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

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)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3c36f21-6bb7-454c-919d-230e7f95704e/iso-10058-3-2008>

Chemical analysis of magnesite and dolomite refractory products (alternative to the X-ray fluorescence method) —

Part 3: Flame atomic absorption spectrophotometry (FAAS) and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES)



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 10058-3:2008](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f3c36f21-6bb7-454c-919d-230e7f95704e/iso-10058-3-2008>



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 Méthodes instrumentales utilisant l'ICP-AES.....	2
3.1 Dosage de la silice résiduelle dans les solutions (S1) par ICP-AES.....	2
3.2 Dosage de l'oxyde de silicium(IV), de l'oxyde d'aluminium, de l'oxyde de fer(III), de l'oxyde de titane(IV), de l'oxyde de manganèse(II), de l'oxyde de calcium, de l'oxyde de chrome(III) et de l'oxyde de zirconium à l'aide des solutions (S1) ou (S'1) par spectrométrie ICP-AE.....	3
3.3 Dosage de l'oxyde de sodium et de l'oxyde de potassium à l'aide des solutions (S4) par ICP-AE	6
3.4 Dosage de l'oxyde de phosphore(V) par ICP-AE	7
4 Méthodes instrumentales utilisant la FAAS	9
4.1 Dosage de l'oxyde de manganèse(II), de l'oxyde calcium et de l'oxyde de chrome(III) par FAAS	9
4.2 Dosage de l'oxyde de calcium, de l'oxyde de sodium et de l'oxyde de potassium à l'aide des solutions (S3) par FAAS	11
5 Rapport d'essai.....	13

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3c36f21-6bb7-454c-919d-230e7f95704e/iso-10058-3-2008>
 ISO 10058-3:2008
 (standards.iteh.ai)

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 10058-3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*.

Cette première édition de l'ISO 10058-3, conjointement avec l'ISO 10058-1 et l'ISO 10058-2, 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 3:

Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS) et spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 10058 spécifie des méthodes de spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS) et de spectrométrie d'émission atomique à plasma induit par haute fréquence (ICP-AES) pour l'analyse chimique des produits et des matières premières réfractaires de magnésie et de dolomie.

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

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

Constituant	Plage	Constituant	Plage
SiO ₂	0,1 à 10	Na ₂ O	0,01 à 1
Al ₂ O ₃	0,05 à 10	K ₂ O	0,01 à 1
Fe ₂ O ₃	0,01 à 10	Cr ₂ O ₃	0,01 à 3
TiO ₂	0,01 à 1	ZrO ₂	0,01 à 1
MnO	0,01 à 1	P ₂ O ₅	0,01 à 5
CaO	0,01 à 10	—	—
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 10058-1:2008, *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*

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 Méthodes instrumentales utilisant l'ICP-AES

3.1 Dosage de la silice résiduelle dans les solutions (S1) par ICP-AES

3.1.1 Principe

La silice résiduelle restant en solution dans les solutions (S1) (voir l'ISO 10058-1:2008, Annexe A) est dosée par ICP-AES.

3.1.2 Réactifs

3.1.2.1 Solutions d'étalonnage désignées de série 1.

Introduire avec précision des quantités appropriées de parties aliquotes de la solution étalon d'oxyde de silicium(IV) (0,08 mg/ml) dans une série de fioles jaugées de 100 ml en fonction de la composition des échantillons. Ajouter, à chaque fiole, 10 ml de solution matricielle 1 et diluer au volume avec de l'eau. Un exemple est donné dans le Tableau 2.

Ce tableau illustre un exemple type de préparation des solutions. Il est préparé une série appropriée de solutions d'étalonnage en fonction des compositions des échantillons ainsi que des types et capacités de l'instrument utilisé.

