couche oxydée, puis laver successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique. Sécher ensuite dans un dessiccateur. Peser 0,699 4 g de cette solution, transvaser dans un bécher (200 ml) et couvrir d'un verre de montre, ajouter 40 ml d'acide chlorhydrique (1+1), et chauffer au bain-marie bouillant jusqu'à mise en solution. Après refroidissement, diluer à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée.

5.2.6 Solution étalon d'oxyde de fer(III), Fe₂O₃ à 0,2 mg/ml.

À l'aide d'une pipette jaugée, introduire 200 ml de la solution étalon d'oxyde de fer(III) (Fe₂O₃ à 1 mg/ml) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume avec de l'eau. Préparer une solution fraîche au fur et à mesure des besoins.

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

À l'aide d'une pipette jaugée, introduire 40 ml de la solution étalon d'oxyde de fer(III) (Fe₂O₃ à 1 mg/ml) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume avec de l'eau. Préparer une solution fraîche au fur et à mesure des besoins.

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

Laver la surface d'une quantité suffisante de magnésium métal (pureté supérieure à 99,9 % en masse) à l'acide chlorhydrique (1+1) pour détruire la couche oxydée, puis laver successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique, et 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 20 ml d'acide chlorhydrique (1+1) et chauffer au bain-marie bouillant jusqu'à mise en solution. Après refroidissement, transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml et diluer au volume avec de l'eau.

5.2.9 Solution étalon d'oxyde de manganèse(II), MnO à 1 mg/ml.

Laver la surface d'une quantité suffisante de manganèse métal (pureté supérieure à 99,9 % en masse) à l'acide chlorhydrique (1+1) pour dissoudre la couche oxydée, puis laver successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique, et sécher dans un dessiccateur. Peser 0,774 5 g de ce métal, transvaser dans un bécher de 200 ml et couvrir d'un verre de montre. Ajouter 40 ml d'acide nitrique (1+1) et chauffer pour mettre en solution; après refroidissement, transvaser dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume avec de l'eau.

5.2.10 Solution étalon diluée d'oxyde de manganèse(II), MnO à 0,04 mg/ml.

Transvaser 40 ml de la solution étalon d'oxyde de manganèse(II) (MnO à 1 mg/ml) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume avec de l'eau. Préparer une solution fraîche au fur et à mesure des besoins.

5.2.11 Solution étalon d'oxyde de phosphore(V), P₂O₅ à 1 mg/ml.

Chauffer environ 3 g de dihydrogénophosphate de potassium à 110 °C ± 5 °C pendant 3 h et laisser refroidir dans un dessiccateur. Peser 1,917 6 g, transvaser dans un bécher et dissoudre dans 300 ml d'eau environ. Diluer à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée.

5.2.12 Solution étalon d'oxyde de phosphore(V), P_2O_5 à 0,04 mg/ml.

Transvaser avec précision 40 ml de la solution étalon d'oxyde de phosphore(V) (5.2.11) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume avec de l'eau.

5.2.13 Solution étalon d'oxyde de phosphore(V), P_2O_5 à 0,01 mg/ml.

À l'aide d'une pipette jaugée, introduire 10 ml de la solution étalon d'oxyde de phosphore(V) (5.2.11) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer au volume avec de l'eau. Préparer une solution fraîche au fur et à mesure des besoins.

5.2.14 Solution étalon d'oxyde de potassium, K_2O à 1 mg/ml.

Transvaser 1 g à 1,5 g de chlorure de potassium dans un creuset en platine (par exemple 30 ml) et calciner à $600\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ pendant 60 min environ. Laisser le creuset et son contenu refroidir dans un dessiccateur. Peser 0,791 4 g de cette solution et transvaser dans un bécher de 200 ml. Dissoudre dans 100 ml d'eau, transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml, et diluer au volume avec de l'eau.

5.2.15 Solution étalon d'oxyde de silicium(IV), SiO_2 à 1 mg/ml.

Peser 1,5 g à 2 g d'oxyde de silicium(IV) (pureté supérieure à 99,9 % en masse) dans un creuset en platine (par exemple, 30 ml) et chauffer pendant 30 min à $1\ 150\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$. Refroidir dans un dessiccateur, puis peser 1,000 g de cet oxyde de silicium(IV) dans un creuset en platine (par exemple, 50 ml). Fondre l'oxyde de silicium(IV) avec 5,0 g de carbonate de sodium anhydre. Refroidir et essuyer la partie externe du creuset, et dissoudre dans de l'eau tiède (150 ml) dans un bécher de 200 ml en matière plastique, tout en agitant à l'aide d'une baguette en matière plastique. Refroidir et diluer, sans chauffage, dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Transvaser immédiatement cette solution dans un flacon en matière plastique.

5.2.16 Solution étalon d'oxyde de silicium(IV), SiO_2 à 0,08 mg/ml.

À l'aide d'une pipette jaugée, introduire 40 ml de la solution étalon d'oxyde de silicium(IV) (5.2.15) dans une fiole jaugée de 500 ml et diluer au volume avec de l'eau. Préparer une solution fraîche au fur et à mesure des besoins.

5.2.17 Solution étalon d'oxyde de silicium(IV), SiO_2 à 0,04 mg/ml.

À l'aide d'une pipette jaugée, introduire 20 ml de la solution étalon d'oxyde de silicium(IV) (5.2.15) dans une fiole jaugée de 500 ml et diluer au volume avec de l'eau. Préparer une solution fraîche au fur et à mesure des besoins.

5.2.18 Solution étalon d'oxyde de sodium, Na_2O à 1 mg/ml.

Transvaser 1 g à 1,5 g de chlorure de sodium dans un creuset en platine (par exemple 30 ml) et calciner à $600\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ pendant 60 min environ. Laisser le creuset et son contenu refroidir dans un dessiccateur. Peser 0,942 9 g de cette substance et transvaser dans un bécher de 200 ml. Dissoudre dans 100 ml d'eau, transvaser dans une fiole jaugée de 500 ml, et diluer au volume avec de l'eau.

5.2.19 Solution étalon d'oxyde de titane(IV), TiO_2 à 1 mg/ml.

Laver la surface d'une quantité suffisante de titane métal (pureté supérieure à 99,9 % en masse) à l'acide chlorhydrique (1+3) pour détruire la couche oxydée. Ensuite, laver successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique, puis sécher dans un dessiccateur. Peser 0,599 4 g de ce titane métal, et transvaser dans un récipient en platine. Couvrir d'un verre de montre en résine de tétrafluorure d'éthylène, puis ajouter 40 ml d'acide fluorhydrique, 15 ml d'acide sulfurique (1+1) et 2 ml d'acide nitrique, et chauffer au bain-marie bouillant pour mettre en solution. Retirer le verre de montre, le rincer à l'eau et chauffer la solution sur un bain de sable jusqu'à l'apparition de fortes vapeurs d'acide sulfurique. Après refroidissement, rincer la paroi interne du récipient en platine avec une petite quantité d'eau, et chauffer à nouveau jusqu'à l'apparition de vapeurs. Après refroidissement, ajouter de l'eau et diluer à 1 000 ml avec de l'eau dans une fiole jaugée.