Tableau 2 — Exemple de solutions d'étalonnage désignées de série 1

Solutions d'étalonnage désignées de série 1 N°	Solution matricielle 1 ml	Solution étalon d'oxyde de silicium(IV) ml	Concentration dans la solution SiO ₂ mg/100 ml
1	10	0	0
2	10	5	0,4
3	10	10	0,8
4	10	15	1,2
5	10	20	1,6
6	10	25	2,0

3.1.3 Mode opératoire

Doser l'oxyde de silicium(IV) restant dans la solution (S1) comme suit.

Introduire 10 ml de solution (S1) dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer au volume avec de l'eau.

Cette solution est appelée solution diluée (S1d) pour le dosage de l'oxyde de silicium(IV) dissous.

Nébuliser une prise d'essai de la solution diluée (S1d) dans le jet de plasma d'argon du spectromètre ICP-AE, et mesurer l'intensité d'émission à une longueur d'onde de 251,611 nm.

3.1.4 Essai à blanc

Suivre le mode opératoire décrit en 3.1.3 avec la solution témoin (B1) (voir l'ISO 10058-1:2008, Annexe A).

La solution témoin diluée équivalente à la solution diluée (S1d) est appelée solution témoin diluée (B1d).

3.1.5 Traçage de la courbe d'étalonnage

À l'aide des solutions d'étalonnage désignées de série 1, suivre le mode opératoire d'émission décrit en 3.1.3. Tracer une représentation graphique entre l'intensité d'émission et la masse de l'oxyde. Préparer la courbe d'étalonnage en l'ajustant de façon qu'elle passe par l'origine.

Il convient d'effectuer un nouvel étalonnage au moyen de la plage d'étalonnage et des solutions témoins pour chaque série de dosages.

3.1.6 Calcul

Calculer la fraction massique d'oxyde de silicium(IV), w_{SiO_2} , en pourcentage, à l'aide de l'Équation (1), à partir de la quantité d'oxyde de silicium(IV) dérivée des valeurs obtenues en 3.1.3 et 3.1.4, et de l'étalonnage réalisé en 3.1.5:

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{(m_1 - m_2) + (m_s - m_b) \times \frac{250}{10}}{m} \times 100 \quad (1)$$

où

m est la masse, en grammes (g), de la prise d'essai calculée conformément à l'ISO 10058-1:2008, 8.2.2.3.1;

m_1 est la masse, en grammes (g), déterminée dans l'ISO 10058-1:2008, 8.2.2.3.3;

m_2 est la masse, en grammes (g), déterminée dans l'ISO 10058-1:2008, 8.2.2.4;

m_s est la masse, en grammes (g), de l'oxyde de silicium(IV) dans la solution diluée (S1d) décrite en 3.1.3;

m_b est la masse, en grammes (g), de l'oxyde de silicium(IV) dans la solution témoin diluée (B1d) décrite en 3.1.4.

3.2 Dosage de l'oxyde de silicium(IV), de l'oxyde d'aluminium, de l'oxyde de fer(III), de l'oxyde de titane(IV), de l'oxyde de manganèse(II), de l'oxyde de calcium, de l'oxyde de chrome(III) et de l'oxyde de zirconium à l'aide des solutions (S1) ou (S'1) par spectrométrie ICP-AE

3.2.1 Principe

L'intensité d'émission de l'oxyde de silicium(IV), de l'oxyde d'aluminium, de l'oxyde de fer(III), de l'oxyde de titane(IV), de l'oxyde de manganèse(II), de l'oxyde de calcium, de l'oxyde de magnésium, de l'oxyde de chrome(III) et de l'oxyde de zirconium est mesurée au spectromètre ICP-AE pour les solutions (S1) ou (S'1) respectivement (voir l'ISO 10058-1:2008, Annexe A). Il convient d'appliquer cette méthode aux constituants dans (S1) ou (S'1) conformément au Tableau 3.

Tableau 3 — Plages de détermination (fraction massique en %)

Constituant	Plage	Constituant	Plage
SiO ₂	0,1 à 10	MnO	0,01 à 1
Al ₂ O ₃	0,05 à 10	CaO	0,01 à 10
Fe ₂ O ₃	0,01 à 10	Cr ₂ O ₃	0,01 à 3
TiO ₂	0,01 à 1	ZrO ₂	0,01 à 1

NOTE 1 Si les solutions (S1) sont utilisées, le SiO₂ est sous forme de silice résiduelle. Si les solutions (S'1) sont utilisées, SiO₂ est totalement sous forme d'oxyde de silicium(IV).

NOTE 2 Le dosage de l'oxyde de calcium par cette méthode ne peut pas être appliqué à une teneur en oxyde de calcium supérieure à 10 % en masse.

3.2.2 Réactifs

Réactifs décrits dans l'ISO 10058-1:2008, Article 5, ainsi que les suivants.

3.2.2.1 Solution étalon mixte 1, SiO₂ à 0,04 mg/ml, Al₂O₃ à 0,04 mg/ml, Fe₂O₃ à 0,04 mg/ml, TiO₂ à 0,005 mg/ml, MnO à 0,005 mg/ml, CaO à 0,04 mg/ml, Cr₂O₃ à 0,02 mg/ml, ZrO₂ à 0,005 mg/ml.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire une partie aliquote (1 mg/ml) des solutions étalons d'oxyde de silicium(IV) (40 ml), d'oxyde d'aluminium (40 ml), d'oxyde de fer(III) (40 ml), d'oxyde de titane(IV) (5 ml), d'oxyde de manganèse(II) (5 ml), d'oxyde de calcium (40 ml), d'oxyde de chrome(III) (20 ml) et d'oxyde de zirconium (5 ml) et diluer au volume avec de l'eau.

3.2.2.2 Solution matricielle 2 ou 2'

Suivre le mode opératoire décrit dans l'ISO 10058-1:2008, 8.2.2.3 ou 8.2.2.2 sans l'échantillon, mais omettre le chauffage du mélange de fusion ou du carbonate de sodium anhydre.

La solution équivalente à la solution (S1) ou (S'1) est appelée solution matricielle 3 ou 3' selon le cas.

3.2.2.3 Solution étalon interne.

Introduire 10 ml de solution étalon d'oxyde de scandium (1 mg/ml) et de solution étalon d'oxyde d'yttrium (1 mg/ml) dans une fiole jaugée de 100 ml et diluer au volume avec de l'eau.

3.2.2.4 Solutions d'étalonnage désignées de série 2

Introduire des quantités appropriées, déterminées dans le Tableau 4, de parties aliquotes de la solution étalon mixte 1 dans une série de fioles jaugées de 100 ml. Ajouter respectivement 10 ml de solution matricielle 2 ou de solution matricielle 2' et 5 ml de solution étalon interne, et diluer au volume avec de l'eau.

Le Tableau 4 illustre un exemple de préparation des solutions. Préparer une série appropriée de solutions d'étalonnage en fonction de la composition de l'échantillon, du type et des capacités de l'instrument utilisé.

Tableau 4 — Exemple de solutions d'étalonnage désignées de série 2

Solutions d'étalonnage désignées de série 2 N°	Solution matricielle 2 ou 2' ml	Solution standard interne ml	Solution 1 standard mixte ml	Concentration dans la solution mg/100 ml							
				SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MnO	CaO	Cr ₂ O ₃	ZrO ₂
1	10	5	0	0,00	0,00	0,00	0,000	0,000	0,00	0,00	0,000
2	10	5	2	0,08	0,08	0,08	0,010	0,010	0,08	0,04	0,010
3	10	5	5	0,20	0,20	0,20	0,025	0,025	0,20	0,10	0,025
4	10	5	10	0,40	0,40	0,40	0,050	0,050	0,40	0,20	0,050
5	10	5	20	0,80	0,80	0,80	0,100	0,100	0,80	0,40	0,100
6	10	5	30	1,20	1,20	1,20	0,150	0,150	1,20	0,60	0,150
7	10	5	40	1,60	1,60	1,60	0,200	0,200	1,60	0,80	0,200
8	10	5	50	2,00	2,00	2,00	0,250	0,250	2,00	1,00	0,250

NOTE 1 Le présent tableau illustre un exemple de préparation des solutions. Il est préparé une série appropriée de solutions d'étalonnage en fonction des compositions des échantillons ainsi que des types et capacités de l'instrument utilisé.

NOTE 2 Pour utiliser cette méthode d'étalonnage, il est indispensable que les interférences de lignes de l'un quelconque de ces oxydes sur un autre soient vérifiées et, si de telles interférences existent, des corrections appropriées sont appliquées.

3.2.3 Mode opératoire

Dans une fiole jaugée de 100 ml, introduire une partie aliquote de 10 ml de la solution (S1) ou (S'1). Ajouter 5 ml de solution étalon interne et diluer au volume avec de l'eau. Cette solution est appelée solution (S1dScY) ou (S'1dScY).

Nébuliser une prise d'essai de la solution (S1dScY) ou (S'1dScY) dans le jet de plasma d'argon d'un spectromètre ICP-AE, et mesurer l'intensité d'émission de chaque élément et celle des éléments de la solution étalon interne à la longueur d'onde appropriée, par exemple, à celle indiquée dans le Tableau 5.

Tableau 5 — Exemple de longueur d'onde

Constituant	Élément	Longueur d'onde nm
SiO ₂	Si	251,611
Al ₂ O ₃	Al	396,152
Fe ₂ O ₃	Fe	259,940
TiO ₂	Ti	334,941
MnO	Mn	257,610
CaO	Ca	393,366
Cr ₂ O ₃	Cr	267,716
ZrO ₂	Zr	343,823
Élément étalon interne	Y	371,030
	Sc	361,383

(standards.iteh.ai)

3.2.4 Essai à blanc

Introduire une partie aliquote de 10 ml de la solution témoin (B1) ou (B'1), (voir l'ISO 10058-1:2008, Annexe A) et suivre la procédure décrite en 3.2.3. La solution correspondant à la solution (B1) ou (B'1) est appelée solution témoin (B1dScY) ou (B'1dScY).

3.2.5 Traçage de la courbe d'étalonnage

Utiliser des solutions d'étalonnage désignées de série 2. Suivre le mode opératoire décrit en 3.2.3 et tracer une représentation graphique entre l'intensité d'émission et la masse de chaque constituant (SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, TiO₂, MnO, CaO, Cr₂O₃ et ZrO₂). Préparer la courbe d'étalonnage de chaque constituant.

3.2.6 Calcul

Calculer la fraction massique de chaque constituant (w_{SiO_2} , $w_{\text{Al}_2\text{O}_3}$, $w_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$, w_{TiO_2} , w_{MnO} , w_{CaO} , $w_{\text{Cr}_2\text{O}_3}$ et w_{ZrO_2}), en pourcentage, à l'aide de l'Équation (2), la masse de l'oxyde correspondant étant dérivée des valeurs d'intensité d'émission obtenues en 3.2.3 et 3.2.4, et de l'étalonnage réalisé en 3.2.5.

$$w_{M_nO_m} = \frac{m_s - m_b}{m} \times \frac{250}{10} \times 100 \quad (2)$$

où

m_s est la masse, en grammes (g), de chaque constituant, exprimé sous la forme M_nO_m , dans la solution (S1dScY) ou (S'1dScY);

m_b est la masse, en grammes (g), de chaque constituant, exprimé sous la forme M_nO_m , dans la solution témoin (B1dScY) ou (B'1dScY);

m est la masse, en grammes (g), de la prise d'essai décrite dans l'ISO 10058-1:2008, 8.2.2.3.1 ou 8.2.3.3.